

281219

Case 420/421

281219



MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud
de

P A T E N T E D E I N V E N C I O N

formulada el 2 de Octubre de 1962 con el nº 281.219

en

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de DEERING MILLIKEN RESEARCH CORPORATION, enti-
dad norteamericana, establecida en: P.O. Box 1927, -----
Spartanburg, Carolina del Sur, E. U. A., por:

"UN PROCEDIMIENTO PARA RETICULAR LOS GRUPOS HIDROXILO LI-
BRES DE UN TEJIDO CELULOSICO HIDRATADO"

=====

La presente invención se refiere a un nuevo proce-
dimiento para tratar tejidos celulósicos, y más en parti-
cular a un método de aplicar proporciones limitadas de hu-
medad y de base fuerte, como parte de un procedimiento pa-
5 ra la reticulación en húmedo de tejidos celulósicos, y a
los tejidos así producidos.

Se ha descubierto que las reacciones de reticula-
ción en húmedo con catalizadores básicos, esto es, las
reacciones de reticulación catalizadas con una base fuer-

281219



te, en las cuales la reticulación de las moléculas celu-
lósicas es conducida en presencia de una base fuerte y
humedad, lo que hasta ahora se consideraba que únicamen-
te servía para comunicar al tejido elasticidad en húmedo,
5 esto es, propiedades de secado en plano (sin que queden
arrugas), después de retorcer a mano o pasar por el ciclo
de torsión de una máquina lavadora automática, y secar en
cuerda o línea (tendido), pueden comunicar al tejido una
buena elasticidad en seco, esto es, propiedades de seca-
10 do en plano cuando el secado se realiza en un secador au-
tomático por vuelco o volteo, si la reacción se conduce
en presencia de cantidades de humedad relativamente peque-
ñas.

Un medio para lograr esto consiste en aplicar una
15 solución acuosa diluída de la base energética elegida al
tejido por medios usuales (por ejemplo, empapándolo de ma-
nera controlada), y luego secando el tejido hasta darle
el contenido de humedad deseado, antes de aplicar el agen-
te de reticulación.

20 Este procedimiento implicaba primero la etapa de
distribuir uniformemente la base fuerte en forma de solu-
ción acuosa, de modo que al material celulósico se le
aplicara una proporción total de humedad considerablemen-
te mayor del 15% (por ejemplo, del 30% al 130%), y secar
25 luego el material celulósico hasta darle el contenido de
humedad correcto, antes de aplicar el agente de reticula-
ción, como se estudiará con mayor detalle más adelante.

La proporción óptima de humedad total, dentro de
los límites de 1% a 15%, que haya de estar presente en
30 el material celulósico durante la reacción de reticulación,

281219

5 dependerá en parte de la cantidad de base fuerte empleada. Se ha visto que aún cuando el material celulósico absolutamente seco es reticulado muy ineficazmente con una base fuerte y el agente de reticulación, de preferencia epíclorhidrina, si hay presente una proporción total de
10 humedad comprendida entre 1% y 15% la reacción de reticulación progresa con rapidez y eficacia mucho mayores que cuando la humedad está presente en proporciones mucho más grandes. Así, en tanto que para lograr una eficaz reacción de reticulación se necesita de ordinario de 3% a 5%, aproximadamente, de NaOH, calculado en peso del material celulósico seco, cuando el contenido de humedad del material
15 celulósico es, por ejemplo, de 35% o más, la eficacia de reticulación del catalizador fuertemente básico aumenta rápidamente según el contenido de humedad del material celulósico va cayendo por bajo del 15%, de modo que se precisa sólo un 0,5% a 3% de NaOH, esto es, aproximadamente 0,25%. Las velocidades óptimas de reacción tienen lugar cuando el contenido total de humedad del material celulósico se halla comprendido aproximadamente entre 3% y 12%,
20 y dentro de este margen de variación del contenido de humedad se le comunica al material celulósico un máximo de "memoria" de configuración en seco. De preferencia, la relación o cociente porcentual de agua a base fuerte calculada como NaOH, y basados los porcentajes en el peso del
25 material celulósico, es de alrededor de 1:1 a 10:1 y, más preferiblemente, de 2:1 a 5:1.

30 Se obtienen buenos resultados, con tejido de algodón, empapando el tejido con NaOH acuoso al 1% a 4% aproximadamente, comprimiendo el tejido para obtener una captu

281219



ción de solución de aproximadamente 30% a 130%, por ejemplo, de 50% a 100%, calculado en peso del tejido inicial en seco, para dejar aproximadamente entre 0,5% y 6% de NaOH en el tejido, secando el tejido, por ejemplo, sobre
5 latas de secado o en una estufa de curación con tendedero, preferiblemente de modo que la temperatura del tejido no exceda de unos 100° C y, más preferiblemente, que no exceda de 90° C, hasta dejar el contenido de humedad total aproximadamente comprendido entre 1% y 15%, y habilitando así un tejido uniformemente impregnado con la proporción correcta de humedad y base fuerte, y aplicando después, por ejemplo por medio de un rodillo o cilindro de aplicación, la cantidad elegida de agente de reticulación, el cual consiste de preferencia en epiclorhidrina o un
10 compuesto que se convierte en epiclorhidrina en presencia de la base fuerte. La cantidad o proporción de epiclorhidrina que se aplica está de preferencia en exceso molar respecto a la proporción de base fuerte presente en el tejido, y se halla de preferencia comprendida entre los límites aproximados de 2% a 15%, por ejemplo, de 4% a 12%,
20 calculados sobre el peso del tejido seco. Si como agente de reticulación se utiliza el dicloropropanol, es conveniente emplear muy poco menos de 0,5 equivalente molar, para obtener así un tejido todavía alcalino al final de la reacción de reticulación. Si se utiliza más de una proporción de 0,5 molar de dicloropropanol, puede ello dar lugar a una reticulación insuficiente. Por estas razones, la epiclorhidrina es el agente de reticulación preferido. Si el tejido está enrollado durante la reacción de reticulación en forma de rollo liso, los vapores de epiclorhi-
30

281219



drina se difundirán entre las capas, asegurándose con ello una reticulación uniforme aún cuando la epíclorhidrina no se aplique con exacta uniformidad.

5 Para evitar esta operación de secado, es teórica-
mente posible aplicar proporciones limitadas de base fuer-
te, en forma de solución acuosa concentrada, por medio de
un rodillo de aplicación, por atomización, por recubrimien-
to a cuchilla o espátula, etc. Sin embargo, cuando se re-
curre a estos métodos, la consecuencia inevitable es que
10 el tejido se arruga, por no aplicarse uniformemente la so-
lución concentrada de base fuerte. En el caso de los rodi-
llos de aplicación, es imposible de lograr una transferen-
cia continua lateral y longitudinal de delgadas películas
de la solución de catalizador desde el rodillo de aplica-
15 ción al tejido. Asimismo, la tensión superficial y otras
fuerzas hacen que la película se rompa al tomar contacto
el rodillo aplicador con el tejido, haciendo así que las
partes del tejido que se mojan primero atraigan más pro-
porción de la solución, a costa de las áreas vecinas. En
20 el caso del recubrimiento a cuchilla y de la atomización
se presentan problemas similares, por haber poca coerción
o restricción sobre el tejido, en forma de tensión o pre-
sión, al llegarle al tejido la solución de base fuerte.

