

359065



PATENTE DE INVENCION
=====

Memoria Descriptiva

sobre:

Procedimiento para la manufactura de prendas sin
restricción.

=====

Solicitante: KORATRON COMPANY, INC., entidad norteamericana, resi
dente en: 611 Mission Street, San Francisco, Estado
de California, EE.UU. de A.

=====

TRATAMIENTO DE MATERIALES DE FIBRAS PROTEINICAS

EXTRACTO DEL INVENTO

El presente invento se refiere al tratamiento
de géneros que contienen fibras proteínicas como son
5. la lana ó pelo de camello impregnando dichos géneros



- en un solo baño para impartir control de encogimiento, suavidad del género y retención de plisados ó rayas cuando se hacen prendas de dichos géneros dando al principio al género la forma de la prenda al menos con un
5. plisado ó raya para planchar después y solidificar la prenda formada con el fin de hacer que el material impregnante reaccione con la fibra.

PRINCIPIOS FUNDAMENTALES DEL INVENTO

- En los últimos años, las prendas que poseen propiedades de retención de plisados ó rayas de forma que aún después de múltiples lavados se encuentren libres de arrugas y retengan todos los plisados ó rayas hechos durante su manufactura, de forma que no se precise plancharlas para darlas una apariencia atractiva y pulcra, se han
10. hecho cada vez mas populares y con frecuencia se suelen denominar como prendas de planchado permanente. Dichas prendas y los procedimientos para su manufactura se describen en las patentes norteamericanas de Warnock et al números 2.974.432 y 3.268.915 cuyas descripciones se incorporan en la presente a título de referencia.
15. 20.

- A pesar de que se han desarrollado procedimientos apropiados para el tratamiento de géneros celulósicos con materiales impregnantes de forma que se puedan confeccionar con estos géneros prendas de planchado permanente,
25. con cuyos procedimientos se utiliza un solo baño para suministrar el material impregnante, no se han desarrollado materiales idóneos para todos los géneros de lana y ha sido siempre necesario en el pasado utilizar dos baños de impregnación para los géneros que comprenden una mezcla
30. de fibras proteínicas y fibras de celulosa a causa de te-



- ner que estabilizar la lana u otras fibras proteínicas contra el encogimiento así como de proporcionar control al encogimiento, suavidad del género y retención de plisados ó rayas en la parte celulósica del género. Para
5. obtener los resultados deseados con tales géneros mezcla dos, se ha hallado necesario llevar a cabo estos tratamientos por separado, comprendiendo normalmente el tratamiento de estabilización de la lana cloración, resina- ción ú oxidación. No obstante, los costos de tal trata-
10. miento dietático son elevados y, con anterioridad al pre sente invento, los contínuos esfuerzos realizados por los expertos en la materia para desarrollar un tratamien to satisfactorio de una sola etapa para el tratamiento de géneros de proteína-celulosa no han dado los resulta dos apetecidos.
- 15.

- Según el presente invento, los géneros que compren den fibras proteínicas y mezclas de fibras proteínicas y celulósicas que contienen al menos un 5 % de fibras pro- teínicas pueden tratarse en un solo baño. Las mezclas
20. de fibras proteínicas y celulósicas se tratan en un baño consistente esencialmente en un reactivo termoendurecible capaz de formar reticulación con la celulosa, un agente estabilizador de la lana y un catalizador ácido para ob- tener un efecto sinérgico sobre el control de encogi-
25. miento, suavidad del género y retención de plisados ó ra- yas después de haberse confeccionado una prenda de plan- chado permanente con el género según el procedimiento de cualquiera de las patentes de Warnock et al mencionadas anteriormente. Es de hacer notar que los géneros que con-
30. tienen de un 50 % a un 65 % ó más de fibras proteínicas



pueden tratarse eficazmente según el procedimiento de un solo baño del presente invento, y se hace incapié en el hecho de que el presente invento constituye un tratamiento de un solo baño en combinación con el procedimiento de formar una prenda con el género tratado, formar al menos un plisado ó raya en la prenda y solidificar la prenda impregnada para impartir en la misma características de planchado permanente.

- 5.
- 10.
- Todos los géneros de lana pueden tratarse de una forma similar con poliuretanos modificados con aziridina para impartir cualidades de planchado permanente, resistencia al encogimiento y mejorar otras propiedades.

- 15.
- Las fibras celulósicas que pueden mezclarse con fibras proteínicas según la práctica del presente invento comprenden: Rayón de viscosa, rayón de celulosa cupramónica, celulosa regenerada y algodón. Fibras sintéticas como son el nilón, tereftalato de polietileno, poliacrilonitrilo y otras pueden o no hallarse presentes en la mezcla.

- 20.
- Así, el principal objeto del presente invento es proporcionar un procedimiento para la manufactura de prendas sin restricción alguna respecto al estilo, talla, diseño ó tipo, cuyo procedimiento comprende el impregnar un género que contiene una cantidad sustancial de fibras proteínicas con una solución en un solo baño, dar al género la forma de la prenda, formar al menos un plisado ó raya en la prenda y solidificar el género impregnado para impartir en el mismo características de planchado permanente.

