

IV.



326738

P A T E N T E D E I N V E N C I Ó N
=====

a favor de

RADUNER & CO., A.-G. - de nacionalidad suiza - domiciliada en
HORN (Thurgau, Suiza),

por :

"Procedimiento para obtener un material textil celulósico resistente
a las arrugas y con resistencia al roce mejorada".

-----:oOo:-----

M e m o r i a d e s c r i p t i v a

El presente invento se refiere a materiales de celulosa in-
arrugables y con resistencia mejorada al roce, y a un procedimiento
para producirlos. Más concretamente, este invento concierne a mate-
riales celulósicos textiles perfeccionados y a un procedimiento para



su producción, por el cual muestran un grado de cohesión molecular mayor en el interior de las fibras de celulosa que en las porciones periféricas de las mismas.

5 Modernas técnicas de acabado que, al aumentar la cohesión intermolecular, especialmente por reticulación ó enlace transversal ó cruzado, comunican a los géneros que contienen fibras celulósicas propiedades tales como la recuperación de los pliegues ó dobleces en seco y/ó en húmedo, resistencia al lavado y al desgaste, estabilidad dimensional, pliegues ó dobleces estables al lavado, acabados permanentes, etc., aparte de disminuir la resistencia a la tracción y la merma de la resistencia al desgarro y a la propagación de éste, adolecen del grave inconveniente de reducir la resistencia al roce.

10

Se han hecho tentativas para evitar la merma de la resistencia al roce añadiendo suavizantes y otros agentes, empleando combinaciones especiales de productos de acabado, tratando ulteriormente con agentes de esponjamiento ó hinchamiento, ó variando las condiciones de reacción durante la formación de enlaces transversales; pero en la práctica, estos métodos no han proporcionado un aumento apreciable de la resistencia del material al desgaste, ó han influido de modo tan

15

20

adverso en otras propiedades ventajosas, que el efecto perseguido de acabado se ha perdido ó dejado de conseguir.

Se ha propuesto efectuar el enlace transversal en los tejidos por el anverso ó el reverso únicamente, y prescindir del mismo en el otro lado (véase, por ejemplo, la patente francesa 1.343.029).

25 Esto puede hacerse, por ej., aplicando agentes de enlace transversal ó reticulante, catalizadores positivos ó negativos, mediante métodos de revestimiento por detrás ó por delante, empleando espesantes para evitar que calen al otro lado, ó calentando durante el secado ó la induración sólo desde una cara del tejido. Como los hilos se

30

entrecruzan y ondulan, se obtienen efectos de enlace transversal por



segmentos, es decir, fibras e hilos aislados a lo largo de cuyos ejes alternan segmentos con enlaces cruzados y segmentos sin enlaces cruzados. Esto se puede demostrar prácticamente por medio de técnicas de tincura. Puede haber segmentación aunque un tejido se trate por
5 delante y por detrás de acuerdo con las técnicas conocidas antes citadas.

Tales procedimientos de enlace transversal con efecto segmentario se han propuesto suponiendo que las mermas de resistencia al roce a causa de dicho enlace se pueden reducir alternando segmentos de
10 enlaces cruzados con otros sin enlaces cruzados a lo largo del eje de fibras e hilos. Los tejidos resultantes de estos métodos propuestos han de presentar así diferencias muy notables entre segmentos de fibra y de hilo y entre anverso y reverso en cuanto al grado de enlace transversal, si quieren lograrse ventajas apreciables de resistencia
15 al roce. En la patente francesa 1.343.029 mencionada, se afirmaba explícitamente que el lado de propiedades mecánicas mejores ha de mantenerse virtualmente inalterado por el enlace transversal.

Cuando se producen tejidos muy diferentes en el grado de enlace transversal entre el anverso y el reverso, en condiciones de tejeduría, surgen dificultades muy grandes. Es muy difícil (e imposible
20 en caso de tejidos ligeros y delgados) regular exactamente y duplicar la penetración de los agentes aplicados sólo por un lado, de modo que el enlace transversal no sea insuficiente (sin efectos satisfactorios de acabado) ni excesivo (sin mejora de las propiedades mecánicas).

Las técnicas de revestimiento por delante ó por detrás hacen
25 necesario el empleo de soluciones muy espesadas para regular la penetración de la pasta. Los espesantes utilizados a grandes concentraciones producen efectos secundarios perjudiciales, en particular gran rigidez y tacto áspero inadecuado. Las operaciones de corte,
30 en el caso de tejidos con enlace transversal sólo por una cara, son



más complicadas, pues una prenda determinada tiene que presentarse siempre por el lado del enlace transversal ó por el otro, ya que ambos lados difieren en cuanto a absorción de suciedad, brillo óptico, afinidad a los colorantes, y manchas durante el lavado. Tambien se
5 ha comprobado que las caras con enlace transversal y sin éste, despues de lavados repetidos y ya desgastadas, presentan aspecto ó tacto diferentes, lo cual puede suscitar asimismo dificultades.

Un objeto de este invento es una fibra celulósica impregnada con un compuesto capaz de formar enlaces intermoleculares entre gru-
10 pos hidroxilo celulósicos, con lo que dicha fibra presenta un más alto grado de cohesión intermolecular sustancialmente uniforme entre los citados grupos hidroxilo, en las zonas internas del diámetro de la fibra impregnada, por toda su longitud, que en las porciones periféricas de la misma.

Otro objeto del invento es un procedimiento para aumentar la
15 cohesión intermolecular de las fibras celulósicas de los materiales textiles, con preferencia hasta un grado que haga dichas fibras celulósicas insolubles en cuproamonio, con propiedades mejoradas, especialmente con mayor resistencia al roce. Este procedimiento se ca-
20 racteriza por la aplicación de agentes de enlace transversal ó reticulantes capaces de aumentar la cohesión intermolecular de la celulosa, y catalizadores de dicho enlace en el material textil, despues de lo cual, a lo sumo durante la fijación al lavado de dicho agente de
25 enlace transversal en las fibras celulósicas, la relación molar entre los tres componentes que participan en la reacción de enlace transversal : a) grupos hidroxilo disponibles para el enlace transversal; b) agente de dicho enlace, y c) catalizador eficaz del mismo, cambia de tal modo que la relación entre los grupos hidroxilo disponibles para el enlace cruzado y al menos uno de los otros componentes sea
30 mayor en las porciones periféricas de las fibras celulósicas indivi-



5 duales, y, si se quiere, de los hilos, que en la parte central ó núcleo respectivo; y seguidamente, el agente de enlace transversal ó de reticulación se hace estable al lavado, aumentado así la cohesión intermolecular de las fibras celulósicas, con preferencia hasta hacerlas insolubles en cuproamonio.

Los expertos en la materia apreciarán fácilmente otros objetos del invento por la descripción siguiente del mismo y las reivindicaciones.

10 Según este procedimiento, se produce un tejido inarrugable de dimensiones estabilizadas, que contiene material celulósico, con resistencia mayor al roce, y que comprende hilos de fibras celulósicas impregnadas de un compuesto capaz de formar enlaces intermoleculares entre grupos hidroxilo de la celulosa, en el que dichas fibras muestran un grado de cohesión intermolecular entre dichos grupos hidroxilo en las zonas internas del diámetro de la fibra, por toda la longitud de los hilos y fibras, casi uniformemente mayor que en las periféricas superficiales ó junto a ellas. De este modo, disminuye el grado medio de cohesión intermolecular ó de reticulación desde el núcleo central de cada fibra a su periferia. Esta distinción se puede mostrar cualitativamente con claridad mediante microfotografía de fibras teñidas. Por este método, es posible diferenciar visualmente zonas muy reticuladas de fibras e hilos de otras menos reticuladas ó sin enlace transversal en absoluto.

25 Se entiende por segmentación la presencia en hilos individuales de zonas en las que todas las fibras componentes ó varias tienen un grado de reticulación ó enlace transversal muy diferente del de otras zonas del mismo hilo a lo largo de su eje, y/ó de fibras individuales en las que el grado de reticulación es muy diferente en unas zonas que en otras, a lo largo de su eje. Es decir, que un hilo y/ó 30 fibra presenta zonas muy reticuladas junto a otras poco ó nada reti-

326738



ouladas en el sentido de su longitud, y estos segmentos alternan más
ó menos regularmente a intervalos comparables usualmente, pero no
siempre, a la distancia entre los cruces ó intersecciones de los hi-
los. Tales segmentos comprenden siempre varias fibras, ó sea que
5 zonas más ó menos reticuladas coinciden en varias de las fibras que
componen el hilo segmentado. Si esa segmentación ocurre en fibras
individuales, no guarda relación ni depende de la distribución de las
partes cristalinas y amorfas microscópicamente pequeñas de las fibras
celulósicas, ó sea de la estructura fibrosa. Se entiende por dis-
10 tribución asimétrica de enlaces transversales ó cruces en el diáme-
tro de hilos y fibras, que hay un número de ellas bastante mayor en
algunas partes, fuera del núcleo, que en otras; esto tampoco se re-
laciona virtualmente con la estructura de las fibras.