25 No es sorprendente que el tejido se arrugue, en vis-
ta del hecho de que la aplicación desigual de fuertes so-
luciones acuosas de hidróxido sódico es el método normal
para obtener los tejidos de tipo plisado en tres dimensio-
nes. Así, si bien parecía teóricamente posible lograr la
deseada reacción de reticulación en presencia de cantida-
30 des limitadas de humedad, empleando rodillos de aplicación

281219



o métodos de atomización para aplicar en pequeña proporción fuertes soluciones acuosas del catalizador de base fuerte, el defecto de arrugamiento asociado a este procedimiento hace que el método de aplicar un exceso de humedad, en forma de solución de base fuerte más diluida, y después secar el tejido hasta darle el deseado contenido de humedad, apareciera como procedimiento comercialmente necesario para distribuir de modo uniforme la base fuerte en un tejido y al propio tiempo darle a éste un reducido contenido de humedad.

Se ha descubierto ahora que el arrugamiento que antes se creía inevitable al aplicar a un tejido soluciones acuosas de base fuerte y de elevada concentración, puede evitarse cuando al tejido se le aplica uniformemente y en pequeñas proporciones una solución acuosa de base fuerte con el auxilio de presión y por medio de un rodillo de imprimir o estampar sobre cuya superficie hay un diseño determinado, permitiéndose de ese modo conducir la reacción de reticulación en presencia de cantidades limitadas de humedad, de modo que por medio de esta reacción de reticulación se le pueden comunicar al tejido buenas propiedades de elasticidad tanto en seco como en húmedo.

Este aspecto de la invención se ilustra mediante el dibujo adjunto, en el cual la figura 1 es una vista en perspectiva esquemática de un aparato que puede emplearse para seguir el procedimiento de esta invención.

Como se ilustra por medio de la fig. 1, el tejido F esencialmente seco, que se representa con líneas de trazo interrumpido, se retira de un manatíal usual de suministro, por ejemplo, un rollo de alimentación 1, y se ha-



5 ce pasar en íntimo contacto con la superficie modelada 3
del rodillo de estampar 2, que está provista de finas lí-
neas 4. El continuo contacto del tejido F' con la superfi-
cie preparada 3 del rodillo de estampar 2 viene asegurado
10 por un rodillo o cilindro de presión 5 cuyo eje es parale-
lo al eje del rodillo de estampar 2, y está situado de mo-
do que habilita una zona de presión a través de la cual
pasa el tejido F. La solución acuosa de base fuerte está
contenida en el depósito 6, y es recogida de éste por el
cilindro de estampar 2. El exceso de solución se quita -
por medio de una hoja reguladora o raedera 7, de modo que
al tejido F solamente es transportada la solución de base
fuerte que queda cogida en la superficie modelada 3. El
15 tejido F pasa luego por sobre un rodillo usual de aplica-
ción 10, que puede aplicar el reactivo de reticulación al
tejido F contenido en el depósito 11. El tejido F pasa
luego a unos medios usuales de recogida, ilustrados aquí
por el cilindro de recogida 20, o bien a otro equipo usual
de tratamiento de tejidos. En un procedimiento alternati-
20 vo, no ilustrado en el dibujo, el rodillo aplicador 10 y
el depósito 11 pueden ir colocados entre el rollo 1 y el
cilindro de estampar 2, de modo que es posible aplicar
primero el agente de reticulación o una solución orgáni-
ca del mismo. Si el tejido inicial F' ha sido ya uniforme-
25 mente impregnado con el agente de reticulación elegido,
puede prescindirse entonces del cilindro de aplicación
10 y del depósito 11.

30 Los tejidos celulósicos que se reticulan conforme
al procedimiento de esta invención son los constituidos
por materiales que normalmente se reticulan para comuni-



carles "memoria" de configuración en húmedo; por ejemplo, los de celulosa natural y regenerada, incluidos aquellos que tienen una parte de los grupos hidroxí libres esterificados o eterificados, esto es, de modo que quedan al

5 menos 1,8 grupos hidroxí libres por unidad de anhidroglucosa: por ejemplo, los ésteres de hidrocarburos inferiores, incluidos el acetato, propionato, butirato, benzoato, sulfato, fosfato, ésteres de sulfato arílicos y alcohólicos, ésteres alcohólicos inferiores incluidos los de metilo y

10 etilo, e hidroxialcohólicos incluidos los éteres de hidroxietilo y carboximetilo, y los demás ésteres y éteres de celulosa conocidos. Los tejidos pueden constar de materiales celulósicos naturales como, por ejemplo, algodón, lino, yute o hilo, o bien los materiales celulósicos sintéticos como, por ejemplo, viscosa en filamentos o fibras

15 cortadas, tanto sin modificar como modificada como, por ejemplo, los rayones polinósicos. El nuevo procedimiento se dirige principal y preferiblemente a los tejidos de fibras celulósicas hechos en telar, pero las ventajas de esta invención pueden lograrse también tratando tejidos de

20 punto o de otra manufactura. El material celulósico preferido es el algodón, preferiblemente tejido en telar: por ejemplo, género para estampados, liso especial de doble ancho y para sábanas. Aún cuando el procedimiento se

25 practicaré de ordinario sobre tejidos consistentes por entero en algodón o rayón, es igualmente aplicable a tejidos que comprendan fibras o filamentos sintéticos como, por ejemplo, los poliésteres de tereftalato de etilenglicol, el nylon y los poliacrílicos. De preferencia, el material celulósico comprende al menos 40% o más en peso del

30



tejido a tratar, y para mayor conveniencia alrededor de
60% o más. Para aquellas personas entendidas en la mate-
ria resultará evidente que, debido a que la celulosa rege-
nerada y determinados derivados de la celulosa tienden a
5 resultar adversamente afectados por las soluciones acu-
osas de hidróxido metálico alcalino, de alta concentración,
si aquellos materiales se hallan presentes en los tejidos
a tratar hay que tener cuidado de que el catalizador fuer-
temente básico no afecte de modo adverso al material celu-
10 lósico, empleando para ello, por ejemplo, menores concen-
traciones de sales de metal alcalino.

El catalizador de base fuerte para la reacción de
reticulación incluye los hidróxidos de metales alcalinos
como, por ejemplo, el hidróxido sódico y el hidróxido po-
15 tásico, los hidróxidos amónicos cuaternarios como, por
ejemplo, el hidróxido de trimetilfenil-amonio, y las sa-
les de metales alcalinos que, en presencia de humedad,
producen una solución fuertemente alcalina, como, por ejem-
plo, los sulfuros y los silicatos de metales alcalinos.
20 Cuando se emplean las sales, éstas han de utilizarse en
proporción tal que den a la solución una alcalinidad com-
prendida aproximadamente entre los mismos límites que la
obtenida con el empleo de un hidróxido de metal alcalino.

Los agentes de reticulación empleados en el proce-
25 dimiento de esta invención son los agentes de reticulación
catalizada con una base fuerte, entre los que se incluyen
los de epiclorhidrina, 1,3-dicloropropanol, 2,3-dicloro-
propanol, mezclas de los mismos, éter de glicidilo o gli-
cerol y etilenglicol y haloepóxido afín, dihalohidrina y
30 diepóxido como, por ejemplo, los expuestos en la patente

belga 556.279. Otros son la sulfona divinílica, sulfóxido divinílico y los compuestos representados por una de las fórmulas $(R-O-CH_2CH_2)_2SO_2$ y $(R-O-CH_2CH_2)_2SO$, en las cuales R es el radical acílico de un ácido orgánico como, por ejemplo, el ácido acético, propiónico u otro ácido carboxílico de hidrocarburos inferiores, el radical acílico de un ácido fuerte monobásico o polibásico como, por ejemplo, sulfato, fosfato, álcali o sales metálicas alcalinas de radicales sulfato o fosfato, o haluro amónico - cuaternario como, por ejemplo, cloruro de piridinio. La epíclorhidrina se prefiere entre los agentes de reticulación en húmedo catalizada con álcalis, en el procedimiento de la invención, y ello por varias razones. Primero, porque consume el catalizador básico fuerte, de modo que el grado de reticulación puede ser controlado por medio de la proporción de catalizador alcalino aplicado al tejido. En segundo lugar, porque sólo se consume un equivalente molar de catalizador básico fuerte, evitándose así la necesidad de aplicar al tejido grandes cantidades de catalizador alcalino. Asimismo, la volatilidad de la epíclorhidrina asegura la obtención de una reticulación uniforme, con tal que el catalizador básico fuerte se distribuya uniformemente por el material celulósico y aún cuando la propia epíclorhidrina no se aplique de un modo absolutamente uniforme.

