



REPÚBLICA FEDERATIVA DO BRASIL



Ministério do Desenvolvimento, Indústria e Comércio Exterior  
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

## CARTA PATENTE N.º PI 0316608-2

*Patente de Invenção*

O INSTITUTO NACIONAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL concede a presente PATENTE, que outorga ao seu titular a propriedade da invenção caracterizada neste título, em todo o território nacional, garantindo os direitos dela decorrentes, previstos na legislação em vigor.

(21) Número do Depósito : PI 0316608-2

(22) Data do Depósito : 20/10/2003

(43) Data da Publicação do Pedido : 17/06/2004

(51) Classificação Internacional : B32B 5/02; B32B 27/04

(30) Prioridade Unionista : 29/11/2002 US 10/306,968

(54) Título : Substrato de tecido com acabamento à base de prata topicamente aplicado com um sistema de aglutinante de ligação cruzada para durabilidade de lavagem aperfeiçoada.

(73) Titular : MILLIKEN & COMPANY, Sociedade Norte-Americana. Endereço: 920 Milliken Road, Spartanburg, S.C. 29304, Estados Unidos (US).

(72) Inventor : JASON L. KREIDER. Endereço: 289 Summer Lady Lane, Boiling Springs - SC 29316, Estados Unidos. Cidadania: Norte Americana.; ROBERT J. GOULET. Endereço: 340 Winding Oak Drive, Woodruff - SC 29388, Estados Unidos. Cidadania: Norte Americana.

Prazo de Validade : 10 (dez) anos contados a partir de 25/03/2014, observadas as condições legais.

Expedida em : 25 de Março de 2014.

Assinado digitalmente por  
Júlio César Castelo Branco Reis Moreira  
Diretor de Patentes



Relatório Descritivo da Patente de Invenção para **"SUBSTRATO DE TECIDO COM ACABAMENTO À BASE DE PRATA TOPICAMENTE APLICADO COM UM SISTEMA DE AGLUTINANTE DE LIGAÇÃO CRUZADA PARA DURABILIDADE DE LAVAGEM APERFEIÇOADA"**.

5 CAMPO DA INVENÇÃO

Esta invenção refere-se a aperfeiçoamentos na durabilidade de lavagem e níveis de descoloração para tecidos que tem tratamentos de íons de prata (tal como os compostos de troca de íons, como os fosfatos de zircônio, vidros e/ou zeólitos) topicamente aplicados. Tais compostos sólidos são geralmente susceptíveis à descoloração e, devido à sua natureza sólida, são tipicamente fáceis de remover de aplicações de superfície tópicas. O tratamento da invenção requer a presença de um aglutinante de poliuretano específico, ou como um revestimento de íons de prata ou como um componente de uma mistura de banho de pigmento misturado com o composto antimicrobiano de íons de prata. Além disso, aditivos de haleto metálico específicos (de preferência substancialmente livres de íons de sódio) são utilizados para combater as descolorações típicas de tais formulações de íons de prata. Como um resultado, a durabilidade de lavagem, os níveis de descoloração, ou ambos, podem ser aperfeiçoados ao ponto que após um número substancial de lavagens e secagens padrão, o tratamento da invenção não desgasta em nenhuma quantidade apreciável e a cor do tratamento permanece substancialmente a mesma que quando primeiramente aplicada. O método de tratamento específico, assim como os tecidos tratados estão também abrangidos dentro desta invenção.

25 DISCUSSÃO DA TÉCNICA ANTERIOR

Tem havido uma considerável atenção nos anos recentes dada aos perigos de contaminação bacteriana da potencial exposição diária. Exemplos notáveis de tal preocupação incluem as consequências fatais de envenenamento alimentar devido a certas cepas de *Eschericia coli* terem sido encontradas em carne mal cozida em lanchonetes; contaminação de *Salmonella* causando doenças de produtos alimentícios de frango mal cozido e não lavado; e doenças e infecções da pele atribuídas ao *Staphylo-*

*coccus aureus*, *Klebsiella pneumoniae*, levedura, e outros organismos unicelulares. Com tal interesse do consumidor aumentado nesta área, os fabricantes começaram a introduzir agentes antimicrobianos em vários produtos e artigos domésticos. Por exemplo, certas marcas de tábuas de corte de polipropileno, sabões líquidos, etc., todos contém compostos antimicrobianos. O antimicrobiano mais popular para tais artigos é o triclosan. Apesar da incorporação de um tal componente em um meio líquido ou polimérico ter sido relativamente simples, outros substratos, incluindo a superfície de têxteis e fibras, mostraram-se menos acessíveis. Existe uma necessidade há muito sentida para prover características antimicrobianas duráveis, e duradouras para as superfícies têxteis, especificamente em tecidos de vestuário, e sobre superfícies de filme. Tais aplicações propostas tem sido extremamente difíceis de executar com triclosan, especificamente quando a durabilidade de lavagem é uma necessidade (o triclosan facilmente é lavado de tais superfícies). Mais ainda, apesar do triclosan ter-se mostrado eficiente como um composto antimicrobiano, a presença de cloro e cloretos dentro de um tal composto causa irritação da pele o que torna a utilização deste com as fibras, os filmes, e os tecidos têxteis para usos de vestuário altamente indesejável. Mais ainda, existem produtos têxteis comercialmente disponíveis que compreendem fibras de acrílico e/ou acetato co-extrudadas com triclosan (por exemplo, a Celanese comercializa tais tecidos de acetato sob o nome Microsafe® e a Acordis comercializa tais fibras acrílicas, ambos sob o nome de marca Amicor®). No entanto, uma tal aplicação está limitada a estes tipos de fibras; esta não funciona especificamente para e dentro de tecidos de poliéster, poliamida, algodão, spandex, etc. Mais ainda, este procedimento de co-extrusão é muito dispendioso.