Se entiende por distribución sustancialmente uniforme ó si-
15 métrica de los enlaces cruzados la distribución de estos enlaces re-
cientes esencialmente por igual a lo largo del eje de las fibras y/ó
de los hilos, ó con simetría radial respecto a la sección transver-
sal de un hilo de fibras, en el sentido de que el grado de reticula-
ción en partes de fibras de cristalinidad (y por ello de accesibili-
20 dad) similar es sustancialmente uniforme ó radialmente simétrica, ó
sea que no varía en grado apreciable a lo largo del eje de las fi-
bras individuales ("uniforme"), ó entre una parte de la sección trans-
versal fuera del núcleo y otra ("simétrica"), con excepción de dife-
rencias de cruce debidas a la estructura fibrosa y existentes en to-
25 das las fibras celulósicas reticuladas ó de enlaces cruzados.

En hilos ó fibras segmentadas, ó con reticulación asimétrica,
teñidas, como se describe más adelante, con colorantes más bien fija-
dos en partes relativamente no reticuladas de fibras celulósicas, se
obtienen matices distintos muy definidos entre segmentos de diferen-
30 te grado de reticulación, ó sea a lo largo del eje de los hilos y/ó



5 fibras, ó en las secciones transversales de los hilos (fibras de tono más subido en un sector que en otro); mientras que en los materiales textiles conforme al presente invento no se aprecian grandes diferencias de tonalidad a lo largo de los hilos ó fibras, y en la sección transversal de fibras individuales se nota sobre todo un matiz bastante más subido en sus porciones periféricas.

Las figuras anexas son ilustraciones esquemáticas destinadas a hacer más comprensible el invento. Así como en los procedimientos ya conocidos sólo se reticulaba una cara del tejido (figura 1a), y
10 la otra no se modificaba (figura 1b), con lo que en los hilos (a lo largo del eje) alternaban segmentos reticulados (figura 2a) con otros sin reticular (figura 2b), igual que en las fibras individuales (figura 2c), y los hilos a través de su diámetro (vistos en su sección transversal) constaba de una parte compuesta solamente de fibras reticuladas (figura 2c) y otra parte solamente de fibras no reticuladas, y el resto de fibras de ambas clases en distribución asimétrica, en el presente procedimiento son fundamentalmente distintas la disposición y la distribución. Aquí, los hilos presentan en toda su longitud una reticulación ó enlace cruzado sustancialmente uniforme, y radialmente simétrico en toda la sección transversal (figura 3), y lo mismo sucede con las fibras individuales (figura 4), las cuales consisten en porciones anulares periféricas con un bajo grado de reticulación (figuras 3a, 4a) y un núcleo muy reticulado (figuras 3b, 4b). Por la flexibilidad del presente procedimiento, es posible obtener, eligiendo bien las condiciones de tratamiento, una reticulación del núcleo del hilo además de la del núcleo de la fibra, es decir, que el grado medio de reticulación de las fibras individuales de celulosa aumenta de la periferia al núcleo del hilo (figura 5), donde las fibras situadas junto a la superficie (figura 5c) y las
25 próximas al núcleo (figura 5d) muestra enlace transversal del núcleo
30



de las fibras, si bien las primeras muestran porciones anulares pe-
riféricas de celulosa poco ó nada reticuladas (figura 5a) más amplias
que las situadas cerca del centro del hilo; en ambos casos, esas por-
ciones periféricas encierran un núcleo fuertemente reticulado (figu-
5 ra 5b).

Pueden emplearse colorante tales como azul fijo de cloranti-
na 2 RLL (índice de colores : azul directo 80), de CIBA Ltd., de Ba-
silea, para determinar las diferencias del grado de cohesión intermo-
lecular, por ejemplo, poniendo en contacto unos treinta minutos, a
10 80 °C, una muestra de 30 g con una solución que contenga 0,5 g/litro
de colorante y 10 g/litro de sulfato de sodio, enjuagando el mate-
rial en caliente y en frío, y secándolo para obtener los resultados
expuestos.

Ninguna de las teorías formuladas hasta ahora y antes mencio-
15 nadas, podría haber sugerido ó previsto que un material textil com-
puesto uniformemente de fibras de núcleo reticulado presentara pro-
piedades mecánicas mejores, tales como mayor resistencia al roce, que
un material textil tratado del modo usual con un rendimiento prácti-
camente igual (particularmente respecto a la resistencia al lavado y
20 al desgaste); pues en el presente procedimiento, fibras e hilos se
cruzan uniformemente en toda su longitud, donde por ello se han so-
metido a la merma de extensibilidad que, según anteriores teorías,
era lo que reducía la resistencia al roce.

Se ha comprobado que el material textil tratado conforme al
25 invento muestra mayor resistencia no sólo al roce, sino también a la
tracción y al desgarró, que otro igual tratado con un baño del mismo
reticulante, a concentración y en condiciones idénticas, pero sin re-
ticulación en el núcleo. Además, puede ofrecer ventajas en otros as-
pectos, como mancharse menos y tener mejor tacto y más suavidad; y
30 (en contraste con géneros textiles reticulados por el haz ó el revés),



se presta al corte y a la confección de prendas sin dificultades, por procedimientos corrientes.

El procedimiento conforme al presente invento es tan flexible, que permite cambiar entre la reticulación del núcleo de las fibras (porciones periféricas de cada fibra menos reticuladas que el núcleo) y la reticulación del núcleo de los hilos (aumento del grado medio de reticulación de las fibras simples desde la periferia al núcleo a lo largo del diámetro ó en la sección transversal de los hilos, donde al menos varias fibras individuales tienen reticulado el núcleo). Así, por ejemplo, se puede obtener un material en el que el grado medio de reticulación de las fibras individuales es virtualmente el mismo en toda la sección transversal de los hilos, con las distintas fibras reticuladas en el núcleo; ó bien (variando las condiciones técnicas), producir la reticulación de las fibras y del hilo al mismo tiempo, ó sea una disminución del grado medio de reticulación desde la periferia del hilo y de las distintas fibras hacia el centro. Además, es posible variar (también eligiendo condiciones técnicas adecuadas) la diferencia entre el grado de reticulación de las porciones periféricas y del núcleo de las fibras individuales, en particular el espesor de la porción anular periférica con escasa ó nula reticulación.

El procedimiento conforme al invento se puede aplicar a una gran variedad de reticulantes y de operaciones de acabado. Sirve para variar el equilibrio entre la recuperación de los pliegues ó dobleces del material tratado en seco y en húmedo, mejorando sus propiedades mecánicas, como resistencia al roce.

La expresión "cambiar ó variar la relación molecular entre los grupos hidroxilo, reticulantes y catalizadores" significa que la relación molecular entre los tres componentes reactivos: a) grupos hidroxilo disponibles; b) reticulante ó agente de cruce, y c) catalizador eficaz, varía de modo que la relación entre los grupos



hidroxilo y el reticulante y/ó el catalizador es mayor en la superficie de las fibras que en su interior. Obteniendo esta relación, se consigue mayor cohesión intermolecular en el interior de las distintas fibras que hacia su periferia superficial, por ser la reticulación más intensa entre los grupos hidroxilo celulósicos y los agentes de acabado dentro de las fibras que por fuera. El número total de grupos hidroxilo disponibles comprende los celulósicos y otros agregados presentes en forma de hidroxiocompuestos.

Variando la relación molar entre los tres componentes reactivos lo más tarde posible, durante la fijación del reticulante al lavado, de manera que la relación entre el número de hidroxilos disponibles para formar puentes con el reticulante y la concentración efectiva de uno al menos de los otros dos componentes sea mayor en la superficie de las fibras que en su interior, y fijando luego el reticulante en el material a prueba de lavado, con preferencia mediante tratamiento térmico, aumentando la cohesión intermolecular de la celulosa, y se obtiene un buen acabado, y mejoran considerablemente las propiedades mecánicas, sobre todo la resistencia al roce y el tacto.

La relación molar entre los grupos hidroxilo disponibles para formar puentes con el agente de reticulación y el número de moléculas de éste y/ó la concentración eficaz del catalizador en la superficie de las fibras ó de los hilos, se puede aumentar de los siguientes modos :

I - Inactivación superficial

Reduciendo la cantidad efectiva de catalizador en las porciones periféricas de las fibras, y si se quiere, en las de los hilos, por ejemplo, mediante inactivación superficial (neutralización superficial del catalizador, al menos en parte, etc.), se crea una situa-



5 ción en la que tienen lugar más reacciones productoras de enlaces intermoleculares en las porciones internas de las fibras, porque la inactivación superficial del catalizador reduce la cantidad del mismo disponible para catalizar reacciones en las partes ó zonas periféricas de las fibras.