El rodillo de estampar empleado en el procedimiento de esta invención está necesariamente hecho de un material inerte a las soluciones acuosas de base fuerte: por ejemplo, de cobre cromado, acero inoxidable, Teflon, polipropileno, etc. La superficie de diseño puede prepararse

281219



de manera usual como, por ejemplo, por fotograbado, moleteado, roscado a máquina, o por corte o raspado de un modo conveniente cualquiera. El diseño o modelo representado en el dibujo es de rayado cruzado, pero en realidad

5 puede adoptar una gran variedad de formas como, por ejemplo, líneas paralelas que corren en hélice, o vertical u horizontalmente en torno al rodillo, o combinaciones de éstas cortándose para formar un diseño cruzado, y pueden ser también líneas continuas, intermitentes, de puntos, o

10 bandas de líneas o puntos sobre la superficie. Las líneas paralelas continuas o intermitentes, horizontales o sensiblemente horizontales, o puntos o bandas de líneas o puntos separadas aproximadamente de 0,25 a 2,5 mm son las preferidas cuando el tejido se hace pasar sobre el rodillo de estampar en el sentido de la urdimbre y se desea

15 conservar un máximo de resistencia mecánica en el tejido en el sentido de la trama. Si bien, como resultará evidente, el diseño puede obtenerse habilitando porciones en relieve sobre la superficie del rodillo, un recurso más conveniente es el de grabar al ácido o practicar surcos de

20 otro modo en la superficie del rodillo. La profundidad y la anchura de las partes grabadas o surcadas puede hacerse variar, para controlar la captación de solución básica fuerte. Por ejemplo, la profundidad puede variar de alrededor de 0,013 mm o menos a 0,13 mm o más, la anchura puede ser desde la de una sola línea a la de una banda grabada de alrededor de 1,3 a 5 mm o más de ancho, y las partes lisas o sin grabar pueden ser la distancia entre líneas de hilo de 1,6 a 8 o más por centímetro, o tiras de

25 aproximadamente 0,013 a 5 mm o más de anchura entre bandas

30

281219



5 grabadas. Las porciones sin grabar, esto es, las que no transfieren al tejido cantidad alguna apreciable o importante de catalizador de base fuerte, tienen de preferencia una anchura no mayor de alrededor de 2,5 mm o, más preferiblemente, no mayor de unos 1,3 mm.

10 De la descripción del rodillo de estampar se desprende que el término "uniformemente", en el sentido en que aquí se utiliza, no quiere decir que el catalizador básico fuerte y/o la humedad se apliquen de un modo absolutamente uniforme, como el que se obtiene empapando el tejido con una solución acuosa y luego comprimiéndolo o estrujándolo hasta dejar la proporción de captación deseada. En realidad, el término "uniformemente" se aplica aquí en el sentido de que unas áreas relativamente grandes (por ejemplo, de 0,645 a 6,45 cm²) del tejido tendrán sensible-
15 mente la misma humedad e igual contenido de base fuerte que otras áreas relativamente grandes. Por otra parte, la superficie modelada del rodillo de estampar produce minúsculas irregularidades de contenido de humedad y de base fuerte en áreas pequeñísimas del tejido y, de hecho, esta "uniformidad de diseño" es la que parece producir los resultados convenientes y nuevos en su género obtenidos conforme a este procedimiento. Una de las manifestaciones de este nuevo efecto es la buena elasticidad en seco que puede dársele a un tejido que contenga hasta alrededor de un
20 35% de humedad total, en tanto que si se impregna el tejido, por ejemplo, empapándolo, con un gran volumen de solución básica fuerte, y se seca luego para darle un menor contenido de humedad, el contenido total de humedad del tejido debe estar por bajo de un 15% aproximadamente antes
30



de que al tejido pueda comunicársele una apreciable elasticidad en seco. Esto puede deberse al hecho de que, por aplicarse la base fuerte con concentraciones bastantes altas, la elevada concentración de base fuerte puede tender a contrarrestar el efecto adverso que sobre la elasticidad en seco producen los niveles de humedad superiores. En todo caso, es evidente que los efectos adversos de la humedad al dar elasticidad en seco al tejido reticulado se manifiestan a un mayor nivel de humedad cuando se sigue el procedimiento de esta invención que cuando se intenta dar elasticidad en seco recurriendo a secar el tejido después de aplicar grandes volúmenes de solución acuosa de base fuerte.

Si el diseño del rodillo de estampar es relativamente basto, el tejido quedará reticulado según un diseño que puede hacerse visible tiñendo el tejido con colorantes como, por ejemplo, el azul Celleton PERS, que tengan mayor afinidad para las porciones reticuladas que para las relativamente exentas de reticulación. Este método es conveniente para obtener un efecto de tinte tornasolado, en un procedimiento de teñido en baño.

Otro efecto nuevo en su género que puede obtenerse según el aspecto de esta invención concerniente al rodillo de estampar, particularmente con tejidos más grueso y para reducidas captaciones de solución de catalizador y mayores concentraciones de ésta (por ejemplo, superior a un 10-15% y de preferencia por encima de un 15-20% de concentración; por ejemplo, de 25% a 50%), con captaciones inferiores a un 25% aproximadamente y de preferencia menores de un 10-15% (por ejemplo, de sólo un 2 a 5%), es el de que puede obte-



5 nerse una reticulación por una sola cara del tejido, en tanto que la opuesta carece relativamente de ella. Esto tiene la ventaja de dar al tejido buena elasticidad en húmedo y en seco, al tiempo que le hace conservar una mayor proporción de su tenacidad y/o resistencia a la abrasión iniciales.