Microbiocidas inorgânicos que contém prata foram recentemente desenvolvidos e utilizados como agentes antimicrobianos sobre e dentro de uma pletera de diferentes substratos e superfícies. Especificamente, tais microbiocidas foram adaptados para incorporação em fibras sintéticas fiadas fundidas, como ensinado no Pedido de Patente Japonesa Não Examinado Número H11-124729, de modo a prover certos tecidos os quais seletivamen-

te e inerentemente exibem características antimicrobianas. Mais ainda, tentativas tem sido feitas para aplicar tais microbiocidas específicos sobre as superfícies de tecidos e fios com pouco sucesso de um ponto de vista de durabilidade. Um tratamento tópico com tais compostos nunca foi aplicado

5 com sucesso como um acabamento ou revestimento durável sobre um substrato de tecido ou de fio. Apesar de tais agentes à base de prata proverem propriedades antimicrobianas excelentes, duráveis, até o momento este é o único modo disponível na técnica anterior para prover um têxtil antimicrobiano à base de prata duradouro, resistente à lavagem. No entanto, tais fibras

10 fiadas fundidas são dispendiosas para fabricar devido à grande quantidade de composto à base de prata requerida para prover uma atividade antimicrobiana suficiente em relação às características migratórias de um tal composto dentro da própria fibra para a sua superfície. Um revestimento tópico é também desejável para as aplicações de têxteis e filmes, especificamente

15 após o acabamento do tecido ou filme alvo. Um tal procedimento tópico permite o tratamento das fibras individuais de um tecido antes ou após a tecitura, trabalho de malha, e similares, de modo a prover uma maior versatilidade para o fio alvo sem alterar as suas características físicas. Tal revestimento, no entanto, deve mostrar ser durável para lavar, especificamente para

20 os tecidos de vestuário, de modo a ser funcionalmente aceitável. Mais ainda, de modo a evitar certos problemas, é altamente desejável que tal tratamento metalizado seja eletricamente não condutor sobre a superfície do tecido, fio, e/ou filme alvo. Com a presença de metais e íons metálicos, tal revestimento não eletricamente condutor, durável para lavar não era disponível no passado. Tal aperfeiçoamento assim proveria um importante avanço

25 na técnica de têxteis, fios, e filmes. Apesar da atividade antimicrobiana ser uma característica desejada do tecido, fio, ou filme tratado por metal da invenção, esta não é uma propriedade requerida do artigo da invenção. A redução de odor, a retenção de calor, as colorações distintas, as descolorações reduzidas, a resistência aperfeiçoada do fio e/ou tecido, a resistência a

30 bordas afiadas, etc., são todas propriedades ou individuais ou agregadas as quais podem ser concedidas ao usuário de tal fio, tecido, ou filme tratado.

Mais ainda, as aplicações tópicas de compostas à base de prata geralmente exibem descolorações esteticamente desagradáveis devido à oxidação dos próprios íons de prata. Tipicamente, uma variedade de matizes (de amarelo para cinza para preto) são proeminentes durante e após a exposição às condições atmosféricas. Assim, permanece uma necessidade de prover aperfeiçoamentos para tais tratamentos tópicos também. Até o momento, as dificuldades com a descoloração tem sido notadas mas não remediadas.

#### DESCRIÇÃO DA INVENÇÃO

10                   É assim um objeto da invenção prover um modo simples de eficientemente tratar um têxtil com um tratamento que contém íons de prata antimicrobiano altamente durável para lavar. Outro objeto da invenção é prover um têxtil tratado com íons de metálicos esteticamente agradável o qual é altamente durável para lavar, substancialmente não descolorante, não irritante para a pele, e o qual provenha propriedades antimicrobianas e/ou de controle de odor.

Conseqüentemente, esta invenção abrange um substrato de tecido não eletricamente condutor que tem uma superfície, uma porção da qual está revestida com um acabamento, em que o dito acabamento compreende pelo menos um composto que contém íons de prata, um aglutinante, e pelo menos um composto que contém haleto, em que o dito composto que contém haleto está presente em uma quantidade medida como uma razão molar entre a quantidade de íons de haleto presentes e a quantidade de íons de prata presentes, em que a dita faixa é de 5:1 a 1:10, e em que o dito acabamento está substancialmente livre de metal de álcali (tal como, de preferência, sódio, íons). Também abrangido por esta invenção está um substrato de tecido que tem uma superfície, uma porção da qual está revestida com um acabamento não eletricamente condutor, em que o dito acabamento compreende pelo menos um composto que contém íons de prata e um aglutinante; em que o dito tecido tratado exhibe um nível de retenção de liberação de íons de prata de pelo menos 50%, com uma quantidade inicial de íons de prata disponível de pelo menos 1000 ppb, como medido por um teste de

comparação de suor artificial, em que o dito nível de retenção de liberação de íons de prata é medido após pelo menos 20 lavagens, as ditas lavagens sendo executadas de acordo com o procedimento de lavagem como parte do Método de Teste AATCC 130-1981. Ainda abrangido por esta invenção é

5 um substrato de tecido que tem uma superfície, uma porção do qual está revestido com um acabamento, em que o dito acabamento compreende pelo menos um composto que contém íons de prata, um aglutinante, e pelo menos uma razão molar de 1:1 do dito composto que contém íons de prata para íons de haleto, em que o dito acabamento está substancialmente livre de

10 íons de sódio.

Também abrangido nesta invenção está um substrato de tecido que tem uma superfície, uma porção da qual está revestida com um acabamento não eletricamente condutor, em que o dito acabamento compreende pelo menos um composto que contém íons de prata e um aglutinante; em

15 que o dito tecido tratado exibe uma taxa de estabilização de cor de pelo menos 50%, em que a dita taxa de estabilização de cor é medida após pelo menos 20 lavagens, as ditas lavagens sendo executadas de acordo com o procedimento de lavagem como parte do Método de Teste AATCC 130-1981.

20 O teste de durabilidade de lavagem acima notado é padrão e, como será apreciado por alguém versado nesta técnica, não pretende ser uma requisição ou limitação dentro desta invenção. Um tal método de teste meramente provê um padrão o qual, após 10 lavagens de acordo com o mesmo, o substrato tratado da invenção não perderá uma quantidade apreciável de seu acabamento metálico eletricamente não condutor.

