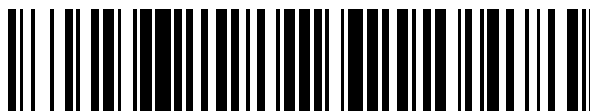


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 750 576**

51 Int. Cl.:

D06M 15/263 (2006.01)

D06M 15/643 (2006.01)

C09D 183/08 (2006.01)

B05D 1/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **12.11.2014 PCT/US2014/065211**

87 Fecha y número de publicación internacional: **21.05.2015 WO15073532**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **12.11.2014 E 14861641 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **18.09.2019 EP 3068943**

54 Título: **Composiciones libres de flúor, resistentes a la suciedad e hidrófugas**

30 Prioridad:

12.11.2013 EP 13192548

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

26.03.2020

73 Titular/es:

**INVISTA TEXTILES (U.K.) LIMITED (100.0%)
One St. Peter's Square
Manchester M2 3DE , GB**

72 Inventor/es:

BAUMANN, MARKUS

74 Agente/Representante:

VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro

ES 2 750 576 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

Composiciones libres de flúor, resistentes a la suciedad e hidrófugas

5 **Referencia cruzada con la solicitud relacionada**

Esta solicitud reivindica el beneficio de la prioridad de la solicitud de patente europea con número 13192548.9 presentada el 12 de noviembre de 2013. Esta solicitud incorpora por la presente por referencia esta solicitud en su totalidad.

10 La presente invención concierne a composiciones libres de flúor que producen artículos textiles, tales como alfombras y otros recubrimientos textiles para suelos fabricados a partir de fibras sintéticas o fibras naturales repelentes al agua, resistentes a la suciedad y resistentes a las manchas. La invención concierne adicionalmente a un método para tratar artículos textiles y para artículos textiles tratados que son repelentes al agua, resistentes a la suciedad y resistentes a las manchas, especialmente alfombras.

15 En general, era conocido el uso de productos químicos y composiciones que contenían flúor para impartir varias propiedades valiosas a las fibras textiles de origen sintético o natural, especialmente para proteger las alfombras y otros recubrimientos textiles para suelos de la humedad y la suciedad.

20 **Técnica relacionada**

El documento US-6.824.854 desvela una alfombra tratada con un agente resistente a la suciedad que comprende una dispersión de compuestos orgánicos polifluorados que tienen al menos un enlace urea, uretano o éster en combinación con un tensioactivo aniónico. La relación de compuesto polifluorado a tensioactivo es, por lo tanto, de aproximadamente 0,075:1,0 a aproximadamente 5:1.

30 El documento US-4.264.484 se refiere a una alfombra que es resistente a la suciedad y resistente a las manchas y que ha sido tratada con una composición que comprende un líquido que contiene un polímero insoluble en agua derivado de un monómero etilénicamente insaturado libre de flúor no vinílico que tiene una temperatura de transición mayor superior a aproximadamente 25 °C y un éster que contiene un radical fluoroalifático insoluble en agua y un cloro alifático que tiene una temperatura de transición mayor superior a aproximadamente 25 °C.

35 El documento EP-A 2 205 688 desvela un método para tratar sustratos con copolímeros de (met)acrilato solubles en agua fluorados que imparten repelencia al agua, resistencia a la suciedad y resistencia a las manchas de los sustratos tratados de ese modo.

40 El documento EP-A 2 222 734 describe un copolímero y un método para el tratamiento de sustratos fibrosos con dicho copolímero para hacerlos resistentes a la suciedad e impartir una mínima repelencia al agua. El copolímero se prepara por polimerización de ácido metacrílico con ciertos isocianatos de bencilo alquilados fluorados que tienen grupos perfluoroalquilo de cadena lineal o ramificada.

También se ha sabido impartir repelencia al agua libre de flúor a textiles y telas.

45 El documento EP-A 1 368 525 describe una composición y su uso para tratar textiles, fibras y sustratos de tela, por lo que se mejoran las propiedades deseables como la repelencia al agua y la durabilidad. Dicha composición es una mezcla bastante compleja de varios componentes, tal como un compuesto que tiene una funcionalidad epoxi, un compuesto que tiene una funcionalidad alcoxi, un componente de reticulación seleccionado entre compuestos específicos y un catalizador que comprende sales metálicas de ácidos minerales, p. ej., cloruro de zinc, cloruro de magnesio, jabones y anhídridos metálicos. Se forma un producto de condensación que es adecuado para impartir las propiedades deseadas a los textiles cuando los compuestos que tienen las funcionalidades particulares y el componente de reticulación reaccionan con el catalizador y se curan.

55 El documento EP 0552874 A2 desvela una composición que comprende una solución obtenida mediante la combinación de i) agua; ii) un alquiltrialcoxisilano seleccionado entre el grupo que consiste en grupos alquilo C₁ a C₆ en silicio y combinaciones de alquiltrialcoxisilanos con grupos alquilo C₁ a C₆ en silicio; iii) un agente de acoplamiento de silano soluble en agua o un producto de hidrólisis del mismo; y iv) una emulsión de silicona acuosa de un polidiorganosiloxano con extremo bloqueado de hidroxilo aniónicamente estabilizado, sílice amorfa y una sal de estaño orgánica.

60 El documento US 2003/060395 A1 se refiere a una composición de limpieza y tratamiento sin disolventes para alfombras. La composición comprende una solución acuosa de un polímero de bloqueo de manchas, un polímero antisuciedad de silsesquioxano, un tensioactivo y opcionalmente un agente secuestrante o sal.

65 El documento US 2011/009553 A1 se refiere a dispersiones acuosas que contienen aglomerantes que contienen organopolisiloxanos R₁xSi(OR²)_yO_{(4-x-y)/2} en el que x+y es ≤ 3, x promedia 1,0 a 2,0 e y promedia 0 a 0,5, y un

polímero que contiene silano autodispersable o soluble en agua proporciona propiedades tanto de alta adhesión como de repelencia a la suciedad cuando se aplican a sustratos tales como textiles y alfombras.

El documento US 4.421.796 desvela un método de tratamiento de fibras textiles.

5 Sin embargo, la técnica relacionada no desvela una alfombra o recubrimiento textil para suelos tratado con composiciones químicas libres de flúor que proporcionan tanto resistencia a la suciedad como repelencia al agua, y una alfombra o recubrimiento textil para suelos libre de flúor y que tiene estas propiedades de alta calidad.

10 Además, hay un interés creciente en la industria de las alfombras y los recubrimientos textiles para suelos para reemplazar los fluoroquímicos C_6 utilizados actualmente con productos resistentes a la suciedad e hidrófugos libres de flúor. Las etiquetas ecológicas como "Blue Angel", concedido a RAL gGmbH, St. Augustin, Alemania y otros, refuerzan continuamente esta tendencia.

15 **Objetivo de la invención**

Por ende, fue un objetivo de la presente divulgación proporcionar composiciones libres de flúor que impartieran de manera fiable una protección superficial a los sustratos de suelos textiles contra las influencias perjudiciales del agua y la suciedad. Dichas composiciones deberían ser fáciles de fabricar y fáciles de aplicar a los textiles de origen
20 sintético o natural, mientras que al mismo tiempo imparten una protección comparable a la de los productos químicos que contienen flúor, ya que están actualmente disponibles en el mercado. Además, debe proporcionar repelencia al agua fiable a las alfombras y a los recubrimientos textiles para suelos mediante el tratamiento con tales nuevas composiciones.