10 En la puesta en práctica del aspecto del procedimiento de la invención relacionado con el rodillo de estampar, la deseada reacción de reticulación en húmedo para comunicar al tejido elasticidad en seco y en húmedo se conduce en condiciones mediante las cuales se aplica al tejido esencialmente seco una solución acuosa del catalizador de base fuerte elegido, por medio del rodillo de estampar antes citado con presión y en condiciones de captación tales que el tejido que contiene el catalizador de base fuerte contiene asimismo menos de un 35% aproximadamente de humedad total. Al decir tejido "esencialmente seco" se quiere dar a entender que el tejido contiene aproximadamente la humedad presente en el tejido acondicionado, por ejemplo, de alrededor de 1% a 14%, dependiendo la proporción exacta de humedad, de ordinario, de la humedad relativa de la atmósfera en la cual se almacenó el tejido inicial. La cantidad de agente de reticulación que se aplica al tejido dependerá en parte del grado de elasticidad en húmedo y en seco que se desea comunicar al tejido, y del agente de reticulación escogido. Por ejemplo, si el agente de reticulación no consume el catalizador básico fuerte, sólo habrá que aplicar al tejido la cantidad de agente de reticulación que produzca el grado de reticulación deseado. En el caso de la epíclorhidrina y los com-

15

20

25

30

281219



5 puestos que consumen un equivalente molar del catalizador de base fuerte, se prefiere de ordinario emplear aproximadamente un equivalente molar o más del agente de reticulación, y controlar el grado de reticulación por medio de la proporción de catalizador de base fuerte aplicado al tejido. Si el agente de reticulación consume dos equivalentes molares de catalizador de base fuerte, se prefiere de ordinario aplicar aproximadamente medio equivalente molar, o menos, del agente de reticulación. Con los agentes de

10 reticulación que consumen alrededor de un equivalente molar de agente de reticulación, la proporción usual de catalizador de base fuerte que se aplica al tejido está aproximadamente comprendida entre 0,5% y 6%, de preferencia entre 1% y 5% y más preferiblemente de 2% a 4%, calculada sobre el peso del tejido en seco. Entre alrededor de 0,25%

15 y 2% se aplica de ordinario con agentes de reticulación que no consuman al catalizador de base fuerte, y entre aproximadamente 2% y 15% se aplica cuando el agente de reticulación consume dos equivalentes molares de catalizador de base fuerte.

20

25 La solución acuosa de base fuerte puede ser aplicada antes, al mismo tiempo o después que el agente de reticulación. Es posible formar emulsiones del agente de reticulación escogido, la base fuerte y agua, de modo que se apliquen simultáneamente al material celulósico las proporciones adecuadas de humedad, base fuerte y agente de reticulación. Ahora bien, tales emulsiones sólo son estables durante un breve período de tiempo y, por tanto, se prefiere de ordinario aplicar el agente de reticulación por separado respecto al agua y la base fuerte, o al menos separa-

30



do de la base fuerte. Si el agente de reticulación escogido no es volátil, puede aplicarse al tejido en una operación previa de empapar, y eliminar luego el disolvente del mismo, ya sea acuoso u orgánico, calentando el tejido.

5 Asimismo, el agente de reticulación puede ser aplicado por sí sólo o en forma de solución, por medio de un rodillo aplicador u otros medios adecuados, antes de poner el tejido en contacto con el rodillo de estampar. Sin embargo, se prefiere ordinariamente aplicar el agente de reticulación después de haber sido distribuida la base fuerte acuosa por el tejido con el rodillo de estampar.

10 La cantidad de solución de catalizador que es transportada al tejido por el rodillo de estampar puede regularse en parte empleando una hoja distribuidora que funciona de la manera usual, esto es, quitando la solución de catalizador de las porciones lisas, no grabadas o surcadas, y dejando en éstas una delgada película de la solución. La rigidez de la hoja reguladora, el ángulo que ésta forma respecto al plano tangencial del rodillo de estampar, y el punto de contacto y la presión aplicada por el mismo al rodillo de estampar, pueden emplearse para modificar la cantidad de solución de catalizador transportada al tejido. Si el diseño del rodillo de estampar es esencialmente horizontal, la hoja reguladora o distribuidora se dispone entonces, de preferencia, sesgada con respecto al eje del rodillo de estampar, manteniéndose al propio tiempo un continuo contacto transversal con el rodillo de estampar, a todo lo largo de éste.

25 El catalizador de base fuerte, uniformemente distribuido por sobre la superficie modelada o grabada del rodillo

281219



llo de estampar, es transferido a continuación desde el mismo al tejido con el auxilio de presión, normalmente proporcionada ésta por un cilindro o rodillo de presión que acompaña al de estampar, cooperando con éste. La magnitud de presión no es crítica, con tal que el tejido esté
5 continúa y firmemente en contacto con el rodillo de estampar a todo lo ancho de éste. Ahora bien, es necesario que haya algo de presión, pues la falta o escasez de presión da lugar a que la transferencia de la solución de catalizador se haga por zonas o a parches, lo cual, a su vez,
10 es causa de desigualdades en la reticulación. Generalmente, todo lo que hace falta es una presión de sólo 0,035 kg/cm², aún cuando de ordinario se prefieren por conveniencia presiones del orden de 0,07 a 0,7 kg/cm² o mayor. Para mayor conveniencia, el rodillo de presión lleva asociado un medio de ajuste para regular la magnitud de la presión. De esta manera, la transferencia de solución de catalizador desde el rodillo de estampar al tejido puede ser
15 ajustada, por ejemplo, entre un 50% y un 100%, aproximadamente. El rodillo de presión se hace ordinariamente de un material elástico como, por ejemplo, goma de silicona, de modo que el tejido puede ser puesto en íntimo contacto con el diseño del rodillo de estampar. Si el rodillo de estampar está hecho de material elástico, el de presión
20 se hace entonces de ordinario de un material no elástico como, por ejemplo, acero inoxidable.

La proporción óptima de humedad total, inferior al margen de 35%, que ha de haber en el tejido durante la reacción de reticulación dependerá en parte de la cantidad de catalizador de base fuerte empleada. Como antes se
30

281219



ha dicho, el método empleado en esta invención para aplicar la base fuerte al tejido resulta dar unas condiciones de reacción más eficaces, de modo que puede obtenerse una apreciable elasticidad en seco a niveles de humedad que no darán apreciable elasticidad en seco cuando este catalizador se aplique pasando el tejido por la solución y quitando una parte de la humedad por secado del tejido. En general, se prefiere mantener un contenido total de humedad inferior alrededor de 25%, y más preferiblemente comprendida entre 10% y 20% aproximadamente. Para obtener un contenido total de humedad inferior a alrededor de 6 a 8%, es necesario por lo común secar el tejido en una estufa antes de aplicar la solución de catalizador. Al descender el contenido total de humedad del tejido por bajo de alrededor de 10 a 15%, el rendimiento de la reacción mejora considerablemente, y en el tejido sólo hace falta que haya presente de 0,5 a 1,5% de hidróxido metálico alcalino para lograr una apreciable elasticidad en seco del tejido; en tanto que por los procedimientos ordinarios de aplicación del catalizador de base fuerte no se obtiene a tan bajos niveles de catalizador ni siquiera una buena elasticidad en húmedo. Las relaciones óptimas de trabajo-pérdida de resistencia parecen presentarse cuando se emplean soluciones de catalizador de una concentración comprendida entre alrededor de 10% y 30%, y más preferiblemente entre alrededor de 15% y 25%.

Si así conviene, el tejido puede recibir por impregnación, durante la reacción de reticulación, unos ablandadores o suavizadores, por ejemplo, del tipo del polietileno, dispersable, para mejorar la resistencia al desgarramiento,

281219



y también pueden contener compuestos de polihidroxi, en proporción preferiblemente comprendida entre alrededor de 0,5% y 20%, y más preferiblemente entre 1% y 10%, calculada en peso del tejido seco, como los alcanoles inferiores (por ejemplo: metanol, etanol, propanol), glicoles (por ejemplo: etilenglicol, propilenglicol), glicerina, sacarosa, dextrosa, sorbitol, dextrinas, fécula; compuestos que tienden a reducir la pérdida de resistencia o tenacidad, producida por la reacción de reticulación.