25

Em nenhum lugar na técnica anterior foi tal substrato tratado específico ou método de sua fabricação descrito, utilizado, ou apenas sugerido. A técnica mais próxima é um produto comercializado sob o nome de marca X-STATIC® o qual é um artigo de tecido revestido não eletroliticamente com

30 um revestimento de prata. Um tal tecido é altamente eletricamente condutor e é utilizado para dissipação de carga estática. Também, o revestimento alternativamente existe como um acabamento de pó de prata removível sobre

uma variedade de superfícies. A Publicação de Patente Japonesa para Kuraray acima mencionada está limitada a fibras dentro das quais um composto à base de prata foi incorporado através de técnicas de fibra fiada fundida. Em nenhum lugar um tal tratamento tópico durável para lavagem como agora reivindicado foi mencionado ou aludido.

Qualquer tecido pode ser utilizado como o substrato nesta aplicação. Assim, as fibras naturais (algodão, lã, e similares) ou sintéticas (poliésteres, poliamidas, poliolefinas, e similares) podem constituir o substrato alvo, ou por si mesma ou em quaisquer combinações ou misturas de sintéticas, naturais, ou misturas de ambos os tipos. Quanto aos tipos sintéticos, por exemplo, e sem pretender nenhuma limitação aqui, as poliolefinas, tais como o polietileno, o polipropileno, e o polibutileno, os polímeros halogenados, tal como o cloreto de polivinila, os poliésteres, tal como o tereftalato de polietileno, os poliésteres/poliéteres, as poliamidas, tais como o nylon 6 e o nylon 6.6, os poliuretanos, assim como os homopolímeros, os copolímeros, ou terpolímeros em qualquer combinação de tais monômeros, e similares, podem ser utilizados nesta invenção. O Nylon e, o Nylon 6.6, o polipropileno, e o tereftalato de polietileno (um poliéster) são especificamente preferidos. Além disso, o tecido alvo pode ser revestido com qualquer número de diferentes filmes, incluindo aqueles abaixo listados em maiores detalhes. Mais ainda, o substrato pode ser pigmentado ou colorido para prover outras características estéticas para o usuário final com qualquer tipo de corante, tal como, por exemplo, os corantes poli(oxialquilenados), assim como pigmentos, corantes, tinturas, e similares. Outros aditivos podem também estar presentes sobre e/ou dentro do tecido ou fio alvo, incluindo os agentes antiestáticos, os compostos abrillantadores, os agentes nucleantes, os antioxidantes, os estabilizadores de UV, as cargas, os acabamentos de pressão permanentes, os emolientes, os lubrificantes, os aceleradores de cura, e similares. Especificamente desejado como acabamentos opcionais e suplementares para os tecidos da invenção são os agentes de liberação de sujeira que aperfeiçoam a molhabilidade e a capacidade de lavagem do tecido. Os agentes de liberação de sujeira preferidos incluem aqueles os quais provêm

hidrofilicidade para a superfície do poliéster. Com uma tal superfície modificada, novamente, o tecido impõe um conforto aperfeiçoado para um usuário absorvendo a umidade. Os agentes de liberação de sujeira preferidos contemplados nesta invenção podem ser encontrados nas Patentes U.S. Números 3.377.249; 3.540.835; 3.563.795; 3.574.620; 3.598.641; 3.620.826; 3.632.420; 3.649.165; 3.650.801; 3.652.212; 3.660.010; 3.676.052; 3.690.942; 3.987.206; 3.981.807; 3.625.754; 4.014.857; 4.073.993; 4.090.844; 4.131.550; 4.164.392; 4.168.954; 4.207.071; 4.290.765; 4.068.035; 4.427.557; e 4.937.277. Estas patentes estão conseqüentemente aqui incorporadas por referência. Além disso, outros aditivos e/ou acabamentos potenciais podem incluir os fluorocarbonetos repelentes de água e seus derivados, os silicones, as ceras, e outros materiais à prova de água similares.

O tratamento específico deve compreender pelo menos um tipo de composto que contém íon de prata, ou suas misturas de diferentes tipos. O termo compostos que contém íons de prata abrange os compostos os quais são ou resinas de troca de íons, zeólitos, ou, possivelmente compostos de vidro substituído (os quais liberam o íon metálico específico ligado ao mesmo quando da presença de outras espécies aniônicas). O composto que contém íon de prata preferido para esta invenção é um fosfato de zircônio de prata antimicrobiano disponível da Milliken & Company, sob o nome de marca ALPHASAN®. Outros antimicrobianos que contém prata potencialmente preferidos é um zeólito de prata, tal como aqueles disponíveis da Sinanen sob o nome de marca ZEOMIC® AJ, ou um vidro de prata, tal como aqueles disponíveis da Ishizuka Glass sob o nome de marca IONPURE®, podem ser utilizados ou em adição ou como um substituto para as espécies preferidas. Geralmente, um tal composto metálico é adicionado em uma quantidade de aproximadamente 0,01 a aproximadamente 40% por peso total da composição de tratamento específica; mais de preferência de aproximadamente 0,05 a aproximadamente 30%; e mais de preferência de aproximadamente 0,1 a aproximadamente 30%. De preferência este composto metálico está presente em uma quantidade de aproximadamente 0,01 a aproximadamente 5%



owf, de preferência de aproximadamente 0,05 a aproximadamente 3% owf, mais de preferência de aproximadamente 0,1 a aproximadamente 2% owf, e mais de preferência de aproximadamente 1,0% owf. O próprio tratamento, que inclui quaisquer aglutinantes necessários, agentes niveladores, aderentes, espessantes, e similares, é adicionado ao substrato em uma quantidade  
5 de aproximadamente 0,01 a aproximadamente 10% owf. De interesse específico são os polímeros de redeposição anti-sujeira, tais como certos poliésteres etoxilados PD-92 e DA-50, ambos disponíveis da Milliken & Company, ou Milease®, disponível da Clariant.