En el caso de catalizadores ácidos, por ejemplo, la cantidad efectiva de los mismos se puede reducir mediante tratamiento superficial con agentes alcalinos ó amortiguadores ("anticatalizadores"). La reducción de la cantidad efectiva de catalizador en la superficie puede hacerse antes ó despues de evaporar la fase líquida en que se aplica al material el agente de acabado y/ó el catalizador (por ejemplo, agua). El inactivante se puede aplicar en forma de solución, dispersión, emulsión ó gas. Si se emplea una preparación líquida, la fase líquida puede ser ó no miscible con el disolvente utilizado para aplicar el agente de acabado y el catalizador, ó bien puede aplicarse en forma de espuma. Los agentes empleados para la inactivación superficial del catalizador pueden elegirse de modo que por la estructura (disposición de grupos polares) ó la forma de su molécula, ó su peso molecular, apenas puedan infiltrarse en los hilos ó fibras, lo cual limita efectivamente su actividad a la superficie. El catalizador y/ó el reticulante pueden eliminarse tambien de la superficie por disolución, en caso necesario con un disolvente que no sea miscible ó apenas lo sea con el que siga en la fibra, ó en el que sólo se disuelva fácilmente el catalizador, y no el reticulante. Pueden añadirse sales a preparaciones líquidas acuosas para ajustar el poder disolvente del baño de lixiviación. En ciertas circunstancias, los anticatalizadores se pueden aplicar al material junto con el reticulante y el catalizador. Despues, es posible hacer que se desplacen a la superficie de las fibras ó los hilos, por ejemplo, evaporando la fase líquida, con lo que reducen la concentración efectiva del cata-

10

15

20

25

30

326738



lizador en la superficie.

Una forma particularmente sencilla de realización del procedimiento conforme al invento consiste en inactivar (por amortiguador y/ó reacción química) los catalizadores de la reacción mediante agentes gaseosos en algún momento entre la aplicación del reticulante y su fijación final. Si los catalizadores son ácidos, se puede emplear por ejemplo, amoniaco gaseoso como inactivador (anticatalizador) antes de secar ó durante el secado (ó sea evaporación del disolvente del cual se haya tomado el agente de acabado), ó, en particular, entre el secado y la fijación a prueba de lavado del reticulante, ó durante esta última. Se ha comprobado que el tiempo de reacción puede variar dentro de amplios límites; por ejemplo, es posible inactivar en pocos segundos, ó prolongar el tiempo de inactivación, por ejemplo, practicando todo el tratamiento con propósito de fijar el reticulante respecto al lavado en presencia de un anticatalizador gaseoso, Se pueden variar no sólo los tiempos de inactivación, sino también la concentración del inactivante. En particular es posible mantenerlos muy bajos, lo cual es sin duda ventajoso en la producción textil. En general, las concentraciones de los anticatalizadores gaseosos suelen ser de 5 a 4.000 milimoles, con preferencia de 5 a 400 milimoles/m³ (reducidos a temperatura ambiente), y del orden de 1:500 a 100:1 respecto a la concentración del catalizador de reticulación que ha de estar presente inactivado en el material textil. Se ha observado, por ejemplo, que con gas amoniaco como inactivante, para reacciones de formación de puente empleando catalizadores ácidos, la resistencia al roce no aumenta siempre en proporción lineal a la concentración de amoniaco.

También se ha comprobado que el contenido en agua del material textil y/ó de la atmósfera de gas durante la inactivación es crítico, y puede servir para variar determinados efectos, particu-



larmente empleando inactivantes gaseosos. Si los hilos del material textil contienen agua ligada sólo mecánicamente a la celulosa (por ejemplo, más de 30 % de agua), es posible reticular el núcleo del hilo (grado medio de reticulación de las fibras simples junto a la periferia de los hilos, inferior al de las fibras simples del núcleo del hilo), y las distintas fibras muestran reticulado su núcleo en la mayoría de los casos. Pero si la inactivación se efectúa en presencia de cantidades relativamente pequeñas de agua en las fibras, ó si éstas se hallan sustancialmente secas, pero la atmósfera gaseosa la contiene en cantidad moderada, sólo se consigue reticular los núcleos de las fibras, es decir, las fibras muestran en sustancia el mismo grado medio de reticulación, cualquiera que sea si situación en el hilo. En las formas preferidas de realización del invento, las fibras de celulosa del material textil contienen no más de 30 % de agua, mejor menos de 20 %, mientras que la atmósfera gaseosa cargada de gas inactivante tiene 0-15 g de agua por cm³ de aire (las cifras se refieren a una temperatura de 20 °C).

Particularmente si se emplean tiempos breves de inactivación es ventajoso hacer circular anticatalizadores gaseosos dentro de la cámara de reacción para conseguir una acción recíproca uniforme con el catalizador.

Puede obtenerse una inactivación superficial con concentraciones bajas de anticatalizadores gaseosos (con tiempos breves de reacción) inmediatamente antes de fijar el agente de enlace transversal al lavado, por ejemplo, empleando calor.

El tratamiento de inactivación se puede hacer a temperatura ambiente ó más elevada.

La inactivación puede efectuarse, por ejemplo, en cámaras con regulación de temperatura, admisión de amoníaco, medios para aumentar la humedad dentro de la cámara, equipo de comprobación y mantenimiento



de una concentración determinada del gas anticatalizador y de la humedad, y sistema de recirculación.

Para obtener efectos similares, la atmósfera gaseosa debe contener más agua cuanto menos humedad haya dentro de las fibras.

5 Si éstas se hallan casi secas y los tiempos de reacción son breves, puede ser necesario aumentar la humedad de la atmósfera gaseosa hasta cerca del punto de saturación. En cambio, si las fibras están húmedas, apenas hay que introducir humedad en la atmósfera gaseosa que contiene el gas inactivante.

10 En términos generales, si se aumenta una de las variables del procedimiento que influyen en el grado y el ritmo de inactivación (a), concentración del inactivante; b), contenido en agua ó grado de hinchazón de las fibras de celulosa; c), humedad de la atmósfera gaseosa circundante, y d), duración del tratamiento de inactivación, ó sea su influencia), al menos una de las otras ha de reducirse para obtener efectos de magnitud comparable. De manera
15 análoga, si interesan efectos mayores para ciertos materiales textiles, reticulantes y catalizadores de reticulación, habrá que aumentar una de las variables mencionadas, y viceversa.

20 Los anticatalizadores aplicables para catalizadores ácidos comprenden cualquier sustancia que reduzca las propiedades de acidez mediante neutralización, amortiguamiento ó insolubilización. Ejemplos de anticatalizadores neutralizantes son amoníaco, aminas orgánicas, etc., como octadecilamina y morfolina, y cenizas de sosa.
25 Ejemplos de anticatalizadores amortiguadores son sistemas tampones, como sales amónicas, regularmente sales de ácidos débiles y bases fuertes. Si los catalizadores son sales metálicas, hay que inactivar el catión ó el anión de su molécula formando una sal insoluble.

Los anticatalizadores para catalizadores alcalinos comprenden los neutralizantes, como sustancias ácidas en forma gaseosa ó
30



líquida, por ejemplo, dióxido de azufre, soluciones de ácidos débiles ó enérgicos, orgánicos ó inorgánicos, y los amortiguadores, como sistemas tampones compuestos de sales de ácidos fuertes y bases débiles. Como ya se ha dicho, también es posible inactivar mediante
5 formación de una sal insoluble. Los anticatalizadores, particularmente si se aplican en forma de soluciones ó dispersiones, con moléculas grandes ó polares, en algunos casos ofrecen ventajas, por ser más lenta y menos profunda su penetración, especialmente si ha de tratarse material de fibra húmeda. La octadecilamina es un ejemplo
10 de molécula polar más bien grande, dotada de propiedades anticatalizadoras.

II - Solubilización superficial del agente de acabado ó del catalizador.

Reduciendo la concentración del reticulante en la superficie
15 de las fibras ó de los hilos, se produce una situación en la cual la relación entre los grupos hidroxilo de la celulosa y el agente de acabado en la superficie es mayor que en el interior, porque la concentración de reticulante se ha reducido en la superficie, pero no hacia dentro.

20 Esto puede hacerse antes de evaporar la fase líquida empleada para aplicar el reticulante y el catalizador, durante esta evaporación ó después, con preferencia por disolución superficial, con el mismo disolvente usado para tratar el material, ó con otro, que puede no ser totalmente miscible con el de la fibra ó del hilo, pero en el cual se
25 disuelve con facilidad el reticulante. Los disolventes empleados pueden contener sales u otros agentes que influyan en su poder de disolución.

III - Adición de hidroxilcompuestos destilables.

Aumentando el número total de grupos hidroxilo capaces de formar puentes con el agente de acabado en la superficie de los hilos ó
30

326738



fibras, los grupos hidroxilo complementarios de la superficie com-
ten con los de la celulosa durante la formación de los puentes, y re-
ducen así el número de reacciones entre los grupos hidroxilo celuló-
sicos y el reticulante en la superficie de las fibras ó los hilos,
5 frente al de las producidas en el interior. Pueden emplearse hidro-
xicompuestos destilables con el agente de acabado y/ó el catalizador,
y su punto de ebullición se elige de modo que, evaporada la fase lí-
quida (generalmente agua), no se vaporizan hasta el final del secado,
ó mejor durante el tratamiento térmico subsiguiente, por lo que se
10 acumulan en la superficie de los hilos ó fibras. Los hidroxicompues-
tos se pueden aplicar tambien despues, y asimismo es posible emplear
compuestos con estructura molecular, forma ó peso tales que su capa-
cidad de infiltración en los hilos ó fibras se reduzca a un mínimo.
La aplicación es posible en solución, dispersión, emulsión ó fase ga-
15 seosa; si se emplea la fase líquida, su forma será muy tixotrópica ó
espumosa.