5
10 El tejido que contiene el catalizador de base fuerte, humedad y el agente de reticulación, escogido, se mantiene entonces a una temperatura de hasta unos 100° C, y de preferencia entre la temperatura del local y los 60° C, aproximadamente, hasta haberse efectuado la reacción de
15 reticulación deseada. Estas temperaturas se refieren a las del ambiente en que se mantiene el material celulósico. La temperatura efectiva del material celulósico puede sobrepasar estos márgenes o límites de temperatura, debido a la naturaleza exotérmica de la reacción. De ordinario, se
20 prefiere que la temperatura del ambiente en el cual se mantiene el tejido sea de al menos 25° C, de modo que la reacción de reticulación progrese a una velocidad prudencial. Cuando la temperatura del ambiente en el cual se mantiene
25 el material celulósico está comprendida entre unos 60° C y unos 100° C, la reacción se completa esencialmente en un tiempo que oscila entre unos pocos segundos y algunos minutos. Ahora bien, por lo común se prefiere llevar a
30 cabo la reacción mientras el material celulósico se encuentra en un ambiente de una temperatura comprendida entre 20° C y 60° C aproximadamente; y en estas condiciones, par-



ticularmente si el material celulósico está apretado o comprimido, la reacción se completa en menos de unas seis horas.

5 Una vez producida la deseada reacción de reticulación, el tejido se lava luego ordinariamente de un modo completo y concienzudo para eliminar hasta el último indicio de sustancias reactivas y subproductos y es acabado de manera usual (por ejemplo, secado en tendedero). Cuando se emplean las condiciones preferidas de reacción y
10 las sustancias reactivas preferidas, el material celulósico resultante así obtenido tendrá una sobresaliente elasticidad en seco y en húmedo, lo que significa que el tejido se puede hacer pasar por el ciclo de rotación y escurrido de una lavadora automática y se puede secar luego
15 en cuerda o por volteo obteniéndose en estado de relativamente exento de arrugas. Asimismo, el tejido resistirá el manoseo y arrugamiento durante el almacenamiento y empleo. Por ejemplo, el tejido de algodón del género especial liso de doble ancho o bien del de sábanas, o para estampados, tendrá a menudo una puntuación de 4,0 ó más en
20 el ensayo normal de secado en plano, después de escurrido en giro y secado en línea o cuerda, o bien después de escurrido del mismo modo y secado por volteo. Asimismo, el tejido conservará muchas veces alrededor de un 50% o
25 más de su tenacidad de blanqueado o mercerizado.

Los ejemplos que siguen son ilustrativos de los productos y procedimientos de la invención, pero no han de considerarse limitativos de la misma.

Ejemplo I

281219



5 Se tomaron un género de estampado de 8,0 m/kg blan-
queado y mercerizado y un género espacial liso de 5,4 m/kg
y 102 cm de ancho, con un contenido de humedad de alrede-
dor de 6 a 8%, y se hicieron pasar por un aparato semejan-
te al representado en el dibujo, en el que se modificaron
el diseño del rodillo de estampado, las concentraciones
de NaOH y los porcentajes de captación del mismo. Después
10 de aplicada al tejido la solución de base fuerte, el teji-
do todavía blando y uniforme se hizo pasar inmediatamente
por sobre un rodillo aplicador que le aplicó alrededor de
10 a 15% de epiclorhidrina, calculado a base del peso del
tejido impregnado de NaOH. El tejido fué madurado luego
15 en forma de rollo liso en caja de polietileno a 55° C du-
rante toda la noche. A continuación, el tejido fué secado
y probado. Los resultados de los ensayos realizados se re-
flejan en la tabla I que sigue. Se obtuvieron resultados
esencialmente idénticos manteniendo el tejido durante to-
20 da la noche a la temperatura ambiente del local.



TABLE I

(4)

281219

ción (1) pOH H ₂ O	Rotura tracción en trama (kg)	Angulo de plegadura en seco	Indice secado en plano (3)		
			Giro	Vuelco	
-	-	20,4	-	1,0	1,0
,5	1,5	10,1	212	4,3	4,7
,2	0,8	10,1	229	5,0	4,5
,4	17,0	9,2	230	5,0	4,3
,0	0,0	10,2	242	5,0	4,9
,8	19,2	8,7	228	5,0	4,5
,0	6,0	9,0	243	5,0	4,3
,5	14,4	9,0	241	5,0	4,4
,3	1,3	11,0	209	3,5	3,5
,3	1,4	10,2	241	3,5	3,5
,1	1,1	11,3	229	3,0	3,5
,4	9,6	9,6	245	4,0	4,8
-	-	29,5	-	1,0	1,0
,0	10,0	11,0	219	5,0	4,0
,4	21,5	11,1	235	4,7	3,7
,5	11,4	11,3	237	5,0	4,2
,5	18,0	12,0	234	4,8	3,6
,0	12,0	11,8	243	5,0	4,3
,6	14,7	13,4	191	5,0	4,3
,5	14,7	13,4	191	5,0	4,3
,9	15,4	13,0	185	5,0	4,3
,5	19,8	13,0	192	5,0	4,0
,2	12,5	12,9	139	5,0	4,3
,0	15,4	15,2	157	4,2	3,9
,3	20,2	14,4	170	4,7	3,9
,1	10,0	15,9	172	4,7	3,9
,5	20,5	14,7	155	4,7	3,9
,5	13,5	14,7	175	4,0	3,9

	Medido y n.º de muestra:	Diseño de rodillo	Concentra- ción NaOH, %	% de capt. Solución "
5	Estampado 80x80			
	1 id id	f	50	3
	2 id id	f	20	11,0
	3 id id	g	20	22,0
10	4 id id	f	20	10
	5 id id	g	20	24
	6 id id	f	20	10
	7 id id	g	20	10
	8 id id	a	50	2,5
15	9 id id	e	50	2,0
	10 id id	e	50	2,2
	11 id id	a	10	16
	Género anelo 135x54			
	12 id id	a	20	20,0
20	13 id id	b	20	27,0
	14 id id	c	20	10,0
	15 id id	d	20	22,5
	16 id id	e	20	15,0
	17 id id	a	15	17,3
25	18 id id	a	15	17,3
	19 id id	c	15	19,3
	20 id id	d	15	23,3
	21 id id	e	15	14,7
	22 id id	a	10	18,2
30	23 id id	b	10	20,0
	24 id id	c	10	20,9
	25 id id	d	10	25,0
	26 id id	e	10	15,0



Diseños de rodillo:

- 5 a- cuadrícula finísima de trazo interrumpido 0,8 x 0,8 mm (no visible cuando el NaOH contiene colorante)
- b- líneas finas 0,8 x 0,8 mm en rombo (diseño de estampado visible)
- 10 c- líneas 2,1 x 2,1 mm en estrella pequeña (diseño estampado visible)
- d- cuadrícula pequeña de trazo interrumpido 2,1 x 2,1 - 0,5 mm (diseño estampado visible)
- e- cuadrícula fina de bandas interrumpidas 2,5 x 2,5 - 1,3 mm (ligero diseño visible)
- 15 f- rayado cruzado finísimo (sin diseño visible)
- g- rayado cruzado basto (diseño estampado visible)

- 1) Calculada en peso de tejido acondicionado inicial.
- 20 2) ASTM, designación 1295-53T
- 3) Ensayo de la AATCC, designación T-88-1958

Ejemplo II

25 Se siguió el procedimiento del ejemplo I, empleando hidróxido potásico acuoso de distintas concentraciones y con diversas captaciones, como catalizador de reticulación. Los resultados de estos ensayos se reflejan en la tabla II que sigue:

30

281219

TABLA II



Tejido y nº de mues- tra:	Diseño de rodillo	Concentra- ción KOH, %	% de captación (I)		
			Solución KOH (4)	H ₂ O	
5	Estampado 80x80	-	-	-	-
	1 id id	f	27,5	11,5	2,2 8,4
	2 id id	g	id	22,5	4,4 16,3
	3 id id	f	id	9,0	1,9 6,3
10	4 id id	g	id	21,0	4,1 15,2
	5 id id	h	35	10,0	2,5 6,5
	6 id id	g	id	21,0	5,2 13,6
	7 id id	h	id	12,0	3,0 7,8

15

Tejido y nº de muestra:	Rotura a tracción en trama (kg)	Angulo de plegadura en seco (2)	Indice de secado en plano (3)	
			Giro	Vuelco
20	Estampado 80x80	22,7	-	1,0 1,0
	1 id id	10,4	190	5,0 4,3
	2 id id	8,85	198	5,0 3,6
	3 id id	10,2	176	4,9 3,6
	4 id id	9,4	191	5,0 3,3
	5 id id	9,54	223	5,0 4,8
25	6 id id	9,32	202	5,0 4,1
	7 id id	9,85	219	5,0 4,2

1) Calculada en peso del tejido inicial acondicionado.