25 **Breve descripción de la invención**

La presente invención, por tanto, pertenece a una composición libre de flúor que comprende:

30 W1) Una emulsión de silicona acuosa con un contenido de silicona del 10 al 30 % en peso, preferentemente del 15 al 25 % en peso, basada en el peso total de dicha emulsión acuosa, y con un tamaño de partículas, d_{50} , de 25 a 100 nm, preferentemente de 40 a 80 nm,

W2) Una dispersión acuosa de una sal de amonio cuaternario y silano con un contenido en sólidos del 1,0 al 7,0 % en peso, preferentemente del 2,5 al 5,5 % en peso, más preferentemente del 3,0 al 5,0 % en peso, basado en el peso total de dicha dispersión, y

35 W3) agua,
por lo que la relación de mezcla es de 0,5 a 4,0 partes en volumen para W1, de 0,7 a 1,5 partes en volumen para W2, y de 1,0 a 4,0 partes en volumen para W3, con lo que se obtiene un rendimiento en el componente W.

40 S) Un componente de repelencia a la suciedad S que es una dispersión acuosa de copolímeros de organosiloxanos coloidales, y que tiene una carga catiónica o aniónica global, y con un tamaño medio de partículas entre 25 y 400 nm, preferentemente entre 30 y 250 nm, preferentemente entre 30 y 200 nm, incluyendo entre 30 y 50 nm.

Un objeto de la invención es un artículo de fabricación, especialmente una alfombra o un recubrimiento textil para
45 suelos, que se trata con la composición definida en la presente memoria, p. ej., mediante la aplicación por pulverización o aplicación de espuma, por lo que el artículo llega a ser hidrófugo y resistente a la suciedad.

Otro objetivo de la invención es un método para el tratamiento de textiles o fibras de origen sintético o natural con una composición como se define en la presente memoria en una cantidad eficaz para hacer que los tejidos o fibras
50 sean hidrófugos y resistentes a la suciedad.

Otro objeto de la invención es un kit que proporciona en recipientes separados

- a) una mezcla de los componentes W1, W2 y W3 en una relación de mezcla dada denominada Componente W y
- b) Componente S (un componente de repelencia a la suciedad)

55 que puede mezclarse y/o utilizarse en un lugar de fabricación de alfombras.

Descripción detallada de la invención

60 Composición de repelencia al agua. Componente W

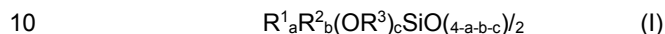
La repelencia al agua se refiere al grado en que un sustrato repele el agua y las mezclas de agua/isopropanol y se determina utilizando un método similar al de la repelencia al aceite.

65 A diferencia de los productos químicos resistentes a la suciedad o hidrófugos, la composición proporcionada por la presente invención está libre de ingredientes que contienen flúor. La composición comprende dos componentes, W y

S, y la relación de W a S aplicada sobre la alfombra o el recubrimiento textil del suelo puede ajustarse para conseguir la máxima repelencia al agua y a la suciedad beneficiándose de tasas de uso económicamente ventajosas.

- 5 Las siliconas típicas, o polisiloxanos, útiles en la invención como componente W1 incluyen los descritos por von Alberti en el documento WO 2012/130332.

Los polisiloxanos descritos por von Alberti son los aminopolisiloxanos generales de Fórmula I:



en la que:

- 15 R^1 significa radicales alquilo C_1-C_6 unidos a SiC, sustituidos opcionalmente con halógeno, libres de nitrógeno, monovalentes idénticos o diferentes
 R^2 significa radicales alquilo C_1-C_6 que contienen nitrógeno básico, unidos a SiC sustituidos opcionalmente con halógeno, monovalentes idénticos o diferentes
 R^3 es H o un radical alquilo C_1-C_8 ,
 a es 0, 1, 2 o 3, preferentemente 0, 1 o 2,
 20 b es 0, 1, 2 o 3, preferentemente 0, 1 o 2, o al menos un promedio de 0,05, y
 c es 0 o 1,

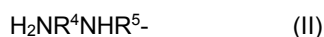
- con la condición de que la suma de a, b y c sea inferior o igual a 3 y que el número de aminas del organopolisiloxano es de al menos 0,01. Más preferentemente, el valor promedio de b es de aproximadamente 1 a aproximadamente 2.
 25 Más preferentemente, el grupo alcoxi OR^3 es seleccionado entre un grupo alcoxi C_1-C_5 , y representa en particular metoxi, etoxi y propoxi. Más preferentemente, el grupo alcoxi OR^3 es solo la unidad terminal de fórmula (I).

"Halógeno" significa -Cl, -Br o -I, preferentemente -Cl o -Br, más preferentemente -Cl.

- 30 Un "nitrógeno básico" es una amina primaria, secundaria o terciaria, preferentemente una amina primaria y/o secundaria.

- Los ejemplos preferidos de R^2 son $H_2N(CH_2)_3-$, $H_2N(CH_2)_2NH(CH_2)_2-$, $H_2N(CH_2)_2NH(CH_2)_3-$, $H_2N(CH_2)_2-$,
 35 $H_3CNH(CH_2)_3-$, $C_2H_5NH(CH_2)_3-$, $H_3CNH(CH_2)_2-$, $C_2H_5NH(CH_2)_2-$, $H_2N(CH_2)_4-$, $H_2N(CH_2)_5-$.

Los grupos alquilaminoalquilos más preferidos R^2 están representados por la fórmula (II):



- 40 en la que R^4 y R^5 son preferentemente cada uno independientemente un alquileo C_1-C_3 . Los grupos arriba mencionados que caen dentro de la fórmula II son especialmente preferidos.

- Los concentrados de acuerdo con la invención contienen normalmente emulsionantes estabilizantes de polisiloxano. Los concentrados preferidos de acuerdo con la invención contienen una especie de emulsionante no tensioactivo.
 45 Los glicoles y los éteres de glicol son particularmente preferidos. Ejemplos de especies de emulsionantes no tensioactivos preferidas son dietilenglicol monobutil éter (butil diglicol) y etilenglicol monohexil éter (hexilenglicol). Los emulsionantes preferidos aseguran que los constituyentes de polisiloxano se mantengan como una emulsión finamente dividida en agua. Las emulsiones a escala nanométrica son especialmente beneficiosas para la aplicación a una superficie de alfombra para obtener el beneficio de repelencia al agua, y tamaños de gota medios (= promedio) de aproximadamente 10 nm a aproximadamente 400 nm, especialmente de 30 a 100 nm, por ejemplo
 50 aproximadamente 55 nm, se prefieren particularmente en la emulsión (véase más adelante, el método de prueba). La elección de emulsionantes no iónicos es ventajosa ya que actúan para inhibir la formación de espuma no deseada durante la aplicación, y además contribuyen a un tratamiento uniforme de la superficie del sustrato. En caso de que se desee la formación de espuma para su aplicación, se puede proporcionar un agente espumante.