- 25.
- 30.
- Otro objeto del presente invento es proporcionar



dicho procedimiento caracterizado porque se pueden impartir características de planchado permanente a las telas que contienen un 50 % ó más de fibras proteínicas.

5. Otro objeto más del presente invento es proporcionar dicho procedimiento caracterizado porque se pueden impartir características de planchado permanente a los géneros compuestos por lana prácticamente en su totalidad.

10. Se cree que otros objetos y ventajas del presente invento resultarán evidentes en el transcurso de la descripción detallada de las formas específicas de realización del mismo que se expone a continuación.

15. Resultará evidente a los expertos en la materia que se pueden emplear reactivos termoendurecibles capaces de formar reticulación con la celulosa, en la práctica del presente invento. Por ejemplo, se pueden emplear compuestos de 1,3-dimetilol-4,5-dihidroxi-2-imidazolidinona, comúnmente llamada dimetiloldihidroxi-etilenurea (IMDHEU), compuestos tales como el formaldehído u otros aldehídos ó
20. urea, compuestos de propileno urea (tales como el Whiteset manufacturado por la Proctor Chemical and Fixapret PCL manufacturado por la BASF), compuestos de carbamato (tales como el reactivo 73 manufacturado por la American Cyanamid) y uron, v.g., tetrahidro-3,5-bi (metoximetil)-4H-1,3-5-oxa
25. diacín-4-ona (tales como el reactivo 1 manufacturado por la American Cyanamid).

30. El agente estabilizador de la lana es un material que, en presencia del reactivo capaz de formar reticulación con la celulosa, produce características de planchado permanente y control del encogimiento en los géneros



que contienen lana y celulosa. Supone una ventaja elegir el agente estabilizador de la lana del grupo consistente en poliacrilatos, resinas de melamina y poliuretanos modificados con azidirina.

5. Se pueden emplear muchos poliacrilatos de autoreticulación además de los descritos específicamente en los ejemplos que comprenden Rhoplex K-87, HA-8 y HA-12. Para obtener los mejores resultados es preferible emplear un poliacrilato que tenga un T_1 del orden de aproximadamente 047 a aproximadamente +17. Un T_1 bajo indica que el poliacrilato es relativamente duro. Los poliacrilatos que tienen un T_1 comprendido dentro de los límites citados anteriormente poseen propiedades de dureza que oscilan de muy blandos a duros. En general, es preferible emplear un poliacrilato relativamente blando para obtener las propiedades de tacto deseadas aun cuando se pueden emplear auxiliares textiles normales como son los suavizadores para impartir propiedades de tacto a los géneros tratados según el presente invento. Tales poliacrilatos se hallarán frecuentemente en forma de emulsiones hidróinsolubles producidas por copolimerización de emulsión.
- 10.
- 15.
- 20.

- Las cantidades de poliacrilato y reactivo de celulosa termoendurecible presentes en el baño de tratamiento dependerán, como es lógico, de la composición del género que se ha de someter a tratamiento y de las condiciones de elaboración que se empleen en la práctica del presente invento. No obstante, adoptado el principio del presente invento, solo se necesita experimentación de rutina para formular las proporciones óptimas de estos reactivos en el baño. En general, los baños de tratamiento compuestos
- 25.
- 30.



por un 3 % a un 20 % en peso del poliacrilato y aproximadamente un 5 % a un 25 % en peso del reactivo de celulosa termoendurecible serán idóneas para el tratamiento de la mayoría de los géneros que comprenden mezclas de fibras proteínicas y celulósicas. Tales baños se consideran formulaciones líquidas para fines descriptivos en la presente memoria y reivindicaciones aún cuando el poliacrilato pueda ser hidrosoluble.

- 5.

Entre las resinas a base de melamina que se pueden emplear se encuentran la trimetilolmelamina metilada, pentametilolmelamina metilada, y hexametilolmelamina metilada, incluyendo la hexa-(metioximetil)melamina. La resina preferida es una trimetilolmelamina metilada que tiene al menos un 50 % de los grupos de metilol metilados. Por

10.
15.

Es preferible emplear una combinación de resina de melamina cuando el reactivo de celulosa sea un urón. Las resinas de melamina deben comprender trimetilolmelamina metilada y, ó bién penta- ó hexametilolmelamina metilada ó ambos compuestos penta- y hexametilolmelamina. Por

20.
25.
30.

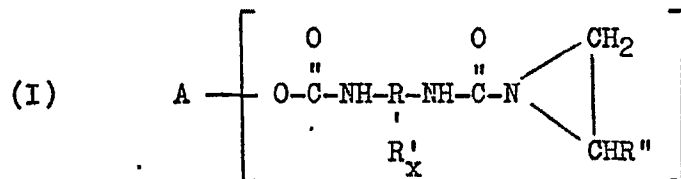
La cantidad de resina de melamina aplicada en el género se encuentra comprendida entre un 3 % y un 25 %, aproximadamente, basado en el peso del género, (p.d.g.) y preferiblemente entre un 4 % y un 18 % p.d.g. aproxima-

5. La cantidad de reactivo capaz de reticular celulosa se encuentra comprendida entre un 2 % y un 18 %, aproximadamente, preferiblemente entre un 3,5 % y un 12 % p.d.g. La cantidad total de melamina y reactivo capaz de reticular celulosa es de por lo menos un 8 % p.d.g. aproximadamente y, preferiblemente, de aproximadamente un 12% p.d.g. por lo menos.
- 10.