30

2) ASTM, designación 1295-53T



- 3) Ensayo de la AATCC, designación T-88-1958
- 4) Captación calculada como cantidad de NaOH equivalente.

5

Ejemplo III

El procedimiento del ejemplo I puede ser empleado para reticular con sulfona divinílica, poniendo la sulfona divinílica o, de preferencia, una solución al 1%-50% de la misma en, por ejemplo, butanol terciario o isopropanol, de modo que quede aplicada en cantidades limitadas, evitándose así una excesiva reacción y tendencia a ponerse quebradizo el tejido, en el lugar de la epiclorhidrina del depósito, utilizada en unión del rodillo aplicador.

15

De igual modo, puede sustituirse la epiclorhidrina por 1,3 ó 2,3-dicloropropanol o una solución del mismo en un disolvente orgánico adecuado. En esta situación, al tejido hay que aplicarle al menos dos equivalentes molares de catalizador básico por cada mol de dicloropropanol aplicado.

20

Ejemplo IV

25

Un género ancho de algodón de 136x64 es uniformemente impregnado con una solución al 14% de sulfóxido de bis-(sodio β -sulfatoetilo), a una captación de alrededor de 60%, por el procedimiento de empapararlo y pasarlo por unos rodillos de estrujar. El tejido se hace pasar luego por una estufa de secado, en un tendedero, y se seca a un contenido aproximado de humedad de 5% a 8%. El tejido se-

30

281219



co se hace pasar luego por la zona de presión existente entre un rodillo de estampar de acero inoxidable con dibujo y un rodillo de presión de caucho, teniendo el rodillo de estampar una superficie rayada y en cruzado, cuyos surcos tienen alrededor de 0,025 mm de profundidad y están separados a unos 4 por centímetro en ambas direcciones de cruce. El rodillo de estampar está dispuesto en combinación con un depósito que contiene 10% de solución acuosa de NaOH, de modo que el rodillo de estampar transfiere la solución al tejido después de quitada con la hoja reguladora esencialmente todo excepto lo que queda retenido en el diseño de rayado cruzado. Las presiones tanto del rodillo de presión como de la hoja reguladora se ajustan de modo que se obtiene una captación de 17% de la solución acuosa de NaOH, calculada a base del peso de tejido seco, obteniéndose así alrededor de un 3% de captación de NaOH y un 14% de captación de agua. El tejido se mantiene en forma de rollo liso durante 3 horas, y luego se lava concienzudamente. El tejido así reticulado tiene una excelente elasticidad en húmedo y en seco, y muy buenas propiedades de secado en plano.

Para modificar el grado o magnitud de la reticulación, se puede hacer variar la concentración de la solución de sulfóxido entre 10% y 35% aproximadamente. La concentración de NaOH y la captación de la misma han de ajustarse de modo que al tejido le resulten aplicados alrededor de 2 ó más equivalentes molares, calculados a base del sulfóxido presente en el tejido.

Se obtienen sensiblemente los mismo resultados sustituyendo el compuesto de sulfóxido por bis-(sodio β -sulfa-



toetil)sulfona, en el procedimiento arriba indicado. Debido a la rapidez de la reacción, sólo se necesita un tiempo de residencia de unos pocos minutos o menos antes de lavar el tejido para eliminar los subproductos de reacción y todo reactivo residual. De igual modo, y conforme al mismo procedimiento, pueden emplearse como agentes de reticulación los correspondientes bis-tiosulfato, sulfato potásico, sulfato amónico y haluros amónicos cuaternarios como, por ejemplo, cloruro de piridinio, cloruro de picolinio, así como los compuestos de isoquinolinio.

Ejemplo V

Un género de algodón para sábanas que contiene el 6-7% usual de humedad es uniformemente empapado con una solución al 15% de NaOH en una mezcla por partes iguales de metanol y agua hasta obtener un 55% de captación de la misma, dando así un 8,3% de NaOH calculado a base del peso del tejido inicial, o de 8,8% calculado a base del tejido absolutamente seco. El tejido mojado se seca hasta volatilizar el 84% de la solución aplicada, obteniéndose así un tejido que contiene alrededor de un 6% de humedad total y de un 7,7% de NaOH, calculados sobre el peso total del tejido seco. A continuación se aplica por medio de un rodillo una solución al 25% de dicloropropanol (de 90% de pureza) en metanol, con un 59% de captación, calculada sobre el peso del tejido seco. El tejido es mantenido en rollo liso con caja de polietileno, en una estufa a 55° C, durante unas 16 horas, y luego es bien lavado y probado. El tejido así tratado tendrá una resistencia residual a la



tracción de unos 15,4 kg en la trama, y recibirá una puntuación de secado en plano de 4,2 a giro y 4,7 a volteo.

Ejemplo VI

5

Un género de algodón para sábanas acondicionado a alrededor de un 6% de contenido de humedad es uniformemente impregnado con NaOH acuoso al 15% que contiene en dispersión alrededor de 0,5% de almidón a una captación del 58%. El tejido es secado a continuación, para volatilizar el 80% de la solución cáustica. El tejido seco, pues, contiene aproximadamente un 3% de humedad total, 8% de NaOH y alrededor de 0,3% de almidón, calculado sobre el peso total del tejido en seco.

15

Al tejido seco se le aplica, por medio de un rodillo, una mezcla por partes iguales de dicloropropanol (de 90% de pureza) y metanol, con una captación de 39%. El tejido es luego caldeado a 55° C durante 20 horas, en forma de rollo liso en caja de polietileno, concienzudamente lavado y luego probado. El tejido así tratado tendrá aproximadamente un índice de secado en plano de 4,0 a giro y 3,7 a volteo.

20

Ejemplo VII

25

Un género de algodón para sábanas, que contiene alrededor de 6% de humedad, es uniformemente impregnado con NaOH acuoso al 10%, con una captación de 60%. El tejido es secado a una ganancia de peso de 14,4%, calculada a base del tejido inicial. El tejido, pues, contiene alrededor

30

281219



de 13% de humedad total y 6% de NaOH, calculados sobre el peso total del tejido secado.

Por medio de un rodillo se le aplica al tejido seco un 16% de epíclorhidrina, calculado sobre el peso del tejido seco, y a continuación se le mantiene en forma de rollo liso en caja de polietileno durante 16 horas a 55° C, siendo luego lavado y ensayado. El tejido así tratado recibirá una puntuación aproximada de secado en plano de 4,6 a giro y 4,0 a volteo.