- 55 Las siliconas de la fórmula I se clasifican como aminopolisiloxanos. Un producto especialmente preferido que tiene fórmula I está disponible comercialmente en Wacker Chemie AG, Alemania, con la marca "Wacker® HC 303". Wacker® HC 303 contiene aproximadamente un 17 % de sólidos (es decir, polisiloxano) en masa y es una mezcla de especies de siloxano polimerizado, puesta a disposición como una emulsión acuosa, por lo que los polisiloxanos forman gotas con un tamaño promedio del orden de 25 nm en emulsión.
 60

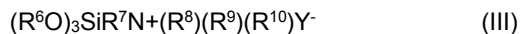
Si los polisiloxanos no se pueden adquirir, se pueden preparar fácilmente de acuerdo con cualquiera de los procedimientos descritos por Mayer en la patente de Estados Unidos n.º 6.262.171 (correspondiente al documento DE 195 17 346 A1).

- 65 Como ya se ha indicado con referencia al producto comercial "Wacker HC-303", el componente W1 es

preferentemente utilizado como emulsión acuosa. Las emulsiones acuosas, W1, de la presente divulgación son preferentemente preparadas primero al mezclar una parte del agua con emulsionante y polisiloxano aminofuncional, seguido de silano y/o resina de silicona. La mezcla y la emulsificación se realizan preferentemente en un aparato agitador de rotor y estator de funcionamiento rápido, también llamado homogeneizador Willems, o molino coloidal.

5 El contenido de sólidos (es decir, polisiloxano) de la silicona en la emulsión acuosa lista para su uso es de 10 a 30 % en peso, preferentemente de 15 a 25 % en peso, basado en el peso total de dicha emulsión acuosa.

10 El componente W2 es una sal de amonio cuaternario y silano, más específicamente un compuesto trialcoxisilil-alquil-trialquilamonio y aún más preferido un compuesto de trialcoxisilil-alquil-trialquilamonio de la fórmula III



en la que:

15 R⁶ es H, metilo, etilo, propilo o butilo,
R₇ es alquilo C₁-C₆,
R⁸ y R⁹ son, independientemente, H, metilo, etilo, propilo o butilo,
R¹⁰ es alquilo C₁-C₂₂, y
20 Y es Cl o Br.

Las cadenas alquilo con tres o más átomos de carbono pueden ser cadenas lineales o ramificadas.

25 Se prefieren los compuestos de la fórmula III, en la que R⁶ es H o metilo, R⁷ es etilo o propilo, R⁸ y R⁹ son cada uno metilo o etilo, R¹⁰ es alquilo C₁₆-C₂₂, e Y es Cl.

30 Se prefiere especialmente un compuesto de la fórmula III, en la que R⁶, R⁷ y R⁸ son metilo, R⁹ es propilo, R¹⁰ es octadecilo e Y es cloruro de (dimetiloctadecil[3-(trimetoxisilil)propil] amonio del cloruro (n.º de CAS 27668-52-6)); este compuesto es el principio activo de un producto comercialmente fabricado disponible por Devan Chemicals NV, Bélgica con el nombre de Aegis AEM 5772/5. AEM 5772/5 es una solución acuosa que contiene un 3,7 % en peso de principio activo. El principio activo es conocido por actuar como un agente antimicrobiano. Por ejemplo, Bender, en la solicitud de patente de Estados Unidos n.º 2010/0115706 (correspondiente al documento DE 10 2006 058 790 A1), describe el uso de AEM 5772/5 como específico al beneficio antimicrobiano como un acabado tópico en tejidos y fibras. Sin embargo, en relación con la presente invención ha mostrado sorprendentemente aumentar la repelencia al agua.

35 El componente W2 se utiliza preferentemente como dispersión acuosa con un contenido en sólidos de sal de amonio cuaternario y silano de 1,0 a 7,0 % en peso, preferentemente de 2,5 a 5,5 % en peso, más preferentemente de 3,0 a 5,0 % en peso, basado en el peso total de dicha dispersión.

40 "Formulado" para el fin de esta divulgación significa que la sal de amonio cuaternario y silano, W2, y el aminopolisiloxano de W1, se proporcionan como mezclas complejas transportadas por agua en combinación con tales adyuvantes químicos son, por ejemplo, tensioactivos, codisolventes, agentes emulsionantes o agentes dispersantes. El aminopolisiloxano de W1 puede, por lo tanto, proporcionarse como una formulación transportada por agua con ciertos adyuvantes presentes y, por separado, la sal de amonio cuaternario y silano de W2 puede proporcionarse como una formulación transportada por agua con ciertos adyuvantes presentes, y en esta forma W1 y W2 pueden combinarse y mezclarse con W3.

45 Los aminopolisiloxanos formulados y las sales de amonio cuaternario y silano formuladas son más eficaces cuando se combinan en forma formulada de modo que la combinación comprende de 3 a 10 partes en volumen de aminopolisiloxano puro (componente W1) y de 0,1 a 1,0 partes en volumen de sal de amonio cuaternario y silano (como principio activo en W2). Los componentes mixtos W1 y W2 se refieren en esta presente memoria como componente W. La mezcla de polisiloxano aminofuncional formulado y sal de amonio cuaternario y silano formulada tiene un diámetro medio de partícula/gota de entre 10 y 400 nm, preferentemente de 20 a 200 nm, más preferente de 30 a 90 nm, y especialmente preferente de 50 a 60 nm según lo determinado mediante el método de prueba de tamaño de partícula/gota (véase más adelante).

El componente W3 es agua.

60 Lo siguiente son ejemplos de mezclas de los componentes W1, W2 y W3 que son adecuadas para la presente invención:

Componente W:

ID	Nombre	% en volumen
W1	Wacker HC 303	25
W2	Cloruro de 3-(trihidroxisilil) propildimetiloctadecil amonio	0,68
W3	Agua	74,32
	Total	100

Las versiones concentradas del Componente W son las siguientes:

5

Concentrado W-a:

ID	Nombre	% en volumen
W1	Wacker HC 303	50
W2	Cloruro de 3-(trihidroxisilil) propildimetiloctadecil amonio	0,68
W3	Agua	49,32
	Total	100

Concentrado W-b:

ID	Nombre	% en volumen
W1	Wacker HC 303	50
W2	Cloruro de 3-(trihidroxisilil) propildimetiloctadecil amonio	1,36
W3	Agua	48,64
	Total	100

Componente de repelencia a la suciedad (componente S)

10

La repelencia a la suciedad se refiere a la capacidad de un sustrato fibroso para resistir la adhesión de la suciedad seca. Las pruebas realizadas para evaluar los niveles de rendimiento de la suciedad implican generalmente la aplicación de composiciones de suciedad seca estandarizadas que no contienen líquido a un sustrato fibroso y que lo someten a una carga móvil para simular el desgaste o el tráfico, y posteriormente sometiendo el sustrato sucio a un proceso específico de eliminación de la suciedad, tal como aspiración del polvo. Estas pruebas también pueden implicar la extracción de agua. A continuación, el sustrato se compara con una muestra de control o un patrón de valor establecido.