Es posible emplear una combinación de los métodos descritos
para lograr el mismo efecto, ó sea reducir el número de reacciones en-
tre los grupos hidroxilo celulósicos y los agentes de acabado en la
20 superficie de las fibras ó los hilos, frente al de las que ocurren en
su interior; igualmente, uno ó varios de tales métodos se pueden apli-
car gradual ó repetidamente.

Una forma especial de realización de este invento consiste en
disponer que el disolvente de los reticulantes que han de aplicarse
25 al material ó eliminarse de su superficie por disolución sea un com-
puesto que hinche ó esponje la celulosa aunque no haya agua. Alter-
nativamente, esos compuestos se pueden aplicar en una fase posterior
(pero antes de aumentar la cohesión intermolecular de la celulosa).
Estos agentes de esponjamiento no acuosos, empleados de esta manera,
30 se prefieren con un punto de ebullición no menor de 50 °C ni mayor

326738



326738

de 70 °C sobre la temperatura empleada en el tratamiento térmico para fijar a prueba de lavado el reticulante, de modo que, durante ese tratamiento térmico, se concentren en la superficie por migración y elaboración parcial, reticulando ó cruzando la celulosa en la superficie de las fibras, al menos ligeramente hinchadas, mientras que el interior se mantiene a lo sumo algo hinchado durante la reticulación.

Se ha comprobado que los materiales celulósicos mencionados aquí muestran mejor acabado efectuando la reticulación ó enlace transversal de la celulosa en presencia de agentes orgánicos que, a ser posible, den reacción neutra y no contengan grupos hidroxilo, es decir, que no sean capaces de reacción química con el reticulante ni con el catalizador de éste. Los agentes ya citados hinchan la celulosa aunque no haya agua; los considerados útiles producen una hinchazón de la celulosa que corresponde a un índice de torsión del hilo, determinado de acuerdo con el método de prueba descrito en Textile Research Journal, 1962/32, pág. 1041, de 0,25 como mínimo, y en relación con el cual no hay a lo sumo más que una pequeña cantidad de agua sobre el cruce ó enlace transversal.

Los esponjantes orgánicos pueden aplicarse al material textil en forma pura ó de solución acuosa ó emulsión, unidos al reticulante (y, si se quiere, a los catalizadores de reticulación conocidos), ó antes ó despues que él. Es posible emplearlos en forma de gas antes de la reticulación ó durante la misma.

Una variante del método del invento en la que el esponjante se emplea solo en unión del reticulante, y que se prefiere por su sencillez y economía, consiste en aplicar los agentes orgánicos con el reticulante en forma de solución acuosa ó de emulsión al material textil, rethar el agua por secado, y calentarlo para reticular. Es posible secar y endurecer en una sola fase, prolongando simplemente un poco el calentamiento.



Los agentes orgánicos con un coeficiente de torsión del hilo menor de 0,25 no aumentan los efectos de acabado conforme al invento, ó los aumentan muy poco, por lo que no vale la pena usarlos. Los agentes cuya acción esponjante corresponde a un coeficiente de torsión no menor de 0,25, son adecuados; y los resultados mejores se obtienen si el coeficiente de torsión es igual a 1 ó mayor. Son satisfactorios los resultados obtenidos con sustancias tales como sulfóxido de dimetilo, dimetilformamida y dimetilsulfona.

La temperatura mínima de maduración del reticulante usado en el procedimiento para mejorar la resistencia al roce de este invento se aproxima a 130 °C. Pero si se emplean catalizadores más activos (por ejemplo, ácidos libres), la temperatura mínima de maduración de la mayoría de los reticulantes se puede reducir a bastante menos de 100 °C. Como límite superior, pueden adoptarse temperaturas muy altas con tiempos de maduración muy breves. Sin embargo, la máxima temperatura práctica de maduración no debe exceder de 200 °C.

La cantidad de agua residual presente durante la fase de reticulación del procedimiento de este invento determina el equilibrio entre los ángulos de pliegue en seco y en húmedo (es decir, entre la recuperación de los pliegues en uno y otro caso). Si hay mucha, son grandes esos ángulos en húmedo, y pequeños en seco; si no hay más que un 2 % de agua residual, ó menos, los ángulos de pliegue son grandes en húmedo y en seco; y si la cantidad de agua residual es intermedia, lo son también los ángulos de pliegue.

El método del invento es aplicable a géneros textiles en forma de hilos ó tejidos compuestos totalmente ó en parte de celulosa natural, regenerada ó modificada. El nuevo procedimiento se ha ideado con preferencia sobre todo para los géneros tejidos de celulosa, pero sus ventajas se consiguen también tratando géneros ó hilos de punto ó no tejidos, ó incluso fibras textiles. Aunque el método es



aplicable de ordinario a géneros hechos enteramente de algodón ó de rayón, lo es tambien a tejidos que contengan fibras ó filamentos sintéticos, por ejemplo, fibras de poliamida, poliuretano, poliésteres, polimerizados y copolimerizados acrílicos, y fibras de poliolefina, incluso elásticas. La sustancia celulósica constituye con preferen-

5

cia no menos de 30 % en peso del tejido que ha de tratarse.

El material puede estar en cualquier fase de acabado, pero el tratamiento debe efectuarse, como en la mayoría de los tratamientos de enlace transversal ordinarios, con reactivos resinosos, aldehídos, etc., despues de desapestar, de blanquear, y, en géneros de color, de teñir.

10

Las fibras celulósicas de este invento comprenden celulosa natural, modificada y regenerada, incluso parcialmente esterificada ó esterificada de manera que queden grupos hidroxilo reticulables.

15

Por ejemplo, puede emplearse los ésteres ligeros de hidrocarburos, como acetato, propionato, butirato, benzoato, fosfato, y los sulfúricos de arilo y alquilo; los éteres levialquílicos, como los de metilo y etilo, y los hidroxialquílicos, como los de hidroxietilo y carboximetilo, y los otros ésteres y éteres conocidos de celulosa.

20

Los tejidos pueden estar hechos de sustancias celulósicas naturales, como algodón, lino, yute ó cáñamo, ó sintéticas, como rayón en filamentos ó de fibra cortada, modificada ó no, fibras de rayón ó polinósicas de módulo elevado.

El término "reticulación" ó enlace cruzado ó transversal, empleado en la presente descripción, significa un aumento de la cohesión ó trabazón intermolecular dentro de las fibras de celulosa hasta hacerla menos soluble, y mejor casi insoluble en cuproamonio, así como menos extensible y más elástico el material fibroso.

25

Los reticulantes de este invento son, pues, capaces de aumentar la cohesión ó trabazón intermolecular dentro de las fibras celu-

30



lógicas cuando se utilizan de acuerdo con el presente procedimiento hasta el punto en que la celulosa se vuelve sustancialmente insoluble en cuproamonio. La formación de puentes puede consistir en enlaces cruzados covalentes ó en la producción de complejos, enlaces
5 de hidrógeno u otros vínculos intermoleculares.

Los siguientes son ejemplos de reticulantes que dan enlaces covalentes sobre todo :

Resinas sintéticas "termoestables" de tipo reaccionante (en forma de sus precondensados ó componentes), que se obtienen de com-
10 puestos nitrogenados con un grupo nitrógeno amídico (-CO-NH-), y compuestos mono- ó polifuncionales de carbonilo, especialmente aldehidos (por ejemplo, productos de reacción de formaldehido, glicoxal, acroleína con urea, ó sus homólogos, en particular alquilenu-
reas cíclicas, ureínas, triazonas u otros compuestos heterocíclicos
15 con el grupo -NH-CO-NH-; reticulantes monoméricos ó poliméricos con grupos aldehido, en particular aldehidos de molécula ligera [Formaldehido, glicoxal, acroleína, acetaldehido], empleados como tales ó en forma de derivados como acetatos, éteres enólicos, éteres diglicídlicos, gliceroles, polímeros u otros productos de reacción que,
20 en las condiciones empleadas, sean capaces de reticular la celulosa ó disociar los aldehidos reticulantes); reticulantes di- ó polifuncionales que contengan epóxidos, diepóxidos, isocianatos, vinilsulfocompuestos como divinilsulfona y sulfóxido de divinilo u otros grupos vinilo ó acilo reactivos; compuestos orgánicos halogenados reticulantes, como epiclorohidrina, dicloro-1,3-propanol, dicloro-2,3-
25 propanol y sus mezclas con hidrinas halogenadas, dihalohidrinas y ácidos dicarboxílicos afines, libres ó en forma de derivados; compuestos "onio" di- ó polifuncionales (sulfonio, fosfonio, etc.); productos reticulantes de reacción de dos compuestos de carbonilo,
30 por ejemplo, cetonas con aldehidos de molécula ligera (especialmente

326738



formaldehído, acroleína y glioxal). Todos los compuestos menciona-
dos se hacen reaccionar, naturalmente, del modo usual, por medio de
catalizadores adecuados ácidos ó básicos, sustancias potencialmente
ácidas ó básicas, radicales libres y radiación. Esta reacción pue-
5 de desarrollarse en presencia de agentes que hinchen el material fi-
broso, y/ó productos que regulen la fricción entre los componentes
de las fibras ó hilos, u otros aditivos conocidos, como tintes ó agen-
tes que los produzcan, pigmentos blancos ó de color, y otros agentes
de acabado, como hidrófugos ó suavizantes.