10

Ejemplo VIII

Se sigue el procedimiento del ejemplo VII, empleando NaOH acuoso al 7,5% con alrededor de 70% de captación y secando a una ganancia de peso de 17%, calculada sobre el tejido inicial, para tener un 15% de humedad total y 4,5% de NaOH, calculados a base del peso total del tejido secado. Por medio de un rodillo se le aplica al tejido secado un 8% de epíclorhidrina, calculado sobre el peso de dicho tejido seco, y a continuación se le tiene en forma de rollo liso en caja de polietileno madurando durante 16 horas a 55° C, siendo luego lavado y probado. El tejido así tratado recibirá una puntuación aproximada de secado en plano de 4,0 a giro y 3,0 a volteo.

25

Ejemplo IX

Se sigue el procedimiento del ejemplo VII con una captación de 69% de solución de NaOH al 7,5% y una ganancia residual en peso de 13% después de secar, lo que da

30

281219



un tejido con un contenido total de humedad de 12% y un
4,5% de NaOH, calculados sobre el peso total de tejido se-
cado. A éste se le aplica un 3% de epíclorhidrina, calcu-
lado sobre el peso del tejido secado, y a continuación se
5 le madura como en el ejemplo VII. El tejido así obtenido
recibirá una puntuación de secado en plano de alrededor de
5,0 a giro y 3,8 a volteo.

Ejemplo X

10 Se sigue el procedimiento del ejemplo IX con una
captación aproximada de 65% de solución de NaOH al 5%, y
se le seca hasta tener una ganancia en peso insignifican-
te después del secado, con lo que se obtiene un tejido que
15 contiene alrededor de 3% de NaOH y de un 3% de humedad to-
tal, calculados sobre el peso total del tejido secado. Se
capta esencialmente la misma cantidad de epíclorhidrina.
El tejido tratado obtendrá una puntuación aproximada de se-
cado en plano de 4,8 a giro y 3,3 a volteo.

Ejemplo XI

20 Un tejido de algodón normal de estampados de 80x80
es uniformemente empapado con una solución acuosa al 5% de
25 NaOH, a una captación aproximada de 80% de la misma. A con-
tinuación, el tejido es secado a un 10% de humedad total,
aproximadamente, sobre unas latas de secar caldeadas con
vapor de agua a alrededor de $1,2 \text{ kg/cm}^2$ de presión, obte-
niéndose así un tejido que lleva uniformemente distribuí-
do alrededor de un 10% de humedad total y de un 3,8% de
30

281219



NaOH, calculados sobre el peso total del tejido. Al tejido seco se le aplica uniformemente alrededor de 15% de epiclorhidrina para obtener un gran exceso molar de la misma, calculado a base del NaOH. El tejido se deja madurar toda la noche a 55° C, en forma de rollo en caja de polietileno, y luego se lava y ensaya. El tejido recibirá una puntuación aproximada de secado en plano de 5,0 a giro y 4,8 a volteo.

Poniendo solución al 6% de NaOH en lugar de al 5%, lo que da alrededor de 4,5% de NaOH en el tejido, calculado a base del peso total del tejido seco, obtienen para el tejido esencialmente los mismos índices de secado en plano, a giro y a volteo.

Ejemplo XII

Se sigue el procedimiento del ejemplo XI, excepto en que el tejido inicial contiene en dispersión uniforme un 6% de polietileno (Moropol 700) como ablandador. El tejido tratado con NaOH acuoso al 5% y secado recibirá una puntuación aproximada de secado en plano de 5,0 a giro y 4,5 a volteo.

Un tejido tratado del mismo modo con NaOH acuoso al 4% o al 6% dará también, aproximadamente, los mismos índices de secado en plano a giro y a volteo.

Ejemplo XIII

Un género de algodón ancho de 136x64 es uniformemente impregnado con NaOH acuoso al 4,5% con una captación

281219



5 ción aproximada del 70%. El tejido es secado a todo lo
ancho en un tendero, a un 3% aproximado de humedad total,
obteniéndose así para el tejido un contenido de alrededor
de 3% de NaOH, calculados ambos porcentajes sobre el pe-
so total del tejido seco. Al tejido secado se le aplica
uniformemente alrededor de 8 a 12% de epíclorhidrina, y
se deja el tejido toda la noche a unos 35° C, en forma de
rollo liso en caja de polietileno, siendo luego el tejido
lavado, ablandado con polietileno, y ensayado. El tejido
10 recibirá una puntuación aproximada de secado en plano de
4,7 a giro y 5,0 a volteo.

El tejido secado a alrededor de 5% de humedad to-
tal dará aproximadamente los mismos índices de secado en
plano. El tejido secado a alrededor del 10% de humedad to-
15 tal dará aproximadamente 4,9 x 4,7, y el tejido secado a
15% de humedad total dará aproximadamente 5,0 x 3,7.

Ejemplo XIV

20 Se sigue el procedimiento del ejemplo XIII con per-
cal de sábanas del n°. 100. El tejido secado a un 5% de hu-
medad total dará aproximadamente 4,1 x 4,5. El tejido seca-
do a alrededor de 10% de humedad total dará aproximadamen-
te 4,3 x 4,2, y el tejido secado a 15% de humedad total da-
25 rá aproximadamente 6,4 x 3,4, de índices de secado en plano.

Esta solicitud, que corresponde a las presentadas en
E.U.A. el 16 de Octubre de 1961, bajo el número 145.439 y
el 16 de Octubre de 1.961 bajo el número 145.238, se aco-
ge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto
30 sobre Propiedad Industrial.



281219

NOTA

Los puntos de invención propia y nueva, que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTIUNO años, son los siguientes:

1.- Un procedimiento para reticular los grupos hidróxilo libres de un tejido celulósico hidratado con un agente de reticulación catalizado por una base energética para comunicarle resistencia en estado húmedo, caracterizado por la mejora que comprende limitar la humedad presente durante la reacción de reticulación hasta un valor por debajo de 35%, de manera que se comuniquen al tejido buena elasticidad en seco y también elasticidad en húmedo.

2.- Un procedimiento según el punto 1, en el cual el catalizador de base energética se aplica al tejido uniformemente en forma de solución acuosa por el método de transferencia con presión desde la superficie provista de dibujos de un rodillo de estampación.

3.- Un procedimiento según cualquiera de los puntos 1 ó 2, en el cual el tejido tiene de 1 a 15% de humedad total y de 0,25 a $(4R + 2)\%$ de base energética, calculada como NaOH, donde R es el número de grupos reactivos consumidores de base presentes en el agente de reticulación, que es epíclorhidrina o un compuesto que se convierte en epíclorhidrina en presencia de una base energética y el tejido se mantiene en la configuración deseada mientras está impregnado con la humedad, la base energética y el agente de reticulación, hasta una temperatura de hasta unos

281219



100° C, hasta que haya tenido lugar la reacción de reticulación deseada.

5 4.- Un procedimiento según cualquiera de los puntos 1 a 3, en el cual el agente de reticulación es epíclorhidrina.

5.- Un procedimiento según cualquiera de los puntos 1 a 4, en el cual el agente de reticulación es aplicado al tejido después de la solución de catalizador de base energética.

10 6.- Un procedimiento según cualquiera de los puntos 1 a 5, en el cual la base energética es un hidróxido de metal alcalino.

7.- Un procedimiento según cualquiera de los puntos 1 a 5, en el cual el tejido celulósico es de algodón.

15 8.- Un procedimiento según cualquiera de los puntos 2 a 7, en el cual el dibujo del rodillo de estampación tiene partes atacadas químicamente a una profundidad de aproximadamente 0,0125 a 0,125 mm. en la superficie del rodillo de estampación, separadas por partes no atacadas que no tienen una anchura mayor de unos 2,5 mm cada una.