15

Los componentes adecuados de repelencia a la suciedad, S, incluyen dispersiones de sol acuosas catiónicas o aniónicas de copolímeros de organosiloxanos sólidos que consisten en:

20

unidades $R^{11}SiO_{3/2}$, (IV)

y/o

25

unidades R^{12}_2SiO , (V)

y/o

30

unidades $R^{13}_3SiO_{1/2}$, (VI)

en el que cada uno de R^{11} , R^{12} , o R^{13} es independientemente seleccionado entre el grupo que consiste en alquilo y radicales alquilo sustituidos que contienen de 1 a 7 átomos de carbono, tal como alquilos de cadena lineal o ramificada C1 a C8 (incluyendo, entre otros, metilo, etilo, propilo, etc.) y, preferentemente, con un intervalo de diámetro de tamaño medio de partículas de un tamaño medio de partículas entre 12 y 400 nm, preferentemente entre 12 y 250 nm, más preferentemente entre 12 y 40 nanómetros en dispersión, y aproximadamente 5 % a aproximadamente 26 % de sólidos típicos en peso, preferentemente de aproximadamente 13 % a aproximadamente 19 % en peso. Dichas dispersiones de copolímeros de organosiloxanos son descritas por Knowlton en la patente de Estados Unidos n.º 6.225.403, y por Iverson en la solicitud de patente de Estados Unidos n.º 2010 0215894 (correspondiente al documento EP 2391579).

40

Knowlton e Iverson desvelan copolímeros de organosiloxanos sólidos que consisten en unidades de fórmulas IV, V o VI, en las que cada uno de R^{11} , R^{12} , R^{13} es del grupo que consiste en radicales de hidrocarburo y de hidrocarburo sustituidos contiene de 1 a 7 átomos de carbono y tiene un intervalo general de tamaño de partículas de aproximadamente 10 Angstroms a aproximadamente 2.000 Angstroms y aproximadamente 5 % a aproximadamente 26 % de sólidos típicos en peso, cuando se aplica a un sustrato fibroso de acuerdo con el método de la presente memoria descrito, de hecho proporciona reducciones sustanciales en la cantidad de fluorocuos requeridos para impartir niveles de repelencia al aceite, agua y suciedad, de acuerdo con lo especificado por el uso final previsto de un sustrato fibroso particular. Knowlton también desvela un método para la reducción sustancial de la cantidad de fluorocuos requeridos para impartir los niveles de repelencia especificados garantizados para el beneficio del uso final en un sustrato fibroso particular. La ausencia total de fluorocuos, a la vez que se mantiene el

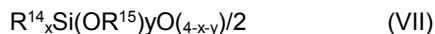
45

50

rendimiento de uso final, nunca es contemplada por Knowlton.

Los componentes de repelencia a la suciedad, S, pueden ser también las dispersiones acuosas coloidales que contienen organopolisiloxanos descritos por Heller en la patente de Estados Unidos n.º 7.981.961 (correspondiente al documento EP 2.253.650). Las dispersiones acuosas coloidales descritas por Heller están compuestas por:

(a) unidades de organopolisiloxano de Fórmula general VII:



en la que x es 0, 1, 2 o 3 e y es 0, 1 o 2, con la condición de que la suma total x+y sea ≤ 3 , R¹⁴ en cada ocurrencia es idéntico o diferente y representa un radical alquilo monovalente unido a SiC con 1 a 18 átomos de carbono por radical, que puede incluir opcionalmente sustituyentes inertes al agua, y R¹⁵ en cada ocurrencia puede ser igual o diferente y representa un átomo de hidrógeno o un radical alquilo que tiene de 1 a 18 átomos de carbono por radical y que puede ser interrumpido por uno o más átomos de oxígeno mutuamente separados, o un radical de la fórmula -COCH₃, -COC₂H₅ o -CH₂CH₂OH,

b) opcionalmente alcoholes polivinílicos que contienen silano autodispersable o soluble en agua y/o ésteres polivinílicos y/o copolímeros con la condición de que estén presentes más del 50 % de unidades de éster vinílico total o parcialmente saponificadas, en la que al menos una de las unidades monoméricas contiene un silano adherido,

c) opcionalmente, compuestos tensoactivos, tales como los emulsionantes, y
d) agua.

Dispersiones coloidales de sílice, o polímeros organopolisiloxanos, o formulaciones respectivas que contengan uno o más de dichos compuestos están disponibles comercialmente en Wacker Chemie AG, Alemania, con los nombres comerciales WACKER® Finish CT 16 E y Advalon® FA 16. Los compuestos preferidos existen en dispersión del 5 al 30 % en peso, preferentemente del 10 al 20 % en peso del organopolisiloxano. Por sí solos, los componentes de repelencia a la suciedad dados por las fórmulas (IV), (V), (VI), y (VII) imparten un comportamiento inadecuado de repelencia al agua cuando se aplican a sustratos fibrosos, p. ej., alfombras, pero tales deficiencias se remedian con las composiciones, kits y métodos descritos en la presente memoria.

Relación de mezcla entre el componente W y el componente S

La relación de mezcla del componente W a S es flexible y puede adaptarse individualmente. Se dan las siguientes fórmulas como ejemplos:

	<u>Tasa de aplicación</u>
Componente W	1,0 % en peso de fot
Componente S	1,5 % en peso de fot
Agente espumante	0-4 g/l en la formulación

Una formulación típica utilizada para la aplicación de espuma tendría el siguiente aspecto:

	<u>Tasa de aplicación</u>
Componente W	75 g/l
Componente S	113 g/l
Agente espumante	4 g/l

Ejemplo de una fórmula dada que mejora la repelencia al agua:

	<u>Tasa de aplicación</u>
Componente W	1,5 % en peso de fot
Componente S	1,0 % en peso de fot
Agente espumante	0-4 g/l en la formulación

Ejemplo de una fórmula dada que mejora la protección de suelos:

	<u>Tasa de aplicación</u>
Componente R	0,5 % en peso de fot
Componente S	2,0 % en peso de fot
Agente espumante	0-4 g/l en la formulación

Bloqueador de manchas

Las composiciones libres de flúor incluidas en la presente memoria pueden contener adicionalmente una o más

5 sustancias químicas de bloques de manchas, para combinar la protección frente a la suciedad y la repelencia al agua con una protección adecuada contra las manchas. Si se utiliza un bloqueador de manchas, se prefiere agregar también un agente dispersante para soportar una mejor aplicación de la composición en forma acuosa. Los componentes antimanchas para su uso en las composiciones de bloqueadores de manchas desveladas tienen un
 10 componente que lleva un resto ácido que se asocia con grupos terminales de amina polimérica y los protege de la tinción por manchas de tintes ácidos. La categoría general de productos químicos adecuados para el proceso de la presente invención puede comprender cualquier producto químico que bloquee los sitios de tinte cargados positivamente. Los bloqueadores de manchas están disponibles en varias formas, tales como sintanos, novolac sulfonados, productos de condensación de aldehídos aromáticos sulfonados (SAC) y/o fenólicos de reacción,
 15 olefinas, productos de formaldehído, fenólicos, tiofenólicos sustituidos, sulfonas, sulfonas sustituidas, polímeros o copolímeros de olefinas ramificadas, olefinas cíclicas, olefinas sulfonadas, acrilatos, metacrilatos, dianhídrido maleico y ácidos organosulfónicos. Por lo general, se hacen reaccionando formaldehído, fenol, ácido polimetacrílico, dianhídrido maleico y ácido sulfónico dependiendo de la química específica. Además, el bloqueador de manchas es normalmente soluble en agua y generalmente penetra en la fibra, mientras que el agente antisuciedad, habitualmente un fluorocombinado, es una dispersión no soluble en agua que recubre la superficie de la fibra.