10 También es posible emplear enlaces cruzados obtenidos in situ
mediante efectos físicos ó físicoquímicos, por ejemplo, por trata-
mientos térmicos, exposición a radiación muy energética, como la cor-
puscular y la de alta frecuencia, reacciones de sustitución ó de po-
limerización por injerto con los grupos hidroxilo de la celulosa,
15 deposición ó creación in situ de polímeros con las fibras de celulosa.

En general, un agente será adecuado si mejora la cohesión
intermolecular de la celulosa y al mismo tiempo aumenta su elasti-
cidad y reduce su extensibilidad.

Es posible emplear soluciones, emulsiones ó dispersiones, ó
20 baños de acabado espumantes, así como sistemas de fase múltiple que
contengan disolventes de puntos de ebullición y/ó capacidad de diso-
lución distintos para uno ó varios de los componentes del baño.

Si se quiere y es posible, el reticulante se puede aplicar
al material textil en forma de gas. Esto se refiere también al ca-
25 talizador. Además, el procedimiento de aplicación puede comprender
varias fases con reticulantes iguales ó diferentes, con igual ó dis-
tinto grado de hinchazón de fibras durante la reticulación, etc.

Son reticulantes utilizables en estado gaseoso aldehídos de
molécula ligera, como formaldehído, glioxal, acroleína y sus homó-
30 logos. Pueden depositarse dentro de las fibras de celulosa ó in-



jertarse en ellas otros compuestos gaseosos, en particular vinílicos y acrílicos.

Una vez aplicados los reticulantes y catalizadores adecuados, y, si hace falta, otros miembros del mencionado grupo de agentes, y cambiada la relación entre las concentraciones de los grupos hidroxilo y la de los agentes de acabado y/ó la efectiva del catalizador en la superficie de las fibras ó hilos, antes de evaporar la fase líquida ó despues, del modo descrito, se provoca el aumento de cohesión intermolecular y la fijación al lavado del reticulante, con preferencia por medio de tratamiento térmico, y si se quiere, sólo despues de efectuar otras operaciones conocidas de acabado ó transformación, por ejemplo, deformación mecánica, estampación en relieve, encogimiento por compresión, ó despues de convertir las fibras en hilos, los hilos en tejidos, y los tejidos en prendas. En caso necesario, la celulosa puede estar al menos algo hinchada durante la etapa de maduración. Por último, si interesa, el material puede ser lavado, acabado por completo, y contraído por medios mecánicos ó químicos; los hilos pueden ser tejidos y cortada la tela.

El procedimiento conforme al invento puede aplicarse asimismo si los tejidos se convierten en artículos de vestir despues de aplicar el reticulante, pero antes de fijar éste al lavado; y sólo despues se someterá a un tratamiento destinado a aumentar la cohesión intermolecular de las fibras celulósicas.

Por consiguiente, el procedimiento presente se puede usar en lo que se conoce por "prensado permanente ó duradero". En este caso, por lo general, el tejido se impregna en la instalación de acabado con un reticulante adecuado ó con mezclas de varios de ellos y catalizadores convenientes. Luego se seca en condiciones moderadas para madurar el reticulante, ó para madurarlo ó solidificarlo sólo en parte (maduración previa) ó nada en absoluto (maduración en es-



tufa); es decir, el sistema no se cataliza ó calienta lo suficiente y los enlaces cruzados entre las cadenas de celulosa de las fibras son sólo parciales ó nulos. Estos tejidos parcialmente tratados se cortan luego, se transforman en prendas y se prensan, y la maduración se continúa prensando a temperaturas altas (curación previa) y/ó sometiendo la prenda a una maduración térmica (sistema de maduración en estufa). La inactivación superficial del catalizador se realiza en la instalación de acabado, al secar ó despues, ó durante la maduración parcial, ó en las prendas, antes de la maduración final ó durante la misma.

EJEMPLO 1

Un tejido de algodón, (popelín, número de hilado Ne 40/40, 53/25 hilos por cm), desprestado, lavado, blanqueado y mercerizado, se trató con 100 g/l de dimetilol-(N-etil)-triazona (PERMAFRESH SW, agente de acabado capaz de reticular el algodón, producto de Sun Chemical Corporation, Warwick Chemical Division, Wood River Junction, Rhode Island) y 50 g/l de catalizador PERMAFRESH SWC (catalizador de sal metálica potencialmente ácido, producto de Sun Chemical Corporation, Warwick Chemical Division, Wood River Junction, Rhode Island), en unión de 30 g/l de suavizante de polietileno, lubricante MYKON WM (producto de Sun Chemical Corporation, Warwick Chemical Division, Wood River Junction, Rhode Island), absorción 75 %, y luego, en un primer experimento, el tejido se secó como de costumbre. Un retal (muestra 1) se trató durante un minuto con amoniaco gaseoso antes de reticular (el amoniaco sirve para inactivar el catalizador por la superficie), y se provocó la reticulación calentando cinco minutos a 150 °C. Otro retal (testigo) se sometió al mismo tratamiento por calor sin tratarlo antes con amoniaco.

Otra muestra (2) se trató cinco minutos con amoniaco cuando



tenía una humedad remanente de 25 %. Luego se calentó igualmente cinco minutos a 150 °C.

Un tercer retal (muestra 3) se trató diez minutos con amoníaco gaseoso antes de secarlo, ó sea, todavía húmedo, y se maduró también cinco minutos a 150 °C.

Después de madurar, ó sea ante de la evaluación, todas las muestras se lavaron a 80 °C.

Resultados	Resistencia a la tracción (kg)	Ángulo de pliegue	Resistencia al lavado y al desgaste Y	Resistencia al roce Y (Flex. 3 lb)
10 Testigo	16,0	265°	4	100
Muestra 1	21,5	250°	4	250
Muestra 2	18,5	250°	4	170
15 Muestra 3	19,5	245°	4	200
Sin tratar	28,5	115°	1	300

Y AATCC standard B 88-1961.

YY ASTM D 1175-55 T

Es decir, que los retales tratados conforme al invento eran más resistentes al roce y a la tracción que el testigo. Los ángulos de dobléz ó pliegue eran algo menores, e iguales los efectos de lavado y desgaste.

EJEMPLO 2

25

Un tejido de algodón (batista, 39/35 hilos/cm, número de hilado Ne B 60/50) fue sometido al mismo tratamiento preliminar del ejemplo 1, se impregnó en el mismo baño (absorción 60 %) y se secó. Luego se trató con una solución de 20 pt de octadecilamina (del comercio) en 80 pt de alcohol isoamílico (la octadecilamina, de estructura mole-

30

- 25 - 326738

5 MAYO



5 ular refractaria a difundirse en las fibras, sirve para reducir la concentración efectiva del catalizador en la superficie; el alcohol amílico es un compuesto hidroxílico de punto de ebullición elevado, que, al menos en la fase inicial de condensación, aumenta el número de grupos hidroxilo capaces de formar puentes con el reticulante). Después se maduró cuatro minutos a 150 °C.

Una muestra testigo se maduró del mismo modo después de secar, sin tratarla con octadecilamina. Una vez curada, ambas muestras se lavaron con 2 g/l de agente lavador no iónico a 80 °C.

10

<u>Resultados</u>	<u>Ángulo de pliegue</u>	<u>Resistencia al roce y (Accelerotor), merma de peso en 3 min a 3000 rpm.</u>
Muestra tratada	265°	24 %
Muestra testigo	255°	12,5 %

15

Y Método de prueba AATCC B 87-1961.

EJEMPLO 3

20 Con el tratamiento expuesto en el ejemplo 2, después del secado parcial (humedad remanente, 25-30 %), el tejido, tratado con un reticulante del modo descrito, fue rociado con una mezcla de 20 pt de octadecilamina en 80 pt de alcohol amílico, e inmediatamente después, calentado cinco minutos a 150 °C; a continuación se lavó como se explica en el ejemplo 2. El ángulo de pliegue de la muestra así
25 tratada fue también de 255°, y el desgaste en el Accelerotor, de 13,2 %, determinado en las mismas condiciones del ejemplo 2.

EJEMPLO 4

30 En otro experimento, empleando el tratamiento descrito en el ejemplo 2, se utilizó sulfóxido de dimetilo para disolver la amina

5 1960



alifática de cadena larga. El reticulante y el catalizador se aplicaron en solución acuosa, y luego se secó el tejido. Éste se trató seguidamente con la solución de octadecilamina al 20 % en sulfóxido de dimetilo, y se calentó tres minutos a 160 °C para provocar la reticulación. El sulfóxido de dimetilo, que hincha mucho la celulosa aún en ausencia de agua, se concentra en la superficie de las fibras ó hilos, en virtud de evaporación parcial, con lo que las zonas externas de los hilos y fibras se retiulan más hinchadas que las internas, lo que mejora más aún las propiedades mecánicas.