10 O material aglutinante, apesar de opcional em algumas modalidades, na verdade provê uma durabilidade altamente benéfica para os fios da invenção. De preferência, este componente é um agente aglutinante à base de poliuretano, apesar de que outros tipos, tais como uma resina do tipo de pressão permanente ou uma resina do tipo de acrílico, podem tam-  
15 bém ser utilizados em combinação, especificamente, com o aditivo de íons de haleto para a redução da descoloração. Em essência, tais resinas provêm resistência à água pela aderência da prata na superfície do fio e/ou tecido alvo, com o poliuretano exibindo o melhor desempenho total para resultados de durabilidade de lavagem.

20 O substrato selecionado pode ser qualquer tecido que compreende fibras ou fios individuais de qualquer fonte de utilização típica dentro de tecidos, que incluem as fibras naturais (algodão, lã, rami, cânhamo, linho, e similares), as fibras sintéticas (poliolefinas, poliésteres, poliamidas, poliaramidas, acetatos, raiom, acrílicos, e similares), e as fibras inorgânicas (fibra  
25 de vidro, fibras de boro, e similares). O fio ou fibra pode ser de qualquer denier, pode ser de multi ou monofilamento, pode ser falsa torcida ou torcida, ou pode incorporar fibras ou filamentos de múltiplos deniers em um único fio através de torcedura, fusão, etc. Os tecidos alvo podem ser produzidos dos mesmos tipos de fios acima discutidos, incluindo quaisquer suas misturas.  
30 Tais tecidos podem ser de qualquer construção padrão, incluindo formas de malha, trançada ou não trançada. Os tecidos da invenção podem ser utilizados em qualquer aplicação adequada, incluindo, sem limitação, vestuário,

estofamento, roupa de cama, panos de limpeza, toalhas, luvas, capachos, tapetes, cortinas, roupa de mesa, passadeiras de bar, bolsas têxteis, toldos, coberturas de veículos, coberturas de barcos, tendas, e similares. O tecido da invenção pode também ser revestido, impresso, colorido, pigmentado, e  
5 similares.

Os procedimentos preferidos utilizam os compostos que contém íons de prata, tais como ou ALPHASAN®, ZEOMIC®, ou IONPURE® como compostos preferidos (apesar de que quaisquer tipos de compostos os quais provenham íons de prata podem também ser utilizados), descarregados so-  
10 bre a superfície de tecido ou filme alvo e então revestidos com uma resina aglutinante. Alternativamente, o composto que contém íons de prata podem ser misturados com um aglutinante dentro de um banho de pigmento, no qual o tecido alvo é então imerso a temperaturas elevadas (isto é, acima de aproximadamente 50° C).

15 Em termos de durabilidade de lavagem, tal procedimento foi desenvolvido através de uma tentativa inicial de compreender a capacidade de tais compostos que contém íons metálicos de fixar na superfície de um tecido. Assim, uma amostra de ALPHASAN® foi primeiramente descarregada de um banho de pigmento sobre a superfície de um tecido de poliéster alvo.  
20 O tecido tratado exibiu excelentes características de taxa de morte de microorganismos; no entanto, quando da lavagem em um método de lavagem padrão (Método de Teste AATCC 130-1981, por exemplo) a atividade antimicrobiana foi drasticamente reduzida. Tais resultados iniciais promissores levaram ao tratamento antimicrobiano durável da invenção em que o composto que contém íons metálicos seria misturado ou revestido com uma resina  
25 aglutinante sobre a superfície do tecido alvo. Foi inicialmente determinado que resinas aglutinantes apropriadas poderiam ser selecionadas do grupo que consiste em aglutinantes de pressão permanentes não iônicos (isto é, os compostos de promoção de adesão de ligação cruzada, que incluem, sem  
30 limitação, as imidazolidininas de ligação cruzada, disponível da Sequa sob o nome de marca Permafresh®) ou aglutinantes ligeiramente aniônicos (que incluem, sem limitação, os acrílicos, tal como o Rhoplex® TR3082 da Rohm

& Haas). Outros não iônicos e ligeiramente iônicos eram também possíveis, incluindo o formaldeído de melamina, a uréia de melamina, os poliésteres etoxilados (tal como o Lubril QCX®, disponível da Rhodia) e similares. No entanto, foi descoberto que a durabilidade de lavagem de tais tecidos tratados (em termos de retenção de íons de prata, pelo menos) era limitada. Foi determinado que uma maior durabilidade era requerida para este tipo de aplicação. Assim, estes tratamentos comparativos anteriores foram medidos em relação a vários outros tipos. No final, foi descoberto que certos aglutinantes de poliuretano (tal como o Witcobond® da Crompton Corporation) e os aglutinantes acrílicos (tal como o Hystretch® da BFGoodrich) permitiam a melhor durabilidade de lavagem total para a adesão de composto de íons de prata sólidos nas superfícies do tecido alvo, como abaixo discutido em maiores detalhes.

Dentro dos procedimentos de aplicação tópica específicos, a exaustão inicial do composto de íons de prata (de preferência, o ALPHA-SAN®) é assim de preferência seguida por um fino revestimento de resina aglutinante à base de poliuretano para prover as características de durabilidade de lavagem desejadas para o tratamento de partículas à base de metal. Com tais materiais de aglutinante à base de poliuretano específicos utilizados, as características antimicrobianas do tecido tratado permaneceram muito eficientes para o tecido mesmo após tantas quanto dez procedimentos de lavagem padrão.

Também possível, apesar de menos eficiente se comparado com o revestimento de resina aglutinante acima mencionada, mas ainda um método aceitável para prover uma superfície de tecido tratada com metal antimicrobiana durável para lavagem, é a aplicação de uma resina aglutinante à base de composto que contém íons de prata/poliuretano de uma mistura de banho de pigmento. A exaustão de tal combinação é menos eficaz do um ponto de vista de atividade antimicrobiana do que o outro revestimento, mas, novamente, ainda provê um tratamento durável para lavagem com benefícios antimicrobianos aceitáveis. Na realidade, esta mistura de composto/resina pode ser aplicada através de pulverização, imersão, tamponamento, e

similares.