Los ejemplos de bloqueadores de manchas incluyen, entre otros: polímeros o copolímeros de fenol formaldehído, tales como CEASESTAIN y STAINAWAY (de American Emulsions Company, Inc., Dalton, Ga.), MESITOL (de Bayer Corporation, Rock Hill, N.C.), ERIONAL (de Ciba Corporation, Greensboro, N.C.), INTRATEX (de Crompton & Knowles Colors, Inc., Charlotte, N.C.), STAINKLEER (de Dyetech, Inc., Dalton, Ga.), LANOSTAIN (de Lenmar Chemical Corporation, Dalton, Ga.) y SR-300, SR-400 y SR-500 (de E. I. du Pont de Nemours and Company, Wilmington, Del.); polímeros de ácido metacrilato como los protectores de alfombra de la serie SCOTCHGARD FX (de 3M Company, St. Paul Minn.); ácidos grasos sulfonados de Rockland React-Rite, Inc., Rockmart, Ga); la línea de productos resistentes a las manchas ARROSHIELD™ (ArrowStar LLC, Dalton, GA, EE.UU.), I-Protect® 2126 (INVISTA S. a r. l., Alemania) y la línea de productos de resistencia a las manchas Ultraguard SB-700 (Tri-Tex, Canadá).

Los bloqueadores de manchas son por lo general de naturaleza iónica y pueden aplicarse igualmente bien tanto en aplicaciones discontinuas como continuas en el proceso de fabricación de alfombras. En la aplicación continua, la alfombra pasa por las etapas habituales de teñido e impresión, mientras que en la aplicación discontinua se utilizan varios baños separados.

El procedimiento para aplicar el bloqueador de manchas al textil, p. ej., una alfombrilla, puede ser en dos etapas o en una sola etapa de aplicación. En el procedimiento de dos etapas, a la aplicación del bloqueador de manchas le sigue un tratamiento con el kit que proporciona los componentes resistentes a la suciedad e hidrófugos W y S. En la aplicación de una sola etapa, en la que se utiliza un sistema de co-aplicación, se aplica la química de bloqueo de manchas y se aplican simultáneamente los componentes W y S, utilizando tecnología de proceso de aplicación de espuma como la que se practica en el comercio.

40 Se recomienda una tasa de dosificación de 3,0 a 7,0 % de licor acuoso en peso de la fibra para el bloqueador de manchas. En el caso de la aplicación discontinua, se utiliza un baño de tratamiento separado para el bloqueo de manchas después del proceso de teñido de alfombras. La alfombra se trata durante un periodo de tiempo de 20 a 30 minutos a una temperatura de 70 a 75 °C. El valor de pH depende del tipo de bloqueador de manchas y debe mantenerse entre 2,5 y 7,0. En el caso de una aplicación continua, la alfombra pasa por las etapas habituales de teñido e impresión. El bloqueador de manchas se aplica a través de un mecanismo de aplicación adecuado, como una tolva de inmersión, un aplicador de cascada o un fluidyer. El licor de bloqueo de manchas debe aplicarse a o alrededor de 60 °C ± 10 °C, aunque el proceso también funcionará a temperaturas más frías. El bloqueador de manchas se fija en el vaporizador con un tiempo de vaporización de 60 a 90 segundos. La alfombra se lava, se aspira y se seca. Idealmente, una aplicación resistente a la suciedad e hidrófuga con los componentes W y S sigue al bloqueador de manchas, en el mismo proceso.

Debido a la naturaleza catiónica de los componentes resistentes a la suciedad e hidrófugos W y S descritos anteriormente, una aplicación junto con un bloqueador de manchas aniónico puede parecer técnicamente poco práctica, ya que tal desajuste promovería una coagulación rápida e irreversible, la precipitación o la sedimentación de los diversos compuestos activos cargados. No obstante, de forma similar al proceso de utilización de materias colorantes tanto ácidas como catiónicas para el "teñido diferencial" de las fibras de poliamida, la adición de un agente dispersante mantendrá de hecho tal formulación de licor que comprende los componentes W, S, y uno o más componentes de bloqueo de manchas con carga opuesta, estable.

60 Los agentes dispersantes adecuados para este fin incluyen, entre otros, poliglicoléteres de alcohol graso (p. ej. Sera® Sperser M-DEW; DyStar Textilfarben GmbH & Co.) y alquilarilaminatoxilato (p. ej. líquido Avolan® IW, Tanatex® Chemicals, Países Bajos), ambos de naturaleza no iónica.

65 Como ya se ha mencionado anteriormente, las fibras textiles para el sustrato, la alfombra o el recubrimiento del suelo que se somete a tratamiento con las composiciones de la invención son de origen sintético o natural. Los textiles sintéticos adecuados están fabricados a partir de poliamida, como poliamida 6.6, que se conoce como amida

del ácido adípico polihexametileno o poliamida 6, que se conoce como poli (épsilon-caprolactama), o poliésteres como tereftalato de polietileno. Los textiles adecuados de origen natural son fibras fabricadas de lana o algodón.

5 Los productos químicos resistentes a la suciedad e hidrófugos generalmente se aplican como la última etapa en el acabado de alfombras, después de la aplicación de productos químicos resistentes a las manchas y antes del secado o el forrado. Los productos químicos resistentes a la suciedad e hidrófugos se pueden aplicar a la alfombra a través de la aplicación por pulverización o la aplicación de espuma, que es conocida en la técnica. Después de la dilución de los productos formulados tal como se recibieron, las tasas de aplicación recomendadas por la industria son de 1,0 % en peso a 1,6 % en peso de fibra de alfombra (correspondiente a 500 ppm a 800 ppm de contenido de flúor elemental). Sin embargo, los intervalos de aplicación habituales en la industria son usualmente de 0,8 a 1,2 % en peso.

15 La aplicación por pulverización es el método más fácil de aplicar productos químicos resistentes a la suciedad e hidrófugos. Se puede instalar una instalación de pulverización frente a una secadora después de la coloración o frente a un horno de forrado de látex. Para evitar la propagación de la pulverización, se debe instalar una campana de succión sobre la barra de pulverización. Una solución acuosa de la composición se bombea a través de boquillas de pulverización, instaladas sobre la alfombra en funcionamiento, sobre la pila de alfombras. Para una mejor distribución/penetración en la pila, la solución debe aplicarse a la fibra de alfombra humedecida.

20 La aplicación de espuma es el método más avanzado para el tratamiento de alfombras con productos químicos resistentes a la suciedad e hidrófugos. Al utilizar este sistema de aplicación de humedad mínima, se aplican licores altamente concentrados en estado de espuma a las alfombras que pasan. Una ventaja adicional del método de aplicación de espuma es su penetración mejorada. Las instalaciones de aplicación de espuma se pueden instalar frente a una secadora o un horno de forrado de látex. En caso de estabilidad de espuma insuficiente, se puede agregar ventajosamente un agente espumante. Estos agentes espumantes están formulados de tal manera que se descomponen bajo temperaturas de secado comunes y no afectan negativamente al rendimiento de los productos químicos resistentes a la suciedad e hidrófugos.