La resistencia al roce (Accelerotor) del tejido así tratado era dos veces mayor (desgaste en tres minutos a 3000 rpm, 10,5 %) que la de una muestra análogamente acabada y madurada, sin tratarla con sulfóxido de dimetilo y octadecilamina (pérdida de peso antes de reticular, 22,5 %); la estabilidad al lavado y al desgaste (AATC 88 A-1961 T) fue igual para ambas muestras.

EJEMPLO 5
 =====

Un popelín de algodón (el mismo del ejemplo 1) se acabó con la fórmula indicada en dicho ejemplo, y luego se trató con diversos agentes para la neutralización superficial ó amortiguamiento del catalizador empleado. En estos ensayos, el tejido se trató con un agente gaseoso (amoníaco) capaz de inactivar el catalizador, en parte directamente, despues del acabado, ó sea en húmedo, y en parte despues de secar, y durante la fijación del reticulante. En otros casos los agentes se aplicaron despues de secar, en solución acuosa ó no acuosa. Luego, en cada caso, el tejido se calentó cuatro minutos a 150 °C, para provocar el enlace cruzado del algodón (la fibra se hizo insoluble en cuproamonio). La resistencia al roce de las muestras, y de otra sometida a tratamiento con la misma fórmula y curada de manera análoga, pero no expuesta a la acción de un "anticatalizador"



ocnforme al invento, se determinó por la merma de peso en tres minutos en el Accelerotor, a 3000 rpm. El ángulo de dobles se midió tambien, para evaluar el aumento de cohesión intermolecular causante del efecto de acabado.

5

Resultados.

Prueba Nº	Agente	Cnc.	Modo de aplicación	Tiempo de acción	Reducción en Accelerotor merma de peso	Ángulo de pliegue (urdimbre + trama).	
10	53	Polivinil-pirrolidona	10 %	Solución en alcohol isoamílico		60 %	245º
	35	"	5 %	En agua		40 %	260º
15	29	Trietilen-tetramina	5 %	En agua		85 %	200º
	25	"	5 %	En alcohol isoamílico		45 %	260º
	26	"	10 %	"		55 %	230º
	28	"	20 %	"		65 %	205º
	105	Amoniaco gaseoso		Tejido seco	20 seg.	40 %	260º
20	113	"	Tejido húmedo	20 seg.	25 %	265º	
	116	"	" "	160 seg.	30 %	260º	
	116a	"	Durante el secado		35 %	255º	
	116b	"	En la cámara de madurar		40 %	255º	

25

EJEMPLO 6

Un popalín de algodón, impregnado con 80 g/l de dimetilol-dioxi-etilenurea como reticulante, 16 g/l de nitrato de cinc como catalizador y 30 g/l de suavizante de polietileno, se secó a 100 ºC.

30 Luego se prensó un dobles ó pliegue en un pequeño retal (20 x 20 cm.)



5 con una plancha calentada a 100 °C (ó sea sin provocar reticulación en los puntos de contacto con la plancha). El tejido así plegado se calentó en una estufa de desecación (aire circulante) cuatro minutos a 150 °C, en atmósfera que contenía 0,1 % de amoniaco gaseoso en el volumen de aire. El amoniaco sirvió para inactivar el catalizador en la superficie.

10 La resistencia al desgaste por el dobléz estabilizado al lavado por reticulación, determinada rozando la muestra en el Accelerotor, era 30 % mayor que la de una muestra tratada de modo similar, pero secada al aire sin mezcla de amoniaco (ó sea se produjo un roto en el dobléz sólo despues de más de un 30 % de ciclos rozantes.

15 Resultados similares se obtuvieron inactivando en la superficie antes de hacer el dobléz, ó sea despues de secar, y tambien inactivando el catalizador en la superficie del tejido antes de doblarlo, y prensándolo durante el doblado, a una temperatura que provocó una maduración parcial ó completa.

EJEMPLO 7

20 Una cretona obtenida de fibras de celulosa regenerada (fibras cortadas de rayón) se impregnó con 200 g/l de precondensado de melamina-formaldehido (75 % de sólidos), 16 g/l de nitrato de cinc y 20 g/l de un suavizante con actividad aniónica; se secó, se trató veinte segundos con aire que contenía 0,1 % de amoniaco gaseoso, y se calentó luego cuatro minutos a 140 °C, para fijar al lavado el condensado de melamina-formaldehido y aumentar la cohesión intermolecular de la celulosa regenerada (despues de tratada, era insoluble en cuproamonio) y la recuperación del pliegue.

25 La resistencia al roce del retal así tratado, determinada en el Accelerotor, era 30 % mayor que la de una muestra acabada de igual modo, pero calentada sin adición de amoniaco.

30

326738

5 MA



EJEMPLO 8

A un tejido de algodón (popelín), después de desaprestar, blanquear y mercerizar, se aplicaron 200 g/l de PERMAFRESH SW, resina de reacción cíclica, producto de la Warwick Chemical Co.; 38 g/l de un catalizador de sal metálica (PERMAFRESH SWC, producto de la Warwick Chemical Co.) y 30 g/l de un polímero acrílico (Primal HA 8, producto de Rohm & Haas, Filadelfia, EUA). Se agregaron al baño en la prueba 9^a, 33 g/l de dietilformamida (coeficiente de torsión, determinado según Textile Research Journal, 1962/32, 1041, menor de 0,1); en la prueba 9b, 33 g/l de dimetilformamida (coeficiente de torsión, determinado de igual modo, 0,25 a 0,35); en la prueba 9c, 33 g/l de sulfóxido de dimetilo (coeficiente de torsión, determinado de igual modo, mayor de 1), y en la prueba 9d no hubo adición (testigo). El acabado se efectuó impregnando el tejido en una solución acuosa que contenía todos los agentes mencionados; luego se exprimió entre los cilindros de la calandra (mangle), para reducir la absorción a un 70 % del peso del tejido. Después del acabado, se practicó el secado en todos los casos en condiciones idénticas, seguido de tres minutos de calentamiento a 150 °C, para provocar la reticulación. La evaluación de las muestras dió los resultados siguientes :

Prueba	Efecto de lavado y desgaste. 1	Pliegue seco 2	Ángulo de pliegue de pliegue húmedo 2	Resistencia al roce, merma en el Accelerotor	Ventaja ⁴ sobre 9d)
9a)	4	280°	260°	13,5 %	- 11 %
9b)	4-5	285°	270°	11,0 %	+ 11 %
9c)	4-5	285°	280°	8,0 %	+ 34 %
9d)	4	280°	255°	12,2 %	—

1 Efecto de lavado y desgaste determinado por AATCC Standard B



- 2 Ángulo de pliegue = suma de urdimbre y trama, determinada conforme al AATCC Standard 66-1959 T.
- 3 Accelerotor = merma de peso (%) del retal de ensayo, determinada conforme al AATCC Standard 87-1961 T.
- 5 4 Ventaja sobre 9d), muestra testigo :
 - + = mayor resistencia al roce.
 - = menor resistencia al roce.

EJEMPLO 9

10 El tejido mencionado en el ejemplo 1 se trató en el mismo baño de reticulación (absorción, 80 %), y se trató luego de diversos modos con amoniaco gaseoso como catalizador. En cada caso se emplearon tres diferentes concentraciones de amoniaco. La muestra 1 se secó, y se trató despues con amoniaco gaseoso en estado seco durante la

15 maduración, ó sea cuatro minutos a 150 °C. La muestra 2 se trató de igual modo, pero despues de secar y antes de madurar se acondicionó a 65 % de humedad relativa y 20 °C durante cuatro horas.

La muestra 3 se secó parcialmente (humedad residual, 25-30 %) despues de la impregnación, y se maduró en presencia de amoniaco, como las muestras 1 y 2.

20

La muestra 4 se secó por completo, y se maduró en presencia de amoniaco gaseoso y 1 g de agua por litro de aire.

La muestra 5, despues de impregnarla, se secó en presencia de amoniaco, y se maduró cuatro minutos a 150 °C.

25 La muestra 6 se secó hasta 5 % de humedad remanente, se trató luego con gas amoniaco un minuto a temperatura ambiente, y se maduró cuatro minutos a 150 °C, despues de insuflar aire a través de la muestra para eliminar el amoniaco gaseoso sin reaccionar.



Muestra	Conc. de NH ₃ (cm ³ /lit.de aire)	Recuperación de los pliegues.		Aumento de resistencia al roce.	
		Seco	Húmedo		
5	1 a	0,5	285	270	6 %
	b	1	280	270	4 %
	c	5	285	280	28 %
10	2 a	0,5	275	260	32 %
	b	1	260	270	49 %
	c	5	275	250	40 %
15	3 a	0,5	235	230	92 %
	b	1	225	235	96 %
	c	5	220	225	97 %
20	4 a	0,5	285	265	59 %
	b	1	285	265	59 %
	c	5	285	255	42 %
25	5 a	0,5	240	240	83 %
	b	1	245	245	88 %
	c	5	270	265	73 %
25	6 a	0,5	275	265	48 %
	b				
	c	5	280	280	40 %
25	testigo		280	270	0

Y Aumento (%) de resistencia al roce (Accelerotor, 3 min. a 3000 rpm) sobre la del contraste; éste dió una merma de peso de 15,6 %; la de 7,8 % equivale a un aumento de 50 %.