Em termos de descoloração, foi notado que os tratamentos tópicos de íons de prata eram susceptíveis a ficarem amarelados, amarronzados, acinzentados, e, possivelmente empretecidos após exposição às condições atmosféricas. Como os íons de prata são geralmente altamente reativos com os ânions livres, e a maioria dos ânions que reagem com os íons de prata produz cor, um modo de reduzir se não impedir de todo a geração de cor problemática quando das interações de íons de prata com as espécies aniônicas livres, especificamente com os líquidos de banho de pigmento, era requerido. Assim, foi teorizado que a inclusão de um aditivo que era não descolorante por si próprio, não reagiria danosamente com o aglutinante e/ou o composto de íons de prata, e iria, aparentemente, e sem estar ligado a nenhuma teoria científica específica, reagir de tal modo a prover um sal incolor com íons de prata, era altamente desejada. Os íons de haleto, tal como de haletos metálicos (cloreto de magnésio, por exemplo) ou de ácidos hidroalícos (HCL por exemplo) provêm tais resultados, aparentemente, com a exceção que a presença de íons de sódio (os quais são da mesma valência que os íons de prata, e competem com os íons de prata para a reação com os íons de haleto) deve ser evitada, já que tais componentes impedem a produção de haletos de prata incolores, deixando os íons de prata livre com a capacidade de reagir após isto com ânions indesejáveis. Assim, a presença de tais íons de sódio monovalentes (assim como outros íons metálicos de álcali monovalentes tal como o potássio, o cézio, e o lítio, às vezes) não provê o nível requisitado de redução de descoloração no grau necessário. Em geral, quantidades de 1000 ppm ou mais de íons de sódio dentro da composição de acabamento, especificamente dentro do solvente (água, por exemplo, são danosos para a prevenção de descoloração dos tratamentos topicamente aplicados da invenção. Assim, esta quantidade limite está abrangida pelo termo "substancialmente livre de íons de sódio" no que refere-se a esta invenção. Mais ainda, o haleto metálico bivalente ou trivalente (e alguns monovalentes) age contra alguns efeitos da exposição aos íons de sódio se presente em uma quantidade suficiente dentro da composição de

acabamento. Assim, quanto mais altas as quantidades de sódio ou de íons metálicos de álcali equivalentes estiverem presentes dentro da composição de acabamento, mais altas as quantidades de haleto metálico (cloreto de magnésio, por exemplo) podem contrabalançar ao ponto que a descoloração possa ser apropriadamente impedida. Mais ainda, todos os outros íons metálicos (bivalentes, trivalentes, e similares, com os bivalentes, tal como o magnésio, sendo mais preferido) combinados com os ânions de haleto (tais como os cloretos, os brometos, os iodetos, como exemplos, com os cloretos sendo mais preferidos), assim como os ácidos (novamente, o HCl, assim como o HBr, e similares) são aditivos potenciais para a prevenção de descoloração nesta invenção. A quantidade de íons de cloreto (concentrações) deve ser medida em termos de razões molares com os íons de prata livres disponíveis no composto que contém íons de prata. Uma faixa de razões de 1:10 (cloreto para íon de prata) a 5:1 (cloreto para íon de prata) deve ser atendida para uma atividade apropriada; de preferência esta faixa é de 1:2 a aproximadamente 2,5:1. Novamente, quantidades mais altas de haleto metálico em razão molar para os íons de prata podem ser adicionadas para agir contra qualquer excesso de quantidades de íons metálicos de álcali dentro da própria composição de acabamento.

As modalidades preferidas destes tratamentos de tecido da invenção (seja durável para lavagem, não descolorante, ou ambos) estão discutidos abaixo em maiores detalhes.

#### DESCRIÇÃO DAS MODALIDADES PREFERIDAS

Os seguintes exemplos ilustram adicionalmente a presente invenção mas devem ser considerados como limitando a invenção como definida nas reivindicações anexas a esta. Todas as partes e percentuais dados nestes exemplos são por peso a menos de outro modo indicado.

Inicialmente, solução de ALPHASAN® (composto de troca de íons à base de prata disponível da Milliken & Company) foram produzidas para aplicação tópica através de exaustão de banho de pigmento em tecidos alvo. Estas soluções, com comparativos também, são como segue:

EXEMPLO 1

	<u>Componente</u>	<u>Quantidade (% por peso)</u>
	Água	94,15
	PD-92 (polímero de redeposição anti-sujeira)	1,5
5	DA-50 (polímero de redeposição anti-sujeira)	1,5
	Witcobond	2,25
	Alphasan	0,6
	Ácido Acético	para ajustar o pH para 6,5

EXEMPLO 2

10	<u>Componente</u>	<u>Quantidade (% por peso)</u>
	Água	97,8
	PD-92	0,75
	DA-50	0,75
	Witcobond	1,12
15	Alphasan	0,3
	Ácido Acético	para ajustar o pH para 6,5

EXEMPLO 3

	<u>Componente</u>	<u>Quantidade (% por peso)</u>
	Água	92,7
20	PD-92	1,5
	DA-50	1,5
	Hystretch	3,7
	Alphasan	0,6
	Ácido Acético	para ajustar o pH para 6,5

25 EXEMPLO 4

	<u>Componente</u>	<u>Quantidade (% por peso)</u>
	Água	93,1
	Milease (polímero de redeposição anti-sujeira)	3,4
	Witcobond	2,74
30	Alphasan	0,71
	Cloreto de Magnésio <sup>1</sup>	0,008
	Ácido Clorídrico	para ajustar o pH para 6,0

(para uma razão de íons de cloreto para íons de prata de aproximadamente 2,5:1).

<sup>1</sup> Freecat MX®, disponível da Noveon.

#### EXEMPLO 5

5	<u>Componente</u>	<u>Quantidade (% por peso)</u>
	Água	93,1
	Milease (polímero de redeposição anti-sujeira)	3,4
	Witcobond	2,74
	Alphasan	0,71
10	Cloreto de Magnésio <sup>1</sup>	0,008
	Ácido Clorídrico	para ajustar o pH para 6,0

(para uma razão de íons de cloreto para íons de prata de aproximadamente 1.3:1).