30 Los agentes espumantes adecuados incluyen, pero sin limitación, óxidos de alquilamina, por ejemplo, Laviron 118 SK (Pulcra Chemicals, Alemania) y Genaminox® CSL (Clariant, Suiza), óxidos de alquildimetilamina de ácidos grasos de coco C₁₂ a C₁₈, disponibles en Clariant, sulfonatos de alfa olefina sódica (p. ej., Hansanyl® OS, Hansa Group AG, Alemania) y laureth sulfato de sodio (p. ej., Hansanol® NS 242 conc., Hansa Group AG, Alemania).

35 Tanto la aplicación por pulverización como la aplicación de espuma requieren un proceso de secado posterior. Es importante elevar la cara de la pila de alfombras a una temperatura de 110 a 130 °C durante el proceso de secado para permitir que los productos químicos resistentes a la suciedad e hidrófugos se adhieran completamente a la fibra.

40 A diferencia de los fluoroquímicos, que combinan tanto la resistencia a la suciedad como la repelencia al agua, la composición química resistente a la suciedad/hidrófuga de la presente invención es básicamente un sistema de dos componentes que comprende el componente R y el componente S.

La siguiente fórmula es una composición típica recomendada para la aplicación de espuma:

1,5-5,0 % de fot	Componente W-b
0-1,0 % de fot	Componente S
0,1 % de fot	Sera® Sperse M-DEW
0,8-2,5 % de fot	I-Protect 2126
0-4 g/l en la formulación	Óxido de alquilamina anfotérico

45 Para su aplicación sobre una alfombra, los productos químicos deben mezclarse preferentemente de arriba abajo y luego aplicarse en forma de espuma.

50 Parte experimental

Los siguientes ejemplos de trabajo son útiles para ilustrar más específicamente la presente invención.

Para la determinación de los resultados de la invención, se han aplicado los siguientes métodos de prueba:

55 **Prueba de suciedad ISO, EN ISO 11.378-2:2001**

Las muestras de alfombras se montan en el interior de un tambor, y se agregan bolas de acero de aleación de cromo, gránulos de polímero de nylon y suciedad seca convencional. La suciedad utilizada es suciedad convencional AATCC 122/123:

60

- 38 % en peso de musgo de turba (oscuro)
- 17 % en peso de cemento Portland
- 7 % en peso de arcilla de caolín
- 17 % en peso de sílice (malla 200)
- 5 1,75 % en peso de negro de carbón (lámpara o negro de horno)
- 0,50 % en peso de óxido de hierro rojo
- 8,75 % en peso de aceite mineral (de calidad medicinal)

10 Después de cargar el tambor, se sella y se gira durante 1.000 revoluciones, seguido de aspiración. La prueba simula la suciedad inicial por suelas de zapato sucias (representadas por los gránulos de polímero) en cuanto a que la suciedad actúa tanto en la alfombra como en los gránulos de polímero.

15 1.000 revoluciones en un tambor. Luego se evalúan las alfombras de acuerdo con una escala de grises: nivel 1 = mucha suciedad, nivel 5 = sin suciedad. Objetivo = 2,5 o superior.
La prueba se abrevia en lo sucesivo como: "ISO"

Prueba de repelencia al agua AATCC 93, ISO 23232:

20 Esta prueba (adaptada del método AATCC 193) determina la resistencia de una alfombra terminada a la humedad por líquidos acuosos. Se colocan gotas de mezclas de agua y alcohol de diferentes tensiones superficiales sobre el tejido y se determina visualmente el grado de humectación de la superficie. Si después de 10 segundos, cuatro de las cinco gotas aún son visibles como esféricas a hemisféricas, la alfombra recibe una calificación de aprobación y la prueba se repite con un número de calificación de líquido más alto. La puntuación de repelencia de la muestra es el líquido con el número de calificación más alto utilizado para pasar la prueba de repelencia. Las alfombras con una calificación de 4 o más tienen buenas propiedades anti-suciedad. Sin tratamiento anti-suciedad, la mayoría de las alfombras de nylon tienen una calificación de 1 para la repelencia al agua.

La prueba se abrevia más adelante como: "RA".

30 Los siguientes líquidos se utilizaron para las pruebas de repelencia al agua:

Número de calificación	Composición líquida	
	% de isopropanol	% de agua
1	2	98
2	5	95
3	10	90
4	20	80
5	30	70
6	40	60

Prueba de Kool Aid, Método 175 de la AATCC

35 La resistencia a la tinción por colorantes ácidos se evalúa utilizando un procedimiento modificado del Método 175-2003 de la Asociación Americana de Químicos y Coloristas Textiles (AATCC, por sus siglas en inglés), "Resistencia a las manchas: Recubrimientos de suelo en pilas". Se prepara 9 % en peso de la solución acuosa de tinción, de acuerdo con las instrucciones del fabricante, mezclando polvo KOOL-AID® con sabor a cereza (Kraft/General Foods, White Plains, N.Y., una mezcla de bebida en polvo que contiene, entre otros, rojo FD&C n.º 40). Se coloca una muestra de alfombra (10,16 x 15,24 cm (4x6 pulgadas)) sobre una superficie no absorbente plana. Se coloca una copa de plástico hueca de 5,1 cm (2 pulgadas) de diámetro firmemente sobre la muestra de alfombra. Se vierten veinte ml de la solución de tinción KOOL-AID® en la copa y se deja que la solución se absorba completamente en la muestra de la alfombra. Se retira la copa y se deja reposar la muestra de alfombra manchada sin tocar durante 24 horas. Después de la incubación, la muestra manchada se enjuaga completamente con agua fría del grifo, el exceso de agua se elimina por centrifugación y la muestra se seca al aire. La muestra de la alfombra se inspeccionó visualmente y se calificó para la tinción de acuerdo con la Escala de manchas de rojo FD&C n. 40 descrita en el Método 175-2003 de la AATCC. La resistencia a las manchas se mide utilizando una escala 1-10. Una tinción de prueba no detectable tiene un valor de 10.

50 Prueba de extracción con agua caliente

55 La muestra de prueba de la alfombra no se limpia previamente y se coloca sobre una superficie lisa y horizontal. La solución de limpieza de 1,0 % de Sapur® Duo (disponible en Ecolab®, pH = 7) se utiliza para realizar la extracción con agua caliente con un limpiador de extracción por pulverización Kaercher. La solución de limpieza se agrega al tanque de la unidad de extracción por pulverización, mientras que la limpieza se realiza moviendo el cabezal de limpieza sobre la superficie de la alfombra. Las muestras se limpian durante un periodo de tiempo máximo de 2 minutos o hasta que la mancha se haya eliminado por completo (menos de 2 minutos). Las muestras limpiadas se secan al aire y se clasifican de la siguiente manera: 5,0 = eliminación completa, 4,0 = eliminación muy buena (>

75 %), 3,0 = eliminación buena (> 50 %), 2,0 = eliminación regular (<50 %) y 1,0 = eliminación deficiente (<25 %).

Método de prueba de tamaño de partículas

5 El diámetro del tamaño de partículas se obtiene mediante mediciones dinámicas de dispersión de luz realizadas en mezclas diluidas, y se analiza utilizando un Malvern Zetasizer Nano ZS (Malvern instruments, EE.UU.). Los análisis se realizaron a alta resolución a 25 °C en la muestra diluida durante 50 segundos hasta alcanzar los valores d_{10} , d_{50} y d_{90} .