EJEMPLO 10

El tejido mencionado en el ejemplo 1 se trató como queda des-
crito, pero con 5 g/l de carbonato de amonio en el baño, además de
los agentes mencionados. Durante el secado y la maduración, el car-
bonato de amonio se descompuso, desprendiendo amoniaco gaseoso. La
5 maduración duró cuatro minutos a 150 °C.

Los efectos de lavado y desgaste fueron iguales (4,5) para
el tejido así tratado y para otro testigo, al que no se había aplica-
do carbonato de amonio; la resistencia al roce en el Accelerotor
10 aumentó 40 % sobre la del contraste.

EJEMPLO 11

Una tela de algodón para camisas, despues del tratamiento pre-
vio usual (desaprestado, lavado, blanqueo, mercerizado) se impregnó
15 con 90 g/l de carbamate de dimetilol-etilo, 14 g/l de un catalizador
de sal metálica potencialmente ácido, 2 g/l de humectante y 30 g/l
de suavizante de polietileno (30 % de sólidos); se secó hasta 5 % de
humedad, e inmediatamente despues se trató con gas amoniaco (0,4 %
del volumen de aire) en una cámara, a 60 °C y 90 % de humedad relati-
20 va. Velocidad del tejido, 100 m/min; tiempo de reacción, cuatro se-
gundos. El tejido entró luego en la cámara de maduración, donde és-
ta se efectuó a 155 °C (fijación del reticoulante al lavado, aumento
de la cohesión intermolecular de la celulosa, reducción de la exten-
sibilidad y aumento de la elasticidad, e insolubilización del algo-
25 dón en cuproamonio). Despues se lavó la tela a doble anoho, a 60 °C,
en 2 g/l de sosa y 2 g/l de humectante no iónico, se enjuagó y se
secó.



4 a)	Ángulo de pliegue	Resist. a la tracción urdimbre - trama	Rotura Elmendorf urdimbre - trama	Efecto de lavado y desgaste	Roce Flex urdimbre - trama			
5	Testigo 240-250°	48	29	780	600	4	1630	800
	Comienzo del ciclo 230-235°	56	38	950	900	4	5000	2500
	Mitad del ciclo 235-240°	54	33	950	800	4	5100	1800
10	Final del ciclo 235-240°	54	35	950	850	4	4900	2000

EJEMPLO 12

15 Un tejido de lino, despues de desaprestarlo, lavarlo y blanquearlo, se impregnó en un baño que contenía 80 g/l de dimetilol-propilénurea, 14 g/l de nitrato de cinc y 30 g/l de un suavizante con actividad iónica. Despues de secar hasta 6 % de humedad remanente, se maduró en presencia de 0,05 % (del volumen de aire) de gas amoniacoo a 150°, durante cuatro minutos. La resistencia Flex al roce fue de 600, frente a 300 en una muestra curada sin amoniaco (ángulo de pliegue, 240°, frente a 250°).

EJEMPLO 13

25 Un popelín, despues de tratamiento previo usual (desaprestado, mercerizado, lavado, blanqueo, teñido) se impregnó en un baño que contenía 160 g de solución de formaldehido del comercio (36 % de formaldehido), 16 g/l de nitrato de cinc y 30 g/l de suavizante de polietileno (absorción, 75 %); se secó a 90 °C, en un caso (muestra 1) en presencia de 0,05 % de amoniaco gaseoso (del volumen de aire); luego

326738

5 MARZO



se reticuló calentando cuatro minutos a 150 °C. La muestra 2 se secó en presencia de 0,01 % de amoniaco gaseoso y la muestra 3, en la de 1 %; ambas se maduraron de idéntico modo que la muestra 1. Las muestras 4, 5 y 6 se secaron hasta un 8 % de humedad remanente, y se maduraron en presencia de 0,05 %, 0,1 % y 1 % de amoniaco, respectivamente, a 150 °C durante cuatro minutos. Las muestras 7, 8 y 9 se secaron hasta menos de 5 % de humedad residual, y se maduraron en presencia de 0,05 %, 0,1 % y 1 % de amoniaco gaseoso, respectivamente.

10	Muestra	Ángulo de pliegue en seco	Roca en el Acelerotor	Efecto de lavado y desgaste
	1	265°	+ 80 %	4,25
	2	250°	+ 80 %	4,25
	3	245°	+ 90 %	4,25
15	4	240°	+ 60 %	4,25
	5	230°	+ 75 %	4,1
	6	225°	+ 75 %	4,0
	7	290°	+ 5 %	4,5
	8	290°	+ 15 %	4,25
20	9	280°	+ 40 %	4,25
	Testigo	295°	—	4,25

La merma de peso en el Acelerotor (tres minutos a 3000 rpm) del testigo fue de 20,1 %; la de la muestra 1, de 3,9 % (80 % de ventaja).

EJEMPLO 14

Madejas de hilo de algodón (Ne 40/1, cardado), despues de blanquear con clorito y mercerizar, se impregnaron en el baño mencionado en el ejemplo 1 (80 g/l de reticulante, 45 g/l de catalizador, y

326738



30 g/l de suavizante). Después de hidroextracción, la absorción era de 90 %. Luego, el hilado se secó a 90 °C, y se dejó reposar durante la noche a 65 % de humedad relativa y a temperatura ambiente. Después se maduró en presencia de 0,1 % de amoníaco, a 140 °C, durante diez minutos.

La resistencia del hilo al roce resultó ser 30-40 % mayor que la de una madeja tratada de igual modo, pero madurada sin amoníaco.

EJEMPLO 15

A una tela de algodón estampada (desaprestada, blanqueada y mercerizada) se aplicó la fórmula del ejemplo 1 por impregnación (absorción, 75 %). Luego se secó hasta menos de 3 % de humedad a 100 °C, y se pasó por un baño que contenía 1,5 g/l de cenizas de sosa (como anticatalizador), a temperatura ambiente, a razón de 30 m/min.; se exprimió una vez para reducir la absorción a 30-35 %, y se secó inmediatamente a 90-100 °C. La concentración de cenizas de sosa se mantuvo constante, y muy breve (aprox. un segundo) el tiempo de contacto (entre el primer contacto y la expresión) con la solución de cenizas. Después de secar el tejido, se maduró a 150 °C durante cuatro minutos.

Un contraste se trató de idéntico modo, pero suprimiendo el empleo de cenizas de sosa.

	Ángulo de pliegue en seco	Aumento de resistencia al roce (Accelerotor)	Efecto de lavado y desgaste.
Comienzo del ciclo	275°	50 %	4,5
Mitad del ciclo	280°	43 %	4,5
Final del ciclo	280°	45 %	4,5
Testigo	290°	—	4,5

La merma de peso del testigo en el Accelerotor fue de 20,5 %.

326738



EJEMPLO 16

5 El mismo tejido del ejemplo 15, despues de impregnarlo en la fórmula allí indicada, se secó a 110 °C, y se pasó luego por una calandra (recosando agua en la pila, para evitar una acumulación de reticulante y catalizador desalojado de la superficie de las fibras), a razón de 25 m/min, y se secó inmediatamente despues (un segundo de intervalo entre el primer contacto con agua y la expresión).

10 Despues de secado, el tejido se calentó cuatro minutos a 150 °C para madurarlo. Se consiguió un aumento de resistencia al roce de 25 - 30 % en el Accelerotor sobre una tela idénticamente tratada, pero sin retirar el reticulante y el catalizador de su superficie, con igual índice de estabilidad al lavado y al desgaste.

326738⁵



N O T A

Se reivindica como objeto de la presente patente :

1. - Procedimiento para obtener un material textil celulósico resistente a las arrugas y con resistencia al roce mejorada, aumentando la cohesión intermolecular de las fibras celulósicas, con preferencia hasta el extremo de hacerlas insolubles en cuproamonio; el cual comprende aplicar al material textil agentes reticulantes capaces de aumentar la cohesión intermolecular de la celulosa, y catalizadores de reticulación; despues, pero a lo sumo durante la fijación al lavado del reticulante en las fibras celulósicas, variar la relación molar entre los tres componentes que participan en la reacción de reticulación (a, grupos hidroxilo disponibles para enlaces cruzados; b, reticulante y c, catalizador eficaz de la reticulación), de modo que la relación entre los grupos hidroxilo disponibles para reticular y al menos uno de los otros dos componentes, se haga mayor en las zonas periféricas de las fibras y de los hilos individuales de celulosa que en el centro; y fijar luego el reticulante al lavado, aumentando la cohesión intermolecular de las fibras celulósicas con preferencia hasta que no se disuelvan en cuproamonio.

2. - Procedimiento para obtener un material textil celulósico resistente a las arrugas y con resistencia al roce mejorada, el cual comprende aplicar reticulantes y catalizadores de reticulación ó enlace cruzado al material textil; despues, pero a lo sumo durante la fijación al lavado del reticulante en las fibras celulósicas, aplicar al material textil agentes para inactivar al menos parte del catalizador citado en las zonas periféricas de las fibras de celulosa; y fijar luego el reticulante al lavado, aumentando así la cohesión intermolecular de la celulosa, con preferencia hasta hacerla insoluble en cuproamonio.

3. - Procedimiento según la reivindicación 2, en el que se

326738



emplean agentes vaporizados ó gaseosos para inactivar los catalizadores de reticulación en dichas zonas periféricas.