20 9.- Un procedimiento según cualquiera de los puntos 6 a 7, en el cual la solución de hidróxido de metal alcalino tiene una concentración entre 5 y 50%, aproximadamente.

25 10.- Un procedimiento según cualquiera de los puntos 1 y 3 a 9, en el cual la solución de hidróxido de metal alcalino tiene una concentración entre 10 y 25%, aproximadamente, y se aplica en una cantidad tal que el tejido contiene entre 1 y 4%, aproximadamente, de hidróxido de metal alcalino y menos de aproximadamente 25% de hume-

30



281219

dad total.

5 11.- Un procedimiento según cualquiera de los puntos 2 a 10, en el cual las partes no atacadas del rodillo de estampación tienen cada una un área no mayor de unos 0,32 cm².

12.- Un procedimiento según cualquiera de los puntos 1 a 11, en el cual el material tiene, uniformemente distribuida en él, hasta 15% de humedad total.

10 13.- Un procedimiento según cualquiera de los puntos 1 a 12, en el cual la reacción se conduce a entre, aproximadamente la temperatura ambiente y, aproximadamente, 60° C.

15 14.- Un procedimiento según cualquiera de los puntos 1 a 13, en el cual el contenido total de humedad del tejido durante la reacción de reticulación está entre 3 y 12, aproximadamente.

20 15.- Un procedimiento según cualquiera de los puntos 1 a 14, en el cual se aplica al tejido más de aproximadamente 30% de humedad total; el tejido es secado a un contenido de humedad total de entre 1 y 15%; se aplica luego el agente de reticulación al tejido; y el tejido que contiene la humedad residual, la base energética y el agente de reticulación se mantiene en estado liso a una temperatura de hasta unos 60° C hasta que haya tenido lugar la reacción de reticulación deseada.

25

16.- Un procedimiento para reticular los grupos hidróxilo libres de un tejido celulósico hidratado.

30 Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en el dibujo que se acompaña y para los fines que se han especificado.



281219

Esta Memoria consta de treinta y seis hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

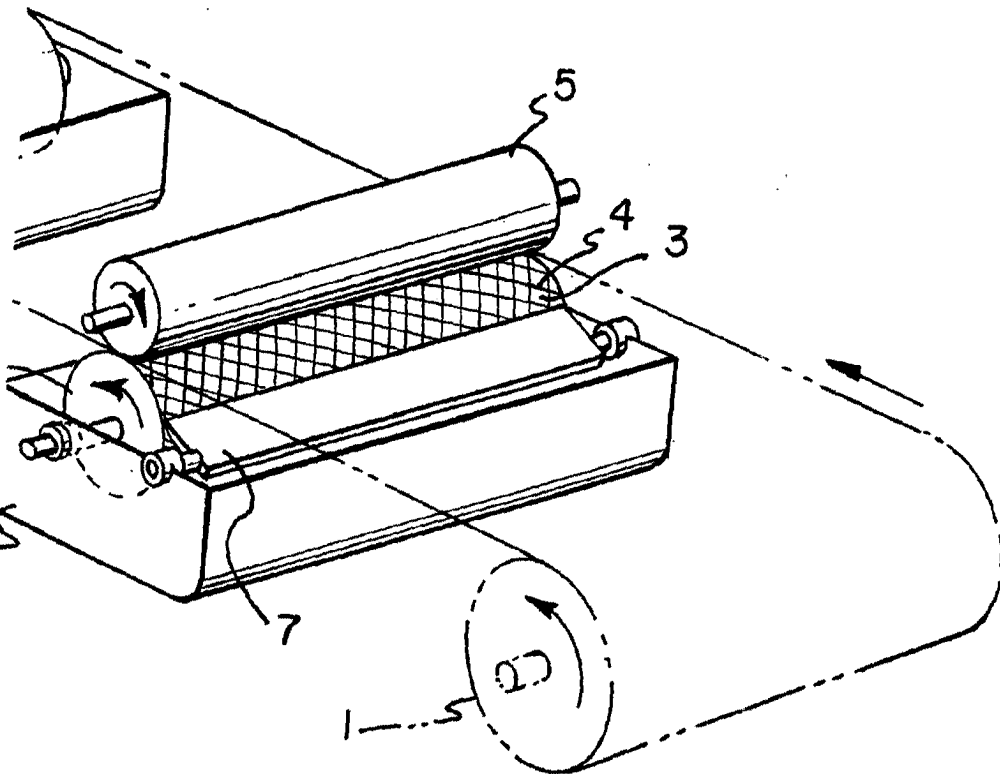
14 ENF 1062

P. A.

Alberto de Elizaburu
Por Poder



281219



Escrito de Eindhoven
Jan 1890
[Handwritten signature]

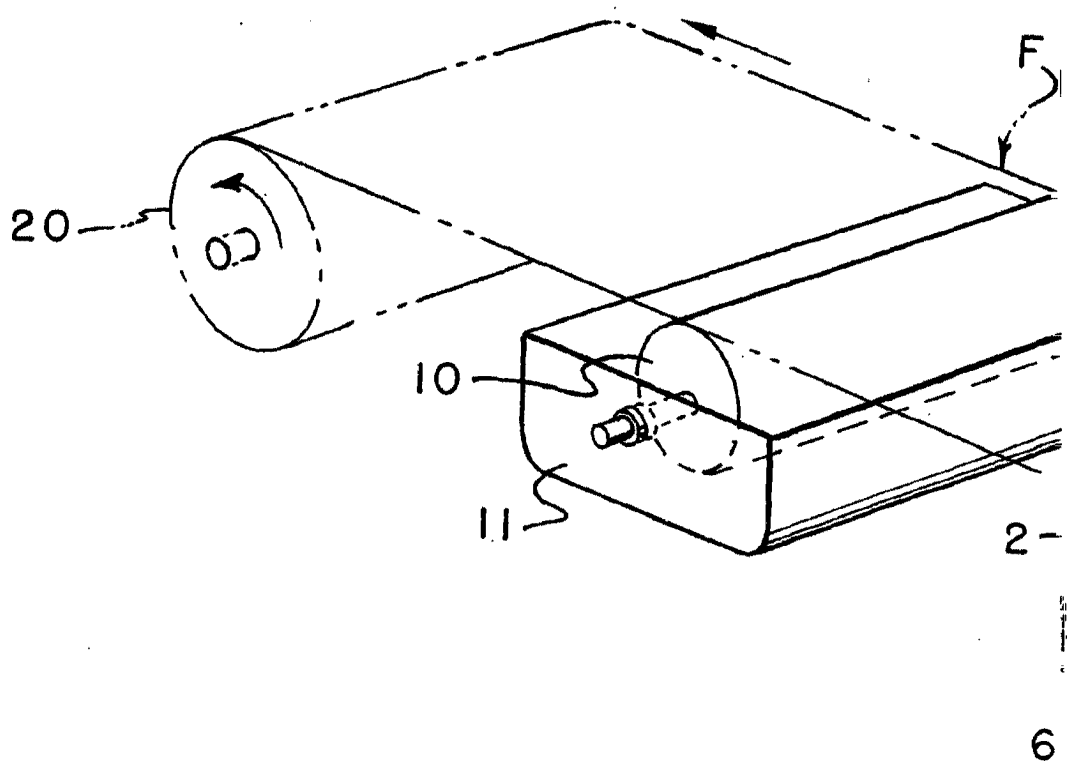


FIG. -1-