10 **Método de prueba del potencial zeta**

El potencial zeta se descubrió mediante mediciones dinámicas de dispersión de luz realizadas en mezclas diluidas utilizando un Malvern Zetasizer Nano ZS (Malvern Instruments, EE.UU.). Los análisis se realizaron a alta resolución a 25 °C en la muestra diluida durante 50 segundos para dar un potencial zeta promedio.

15 El **Ejemplo 1** se realizó para demostrar el rendimiento de suciedad y la repelencia al agua en una fibra a partir de un kit con la combinación del Componente W y el Componente S. Los productos químicos se aplicaron por medio de una aplicación de espuma a una alfombra de terciopelo convencional teñida de "azul celeste" fabricada de nylon 6,6 y con un peso de fibra de 600 g/m². La aplicación química fue seguida por un proceso de curado en un horno de laboratorio a 130 °C durante aproximadamente 15 minutos.

20 Como se puede ver en la Tabla 1, la combinación supera/cumple con los requisitos de la prueba. Como se puede ver, la combinación es superior a un tratamiento fluoroquímico existente. El fluoroquímico utilizado para comparación es Capstone® RCP (E. I. Du Pont de Nemours & Co., EE.UU.).

25

Tabla 1:

	ENSAYO 1:	ISO	RA
1,0 %	Componente W	3,0 a 3,25	4*
1,5 %	Componente S		
4 g/l	Óxido de alquilamina anfotérico		
	ENSAYO 2:		
1,0 %	Componente W	2,75 a 3,0	4*
1,0 %	Componente S		
4 g/l	Óxido de alquilamina anfotérico		
	Ensayo comparativo 1:		
1,0 %	Capstone® RCP	2,75 a 3,0	4*
4 g/l	Óxido de alquilamina anfotérico		
	Ensayo comparativo 2:		
	Alfombra sin tratar	1,75 a 2,0	0
(* El ensayo se realizó más de una vez, los resultados variaron entre RA = 4 y 6)			

30 El **Ejemplo 2** se realizó para demostrar el rendimiento de suciedad y la repelencia al agua de los componentes individuales, lo que significa que no se aplicaron como parte de un kit. Los productos químicos se aplicaron por medio de una aplicación de espuma a una alfombra de terciopelo convencional teñida de "azul celeste" fabricada de nylon 6,6 y con un peso de fibra de 600 g/m². La aplicación química fue seguida por un proceso de curado en un horno de laboratorio a 130 °C durante aproximadamente 15 minutos.

35 Como se puede ver en la Tabla 2, el Componente W muestra una buena repelencia al agua, pero resultados de suciedad inferiores. Por el contrario, el Componente S muestra buenos resultados de suciedad, pero sin repelencia al agua.

Tabla 2:

	ENSAYO 3:	ISO	RA
1 %	Componente W	2,25-2,5	4*
4 g/l	Óxido de alquilamina anfotérico		
	ENSAYO 4:		
2,0 %	Componente W	1,75	4*
4 g/l	Óxido de alquilamina anfotérico		
	ENSAYO 5:		
1,0 %	Componente S	3,0	0
4 g/l	Óxido de alquilamina anfotérico		
	ENSAYO 6:		
2,0 %	Componente S	3,25	0
4 g/l	Óxido de alquilamina anfotérico		

ES 2 750 576 T3

El **Ejemplo 3** se realizó para identificar la relación/proporción óptima entre los dos Componentes W y S, como se suministra en un kit. Los productos químicos fueron aplicados por una aplicación de espuma a una alfombra de terciopelo teñida de "azul celeste" fabricada de nylon 6,6 y con un peso de fibra de 600 g/m². La aplicación química fue seguida por un proceso de curado en un horno de laboratorio a 130 °C durante aproximadamente 15 minutos.

Tabla 3:

		ISO	RA
0,5 %	Componente W	2,25-2,5	2
0,5 %	Componente S		
4 g/l	Óxido de alquilamina anfotérico		
		ISO	RA
0,5 %	Componente W	2,5-2,75	2
1,0 %	Componente S		
4 g/l	Óxido de alquilamina anfotérico		
0,5 %	Componente W	3,25	3
1,5 %	Componente S		
4 g/l	Óxido de alquilamina anfotérico		
		ISO	RA
0,5 %	Componente W	3,5	3
2,0 %	Componente S		
4 g/l	Óxido de alquilamina anfotérico		
		ISO	RA
1,0 %	Componente W	2,25-2,5	2
0,5 %	Componente S		
4 g/l	Óxido de alquilamina anfotérico		
		ISO	RA
1,5 %	Componente W	2,0-2,25	4
0,5 %	Componente S		
4 g/l	Óxido de alquilamina anfotérico		
		ISO	RA
0,75 %	Componente W	3,25	3-4
1,5 %	Componente S		
4 g/l	Óxido de alquilamina anfotérico		
		ISO	RA
1,0 %	Componente W	2,75	3
2 %	Componente S		
4 g/l	Óxido de alquilamina anfotérico		
		ISO	RA
1,5 %	Componente W	2,5	3
1,5 %	Componente S		
4 g/l	Óxido de alquilamina anfotérico		

El **Ejemplo 4** se realizó para demostrar la capacidad de los dos componentes de kit W y S en reaccionar en condiciones a temperatura ambiente. Los productos químicos fueron aplicados por una aplicación de espuma a una alfombra de terciopelo teñida de "azul celeste" fabricada de nylon 6,6 y con un peso de fibra de 600 g/m². La aplicación química fue seguida por un proceso de curado a temperatura ambiente durante 24 horas.

Tabla 4:

		ISO	RA
2,0 %	Componente W	2,75	3
3,0 %	Componente S		

5 El Ejemplo 5 se realizó para demostrar el rendimiento de un kit fabricado del Componente W-b y el Componente S en combinación con un bloqueador de manchas. Los productos químicos fueron aplicados por una aplicación de espuma a una alfombra de terciopelo teñida de "azul celeste" fabricada de nylon 6,6 y con un peso de fibra de 600 g/m². La aplicación química fue seguida por un proceso de curado en un horno de laboratorio a 130 °C durante aproximadamente 15 minutos.

Tabla 5:

		ISO	RA	Kool Aid
3,5 %	Componente W-b	2,75	3	9-10
0,5 %	Componente S			
0,1 %	Sera Sperse M-DEW			
1,6 %	I-PROTECT 2126			

10 El Ejemplo 6 se realizó para demostrar la durabilidad después de la extracción con agua caliente de una alfombra tratada con un kit que proporciona el Componente W y el Componente S. Los productos químicos fueron aplicados por una aplicación de espuma a una alfombra de terciopelo teñida de "azul celeste" fabricada de nylon 6,6 y con un peso de fibra de 600 g/m². La aplicación química fue seguida por un proceso de curado en un horno de laboratorio a 130 °C durante aproximadamente 15 minutos. El fluoroquímico utilizado para la comparación es Capstone RCP (E.I. Du Pont de Nemours & Co., EE.UU.). A continuación, se realizó la prueba de extracción con agua caliente.