5 4. - Procedimiento según la reivindicación 2, en el que se emplean compuestos ácidos como catalizadores de reticulación, y compuestos alcalinos en estado gaseoso como agentes inactivantes.

10 5. - Procedimiento según la reivindicación 2, en el que se emplean agentes gaseosos para inactivar en la superficie los catalizadores ácidos de reticulación, cuyos agentes gaseosos dan reacción alcalina ó potencialmente alcalina, en particular amoníaco, empleando estos agentes inactivantes a concentraciones preferidas de 5 a 4000 milimoles/m³, calculadas a la temperatura ambiente, y en proporción de 1:500 a 100:1 en peso del catalizador de reticulación presente en el material textil tratado.

15 6. - Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado por efectuar la inactivación superficial y al menos parcial de los catalizadores de reticulación, en condiciones tales que el contenido en agua del material tratado es de 30 % y preferiblemente menor, el contenido en agua de la atmósfera gaseosa varía entre alrededor de cero y 15 g/m³, calculado a la temperatura ambiente, y la temperatura de dicha atmósfera gaseosa varía entre cero y 200 °C.

20 7. - Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque los agentes para inactivar superficialmente los catalizadores de reticulación se aplican en forma de líquido, como solución, dispersión ó emulsión.

25 8. - Procedimiento según la reivindicación 1, que comprende la fase, no posterior a la de reticulación, de eliminar, al menos en parte, de las zonas periféricas de las fibras e hilos, por lo menos uno de los agentes que siguen : reticulantes y catalizadores de reticulación, por tratamiento con líquidos.

30 9. - Procedimiento según la reivindicación 8, en el que el

326738



líquido empleado para eliminar los agentes de la superficie de la fibra contiene compuestos disueltos ó dispersos, que reducen la solubilidad de uno al menos de los agentes que han de ser disueltos superficialmente.

5 10. - Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque en la superficie de las fibras e hilos se disponen compuestos orgánicos hidroxílicos capaces de reaccionar con los reticulantes, y se aplican, lo más tarde, durante la reticulación de la celulosa.

10 11. - Procedimiento según la reivindicación 10, en el que los hidroxicompuestos mencionados se aplican a la superficie de la fibra.

12. - Procedimiento según la reivindicación 10, en el que los hidroxicompuestos citados se acumulan en la superficie de la fibra por migración.

15 13. - Procedimiento según la reivindicación 10, caracterizado porque la reticulación de las fibras de celulosa tiene lugar en presencia de agentes que hinchan la celulosa, incluso en ausencia de agua, los cuales esencialmente no reaccionan con los reticulantes ó los catalizadores de reticulación, y se acumulan con preferencia en las zonas periféricas de las fibras.

20 14. - Procedimiento según la reivindicación 1, en el que la reticulación se produce en dos fases por lo menos, y los reticulantes, los catalizadores de reticulación y el grado de hinchazón de las fibras pueden ser iguales ó distintos en cada una de las fases; y se produce un cambio de relación molar entre los grupos hidroxilo disponibles para la reticulación ó enlace cruzado y los reticulantes y catalizadores en las zonas periféricas de las fibras de celulosa antes
25 de terminar una al menos de las fases de reticulación.

30 15. - Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque, antes de terminarse el tratamiento de reticulación ó enlace cruzado, el material textil se somete a tratamientos mecánicos, en



particular encaminados a alisar su superficie, a contraerla por compresión y a producir deformaciones mecánicas entre rodillos, placas ó prensas; efectuándose la variación ó cambio de la relación molar entre los grupos hidroxilo, y los agentes reticulantes y catalizadores de reticulación ó enlace cruzado con preferencia antes de tales tratamientos mecánicos, ó, si se quiere, sólo despues de ellos.

16. - Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque, antes de terminar el tratamiento de reticulación, el material textil se somete a un tratamiento no químico, como hilado de las fibras, conversión de los hilos y fibras en materiales textiles laminares, ó de los materiales textiles laminares en prendas confeccionadas, efectuándose la variación ó cambio de la relación molar con preferencia antes de esas operaciones, ó, si se quiere, sólo despues de ellas.

17. - Procedimiento para obtener un material textil celulósico resistente a las arrugas y con resistencia al roce mejorada.

Esta memoria consta de cuarenta páginas, escritas por una sola cara.

BARCELONA,

P. A.

5 MAYO 1968

325738

RADUNER & CO.

HOJA UNICA



FIG.1

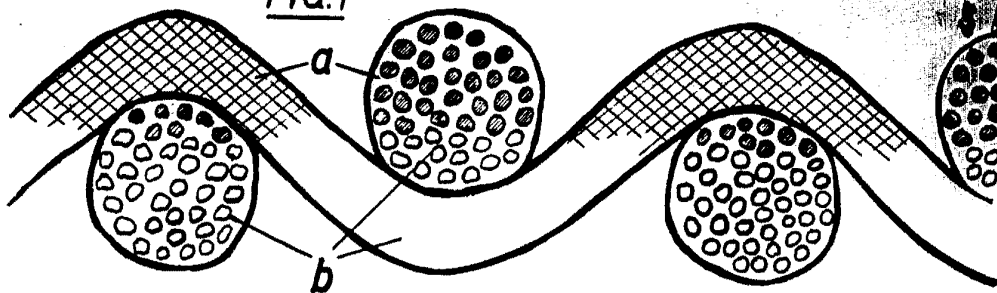


FIG.2

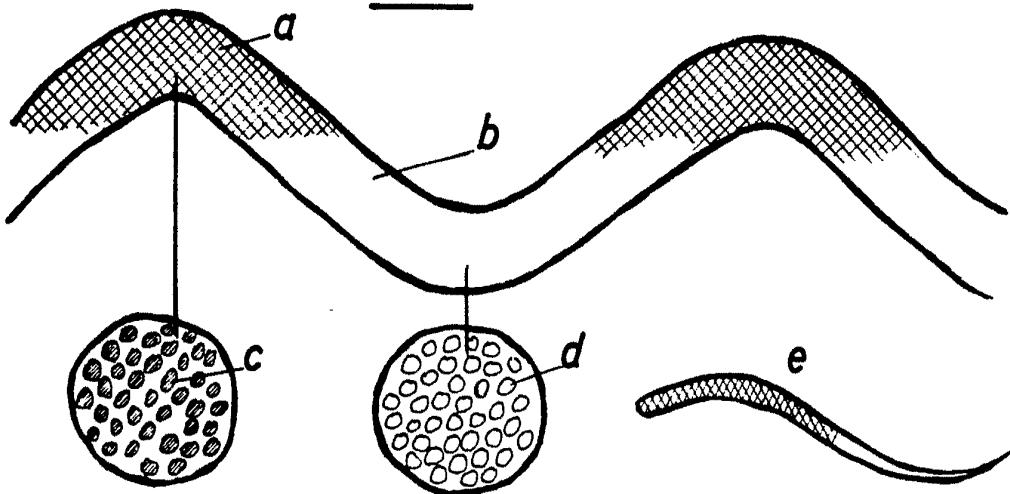


FIG.3

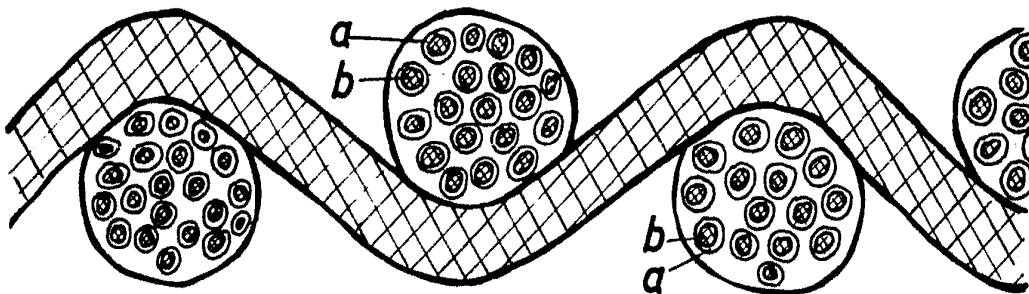


FIG.4

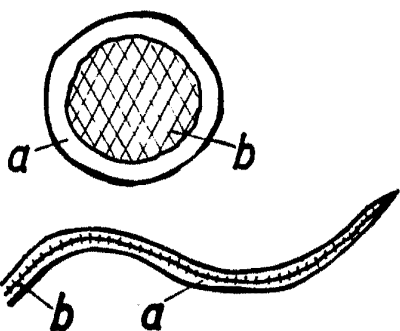
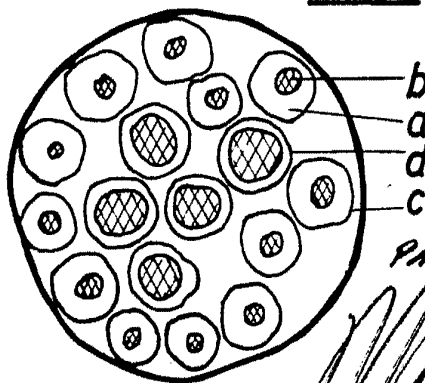


FIG.5



POOR QUALITY