#### EXEMPLO 6

15	<u>Componente</u>	<u>Quantidade (% por peso)</u>
	Água	93,1
	Milease (polímero de redeposição anti-sujeira)	3,4
	Witcobond	2,74
	Alphasan	0,72
20	Cloreto de Magnésio <sup>1</sup>	0,005
	Ácido Clorídrico	para ajustar o pH para 6,0

(para uma razão de íons de cloreto para íons de prata de aproximadamente 1:2).

#### EXEMPLO 7

25	<u>Componente</u>	<u>Quantidade (% por peso)</u>
	Água	97,5
	Milease (polímero de redeposição anti-sujeira)	3,0
	Witcobond	2,0
	Alphasan	0,6
30	Ácido Clorídrico	para ajustar o pH para 6,0

(para uma razão de íons de cloreto para íons de prata de aproximadamente 1:10).

EXEMPLO COMPARATIVO

	<u>Componente</u>	<u>Quantidade (% por peso)</u>
	Água	93,1
	Milease (polímero de redeposição anti-sujeira)	3,4
5	Witcobond	2,74
	Alphasan	0,73
	Ácido Clorídrico	para ajustar o pH para 6,0

Um tecido de controle foi também utilizado nos testes abaixo não tendo nenhum tratamento aplicado no mesmo.

- 10 Estas soluções foram então aplicadas em tecidos de amostra (coloridos de "verdadeiro" branco) através de tampões e rolos de aperto para fornecer uma pega molhada de aproximadamente 85-90% owf. O nível de exaustão dos compostos de ALPHASAN® ativos nos tecidos alvo era de aproximadamente 1% owf. Os tecidos de amostra revestidos, de controle e
- 15 comparativo foram então analisados quanto a um número de diferentes características, principalmente em termos de medidas tomadas antes e após um certo número de lavagens. Para cada teste de lavagem abaixo, o tecido de amostra foi lavado de acordo com o Método de Teste AATCC 130-1981, basicamente com uma máquina de lavar do tipo doméstico padrão (Sears
- 20 Kenmore® Heavy Duty, Super Capacity) equipada com um controlador de temperatura ajustado para lavar a  $40,5 \pm 2,8^{\circ} \text{C}$  ( $105 \pm 5^{\circ} \text{F}$ ). A temperatura de enxágue foi ajustada para fria  $21,1 \pm 2,8^{\circ} \text{C}$  ( $70 \pm 5^{\circ} \text{F}$ ). O detergente em pó Tide® foi utilizado em uma quantidade de aproximadamente 100 g para uma carga média, em um ciclo normal (ciclo de lavagem de 10
- 25 minutos; ciclo total 28 minutos). O tecido de amostra foi então removido e seco em uma secadora doméstica padrão no ajuste para algodão por 10 minutos. Nenhum dos tecidos produzidos acima exibiu qualquer condutividade elétrica.

- Em termos de durabilidade de lavagem, os Exemplos 1-3 foram
- 30 testados para liberação de íons após 20 lavagens padrão sob um teste de solução biológica (teste de suor artificial).



### TESTE DE SUOR ARTIFICIAL

Um tal teste mede a quantidade de íons metálicos ativos que dissociam livremente do substrato para executar uma função desejada (tal como uma atividade antimicrobiana para controle ou redução de odor) e pode ser executado em amostras lavadas ou não lavadas para monitorar a durabilidade do ingrediente ativo liberável, neste caso, os íons de prata. O próprio teste envolve sujeitar a amostra (um pedaço de tecido que tem dimensões de 10,1 cm por 10,1 cm (4 pol. por 4 pol.) neste caso) a uma solução que é representativa da solução à qual a amostra seria exposta para executar a sua função desejada. Assim, para este teste, os tecidos de amostra foram expostos a um padrão de controle de odor do corpo humano de acordo com a solução do Método de Teste AATCC 15-1994 após primeiramente sendo pesadas a quatro dígitos significativos. A exposição foi essencialmente a imersão em diluição de dez vezes da solução padrão artificial por 8 horas. Após o tempo de exposição, a amostra foi então seca e pesada novamente; qualquer perda de peso era então representativa da liberação do ingrediente ativo de íons de prata para combater os micróbios de produção de odor dentro da solução padrão. Os cálculos estão reportados como pm de ingrediente ativo sobre o peso do tecido de amostra. Os resultados foram como segue para o Exemplo 1 e certos tecidos comparativos (A é um tecido que inclui fibras extrudadas com 180 ppm por fibra de ALPHASAN®; B é um tecido com fibras extrudadas com 60 pm por fibra de ZEOMIC®; C é um tecido eletricamente condutor X-STATIC® com 8000 ppm de prata sobre o mesmo):

25

TABELA 1

Medições de Liberação de Íons de Prata Através de Teste de Suor Artificial

<u>Número de</u>	<u>Exemplo 1</u>	<u>A</u>	<u>B</u>	<u>C</u>
<u>Lavagens</u>	<u>(ppb)</u>	<u>(ppb)</u>	<u>(ppb)</u>	<u>(ppb)</u>
0	1023	504	107	2080
10	890	154	91	788
20	880	210	84	883

30

Assim, o exemplo da invenção reteve mais de 86% de íons de

prata ativos após 20 lavagens; enquanto que os exemplos comparativos foram ou extremamente baixos em íons de prata disponíveis (B), abaixo de 80% de retenção (todos os três, com A e C abaixo de 50% de retenção), ou eletricamente condutor por natureza (C).