15 La prueba mostró que los tratamientos libres flúor que se describen en esta divulgación tienen un rendimiento al menos igual al del tratamiento fluoroquímico, y tienen un rendimiento mucho mejor que la alfombra de nylon sin tratar.

Tabla 6:

			ISO	RA
1,0 %	Componente W	Muestra de origen	5	4*
1,5 %	Componente S	Tras la prueba de suciedad ISO	3,5	4
4 g/l	Óxido de alquilamina anfotérico	Tras EAC	4,5	4
			ISO	RA
1,25 %	Capstone ECP	Muestra de origen	5	4*
		Tras la prueba de suciedad ISO	3	4*
		Tras EAC	4,25	4*
			ISO	RA
Sin tratar	Muestra de control			
		Muestra de origen	5	0
		Tras la prueba de suciedad ISO	1,75	0
	Tras EAC	Tras EAC	2,5	0

(*El ensayo se llevó a cabo más de una vez. Los resultados varían entre RA= 4 y 6)

REIVINDICACIONES

1. Una composición libre de flúor que comprende:

5 a. Una primera composición que comprende:

- i. una emulsión acuosa de silicona con un contenido de silicona no volátil del 10 al 30 % en peso, basado en el peso total de dicha emulsión acuosa, y con un tamaño de partículas, determinado por dispersión de luz dinámica de acuerdo con la descripción, d_{50} , de 25 a 100 nm,
- 10 ii. una dispersión acuosa de una sal de amonio cuaternario y silano con un contenido de sólidos del 1,0 al 7,0 % en peso, basado en el peso total de dicha dispersión, y
- iii. agua,

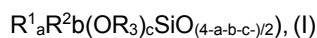
15 por lo que la relación de mezcla es de 0,5 a 4,0 partes en volumen para (i), de 0,7 a 1,5 partes en volumen para (ii), y de 1,0 a 4,0 partes en volumen para (iii), y

b. una segunda composición que comprende un componente de repelencia a la suciedad que es una dispersión acuosa de copolímeros de organosiloxanos coloidales, y que tiene una carga catiónica o aniónica global, y que tienen un tamaño de partículas promedio, determinado por dispersión de luz dinámica de acuerdo con la descripción, entre 25 y 400 nm.

20 2. La composición de acuerdo con la reivindicación 1, en la que la combinación de i) y ii) tiene un diámetro de tamaño de partículas promedio, determinado por dispersión de luz dinámica de acuerdo con la descripción, de 10 a 400 nm, según se determina usando el método de prueba de tamaño de partículas.

25 3. La composición de acuerdo con las reivindicaciones 1 o 2, en la que la combinación de i) y ii) tiene un potencial zeta promedio de 0,07 de acuerdo con la prueba de potencial zeta, determinado por dispersión de luz dinámica de acuerdo con la descripción,

30 4. La composición de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 3, en la que la silicona es un aminopolisiloxano de Fórmula I:



en la que:

35 R^1 significa radicales alquilo C_1-C_6 unidos a SiC, sustituidos opcionalmente con halógeno, libres de nitrógeno, monovalentes, idénticos o diferentes,

R^2 significa radicales alquilo C_1-C_6 que contienen nitrógeno básico, unidos a SiC, sustituidos opcionalmente con halógeno, monovalentes, idénticos o diferentes,

40 R^3 es H o un radical alquilo C_1-C_8 ,

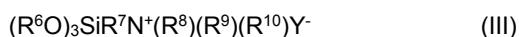
a es 0, 1, 2 o 3, preferentemente 0, 1 o 2,

b es 0, 1, 2 o 3, preferentemente 0, 1 o 2, o al menos un promedio de 0,05, y

c es 0 o 1,

45 con la condición de que la suma de a, b y c sea inferior o igual a 3 y que el número de aminas del organopolisiloxano sea de al menos 0,01.

5. La composición de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 4, en la que la sal de amonio cuaternario y silano es un compuesto de la fórmula III



en la que:

55 R^6 es H, metilo, etilo, propilo o butilo,

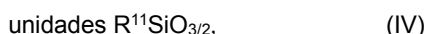
R^7 es alquilo C_1-C_6 ,

R^8 y R^9 son, independientemente, H, metilo, etilo, propilo o butilo,

R^{10} es alquilo C_1-C_{22} , y

60 Y es Cl o Br.

6. La composición de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 5, en la que el componente de repelencia a la suciedad incluye dispersiones de sol acuosas catiónicas o aniónicas de copolímeros de organosiloxanos sólidos que consisten en:



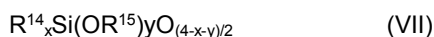
y/o

y/o unidades R¹²₂SiO, (V)
 unidades R¹³₃SiO_{1/2}, (VI)

5 en las que cada uno de R¹¹, R¹² o R¹³ es independientemente seleccionado entre el grupo que consiste en alquilo y radicales alquilo sustituidos que contienen de 1 a 7 átomos de carbono.

7. La composición de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 6, en la que el componente de repelencia a la suciedad es una dispersión acuosa coloidal que contiene:

10 a. unidades de organopolisiloxanos de Fórmula general VII:



15 en la que

x es 0, 1, 2 o 3 e y es 0, 1 o 2,

con la condición de que la suma total x+y sea ≤ 3,

20 R¹⁴ cada vez que aparece es idéntico o diferente y representa un radical alquilo monovalente unido a SiC con 1 a 18 átomos de carbono por radical, y

25 R¹⁵ en cada ocurrencia es idéntico o diferente y representa un átomo de hidrógeno o un radical alquilo que tiene de 1 a 18 átomos de carbono por radical y que puede estar o no interrumpido por uno o más átomos de oxígeno mutuamente separados, o un radical de fórmula -COCH₃, -COC₂H₅ o -CH₂CH₂OH,

30 b. opcionalmente alcoholes polivinílicos que contienen silano autodispersable o soluble en agua y/o ésteres polivinílicos y/o copolímeros con la condición de que estén presentes más del 50 % de unidades de éster vinílico total o parcialmente saponificadas, en donde al menos una de las unidades monoméricas contiene un silano adherido,

c. opcionalmente compuestos tensoactivos, tales como emulsionantes, y
 d. agua.

35 8. La composición de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 7, que contiene adicionalmente uno o más bloqueadores de manchas.

9. Un artículo de fabricación, especialmente una alfombra o un recubrimiento para suelos textil, que es tratado con la composición de la reivindicación 1, por medio del cual el artículo se convierte en hidrófugo y resistente a la suciedad.

40 10. Un método para el tratamiento de textiles o fibras de origen sintético o natural con una composición definida en la reivindicación 1 en una cantidad eficaz para hacer que los textiles o las fibras sean hidrófugos y resistentes a la suciedad.

45 11. El método de la reivindicación 10, en el que el tratamiento se realiza por aplicación por pulverización.

12. El método de la reivindicación 10, en el que el tratamiento se realiza por aplicación de espuma.

13. Un kit que se proporciona en recipientes separados:

50 a. una mezcla de los componentes (i)-(iii) de la primera composición definida en la reivindicación 1 en una relación de mezcla dada, y
 b. la segunda composición reivindicada en la reivindicación 1.

55 14. El uso de una composición de la reivindicación 1 para hacer que un textil o una fibra sean hidrófugos y resistentes a la suciedad.