- 5 Outra indicação da eficiência do novo sistema de aglutinante para esta aplicação tópica é a medida de atividade antimicrobiana do acabamento tópico após um certo número de lavagens. Tais acabamentos à base de íons de prata exibem uma excelente atividade antimicrobiana a qual pode levar a um controle de odor, morte de micróbios, entre outros benefícios desejados. De preferência, uma retenção de acabamento efetiva (retenção de liberação de íons de prata) está disponível quando o tecido de amostra exibe uma taxa de morte de microorganismos para *Staphylococcus aureus* de pelo menos 1,5, de preferência acima 2,0, mais de preferência acima de 3,0, e uma taxa de morte de microorganismos para *Klebsiella pneumoniae* de pelo menos 1,5, de preferência acima de 2,0, e mais de preferência acima de 3,0, ambos testados de acordo com o Método de Teste AATCC 100-1993 para uma exposição de 24 horas, após pelo menos 10 lavagens, de preferência mais, como acima definido. Os resultados dos Exemplos 1-3 acima são como segue:

20

TABELA 2

Taxas de Morte de Microorganismos para *Staphylococcus aureus* e *Klebsiella pneumoniae* Pelos Tecidos da Invenção

			<u>Taxas de Morte de Microorganismos</u>	
	<u>Exemplo Nº</u>	<u>Lavagens</u>	<u><i>S. aureus</i></u>	<u><i>K. pneumoniae</i></u>
25	1	0	3,31	3,67
	1	1	2,03	4,25
	1	5	2,83	4,65
	1	10	2,87	4,65
	1	20	2,21	4,65
30	2	0	3,81	3,49
	2	1	3,37	4,65
	2	5	3,12	3,37

TABELA 2 - Continuação

		<u>Taxas de Morte de Microorganismos</u>	
<u>Exemplo Nº</u>	<u>Lavagens</u>	<u>S. aureus</u>	<u>K. pneumoniae</u>
5	2	10	1,67
	2	20	1,13
	3	0	3,69
	3	1	2,50
	3	5	1,67
10	3	10	2,08
	3	20	1,57
	Controle	0	-0,04
	Controle	3	0,03
			-1,49

Assim, a retenção de íons de prata sobre a superfície foi, novamente, excelente para os acabamentos da invenção.

#### 15 RESISTÊNCIA À LUZ DA COR

Em termos de descoloração de tecido, os Exemplos 4-7 foram analisados sob um teste de resistência à luz da cor que mede a amostra em termos da seguinte equação:

$$\Delta E^* = ((L^*_{\text{inicial}} - L^*_{\text{exposto}})^2 + (a^*_{\text{inicial}} - a^*_{\text{exposto}})^2 + (b^*_{\text{inicial}} - b^*_{\text{exposto}})^2)^{1/2}$$

- 20 em que  $\Delta E^*$  representa a diferença em cor entre o tecido sobre o revestimento de látex inicial e o tecido após o grau de exposição a ultravioleta acima notado.  $L^*$ ,  $a^*$ , e  $b^*$  são as coordenadas de cor; em que  $L^*$  é uma medida de claro e escuro do tecido colorido;  $a^*$  é uma medida de vermelho ou verde do tecido colorido; e  $b^*$  é uma medida de amarelo ou azul do tecido colorido.
- 25 Quanto mais baixo o  $\Delta E^*$ , melhor a resistência à luz da cor, e assim um menor grau de mudança de cor, ou nesta situação, descoloração, da amostra de tecido. As medições sobre um tecido branco "verdadeiro" (que tem medições iniciais de  $L = 93,93$ ,  $a = 2,10$ , e  $b = 10,68$ ) foram como segue para os Exemplos 4-7, para exposição a uma fonte de luz de xenônio de 225 kj por
- 30 uma quantidade especificada de quilojoules de acordo com o método SAE J-1885 da The Engineering Society for Advancing Mobility Land Sea Air and Space Textile Test, "(R) Accelerated Exposure of Automotive Interior Trim

Components Using a Controlled Irradiance Water Cooled Xenon-Arc Apparatus".

TABELA 2

Valores de L para Tecidos de Amostra

5	<u>Horas</u>							
	<u>Exemplo N°</u>	<u>0</u>	<u>24</u>	<u>48</u>	<u>72</u>	<u>96</u>	<u>196</u>	<u>264</u>
10	4	94,39	92,96	92,82	92,70	92,43	92,10	92,02
	5	94,49	93,46	93,26	93,20	92,99	92,54	92,43
	6	9468	93,36	93,23	93,08	92,82	92,37	92,18
	7	94,37	90,54	89,43	88,52	88,07	86,46	86,40
	Comparativo	94,74	88,28	87,07	86,12	85,78	84,52	84,69
	Controle	93,93	94,4	94,26	94,35	94,01	94,43	94,34

TABELA 3

Valores de a para Tecidos de Amostra

15	<u>Horas</u>							
	<u>Exemplo Nº</u>	<u>0</u>	<u>24</u>	<u>48</u>	<u>72</u>	<u>96</u>	<u>196</u>	<u>264</u>
20	4	2,07	2,30	2,34	2,52	2,81	2,46	2,53
	5	2,04	2,24	2,32	2,49	2,79	2,43	2,48
	6	2,06	2,30	2,34	2,56	2,86	2,88	2,56
	7	2,10	3,65	4,11	4,46	4,47	4,49	4,34
	Comparativo	2,07	4,02	4,25	4,60	4,16	4,47	4,64
	Controle	2,10	2,27	2,26	2,45	2,80	2,82	2,80

TABELA 4

Valores de b para Tecidos de Amostra

25		<u>Horas</u>						
	<u>Exemplo N°</u>	<u>0</u>	<u>24</u>	<u>48</u>	<u>72</u>	<u>96</u>	<u>196</u>	<u>264</u>
	4	-10,56	-10,82	-10,73	-11,06	-11,04	-10,23	-10,08
	5	-10,74	-10,86	-10,93	-11,19	-11,21	-10,55	-10,49
	6	-10,80	-10,99	-10,92	-11,29	-11,33	-10,63	-10,65
30	7	-10,61	-9,02	-8,55	-8,92	-8,19	-8,25	-8,27
	Comparativo	-10,62	-6,93	-6,43	-6,25	-5,43	-5,76	-5,75
	Controle	-10,68	-11,22	-11,2	-11,65	-11,78	-11,24	-11,30

Estes valores foram então introduzidos na equação acima para uma medição apropriada de mudança de cor ao longo do tempo (como comparado com o valor E teórico para os tecidos brancos "verdadeiros") para determinar a resistência à luz da cor dos tecidos acabados da invenção. Os resultados foram como segue:

TABELA 5

Valores de  $\Delta E$  para Tecidos de Amostra

		<u>Horas</u>						
	<u>Exemplo Nº</u>	<u>0</u>	<u>24</u>	<u>48</u>	<u>72</u>	<u>96</u>	<u>196</u>	<u>264</u>
10	4	0,11	0,50	0,65	0,92	1,44	1,84	2,10
	5	0,16	0,14	0,28	1,47	0,82	1,02	1,22
	6	0,29	0,23	0,30	0,65	1,12	1,52	1,63
	7	0,10	8,33	14,40	18,96	23,10	33,75	33,81
	Comparativo	0,33	24,84	34,90	43,46	49,10	59,19	58,04
15	Controle	0,00	0,27	0,20	0,62	0,85	0,56	0,52

Estes valores foram então tomados como uma percentagem dos valores de  $\Delta E$  dos exemplos da invenção e comparativos divididos pelos valores de  $\Delta E$  do controle para fornecer uma taxa de estabilização de cor e foram calculados para serem como segue:

TABELA 6

Taxas de Estabilização de Cor

	<u>Exemplo Nº</u>	<u>Percentagem de Mudança de Cor</u>
25	4	96,7
	5	97,4
	6	97,8
	7	51,9
	Comparativo	0,0
	Controle	100

Assim, uma taxa de estabilização de cor de pelo menos 50% é aceitável e até o momento não atingida. Taxas mais altas são claramente mais preferíveis, e, com a presença de íons de haleto são disponíveis. Assim, taxas de pelo menos 55%, mais de preferência de pelo menos 60%,

ainda mais de preferência de pelo menos 75%, e mais preferidas de pelo menos 85% (com taxas ainda mais altas mais preferidas) são desejadas deste acabamento da invenção. De qualquer modo, estes níveis são excelentes e mostram a capacidade dos acabamentos da invenção proverem não  
5 somente níveis antimicrobianos eficientes, mas também uma excelente redução em possibilidades de descoloração, especificamente ao longo do tempo e após um número apreciável de lavagens padrão.

Existem, é claro, muitas modalidades alternativas e modificações da presente invenção as quais pretendem estar incluídas dentro do espírito e  
10 do escopo das reivindicações seguintes.

## REIVINDICAÇÕES

1. Substrato de tecido, caracterizado pelo fato de que apresenta uma superfície, uma porção da qual está revestida com um acabamento não eletricamente condutor, em que o dito acabamento compreende:

5 (a) pelo menos um composto que contém íons de prata, selecionado do grupo que consiste em fosfato de zircônio de prata, zeólito de prata, vidro de prata, e quaisquer de suas misturas;

(b) pelo menos um material aglutinante de poliuretano; em que o dito tecido revestido exibe um nível de retenção de liberação de íons de prata de pelo menos 50%, com uma quantidade inicial de íons de prata disponível de pelo menos 1000 ppb, como medido por um teste de comparação de suor artificial, em que o dito nível de retenção de liberação de íons de prata é medido após pelo menos 20 lavagens, as ditas lavagens sendo executadas de acordo com o procedimento de lavagem como parte  
10 do Método de Teste AATCC 130-1981.

2. Substrato de tecido de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o dito nível de retenção de liberação de íons de prata é de pelo menos 80%.

3. Substrato de tecido de acordo com a reivindicação 1 ou 2,  
20 caracterizado pelo fato de que o dito acabamento compreende ainda pelo menos um composto contendo íon de haleto, em que a razão molar íons de haleto para íons de prata está dentro da faixa de 1:10 a 5:1, e em que o dito acabamento está substancialmente livre de íons de sódio.

4. Substrato de tecido de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 3, caracterizado pelo fato de que o dito tecido revestido exibe uma taxa de morte de microorganismos para *Staphylococcus aureus* após 24 horas de exposição de acordo com Método de Teste AATCC 100-1993 de pelo menos 1,1, em que a dita taxa de morte de microorganismos é medida após pelo menos 20 lavagens, as ditas lavagens sendo executadas de  
25 acordo com o procedimento de lavagem como parte do Método de Teste AATCC 130-1981.

5. Substrato de tecido de acordo com qualquer uma das reivindi-

cações 1 a 4, caracterizado pelo fato de que o dito tecido revestido exibe uma taxa de morte de microorganismos para *Klebsiella pneumoniae* após 24 horas de exposição de acordo com Método de Teste AATCC 100-1993 de pelo menos 1,4, em que a dita taxa de morte de microorganismos é medida

5 após pelo menos 20 lavagens, as ditas lavagens sendo executadas de acordo com o procedimento de lavagem como parte do Método de Teste AATCC 130-1981.



## RESUMO

Patente de Invenção: **"SUBSTRATO DE TECIDO COM ACABAMENTO À BASE DE PRATA TOPICAMENTE APLICADO COM UM SISTEMA DE AGLUTINANTE DE LIGAÇÃO CRUZADA PARA DURABILIDADE DE LAVAGEM APERFEIÇOADA"**.

A invenção refere-se a aperfeiçoamentos na durabilidade de lavagem e níveis de descoloração para tecidos que têm tratamentos de íons de prata (tal como os compostos de troca de íons, como os fosfatos de zircônio, vidros e/ou zeólitos) topicamente aplicados. Tais compostos sólidos são geralmente susceptíveis à descoloração e, devido à sua natureza sólida, são tipicamente fáceis de remover de aplicações de superfície tópicas. O tratamento da invenção requer a presença de um aglutinante de poliuretano específico, ou como um revestimento de íons de prata ou como um componente de uma mistura de banho de pigmento misturado com o composto antimicrobiano de íons de prata. Além disso, aditivos de haleto metálico específicos (de preferência substancialmente livres de íons de sódio) são utilizados para combater as descolorações típicas de tais formulações de íons de prata. Como um resultado, a durabilidade de lavagem, os níveis de descoloração, ou ambos, podem ser aperfeiçoados ao ponto que após um número substancial de lavagens e secagens padrão, o tratamento da invenção não desgasta em nenhuma quantidade apreciável e a cor do tratamento permanece substancialmente a mesma que quando primeiramente aplicada. O método de tratamento específico, assim como os tecidos tratados, estão também abrangidos dentro desta invenção.