Los agentes de aziridina estabilizadores de la lana pueden emplearse en combinación con un reactivo de celulosa ó utilizarse por si solos. Cuando el género sea todo de lana, es preferible en general utilizar la aziridina sola mientras que la combinación de aziridina y reactivo de celulosa es preferible para un género que contenga lana y celulosa.

15.

- Las aziridinas del invento pueden describirse idóneamente como poliuretanos modificados por aziridina, y tienen la estructura:
- 20.



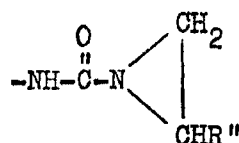
en la que:

A es el residuo de un polirol de poliéter ó polirol de poliéster que tiene una calencia de n,



R es un radical hidrocarburo que contiene al menos dos átomos de carbono,

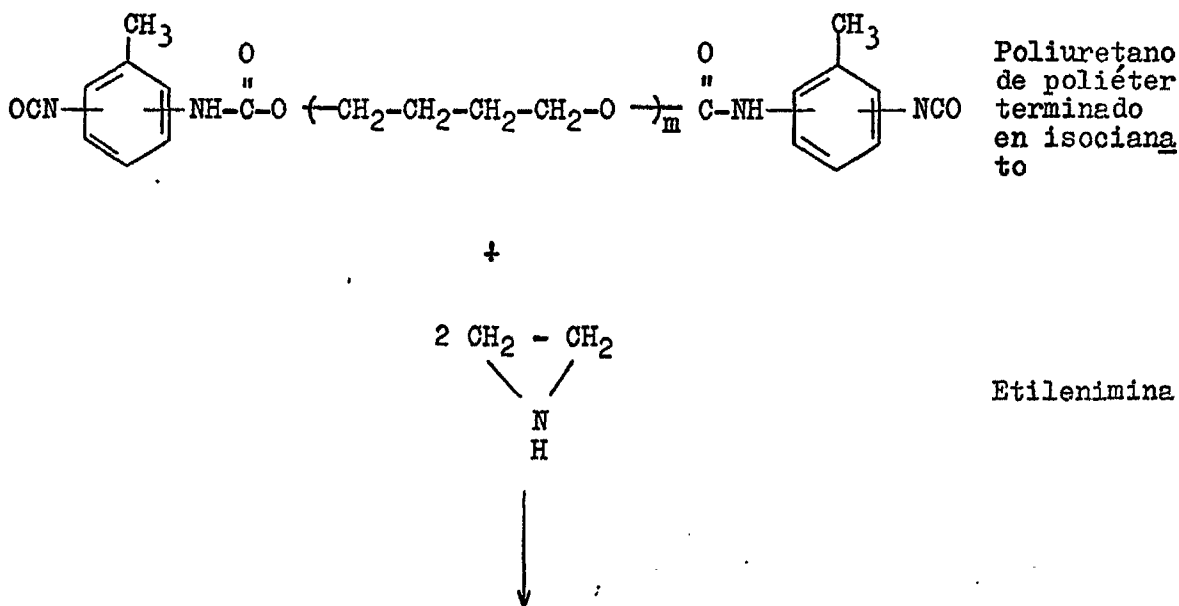
R' es hidrógeno, halógeno, alcoxi inferior, ó un radical de la estructura

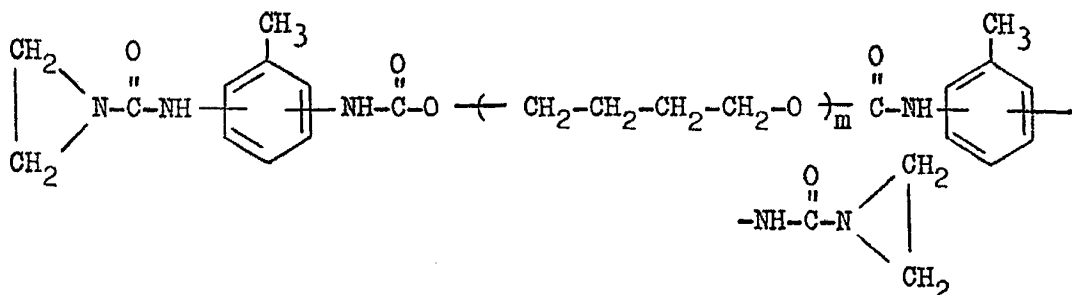


5. R'' es hidrógeno ó un radical alquilo inferior, n es un entero de 2 a 10, y x es un entero de 1 a 2.

Los derivados de aziridina del invento se preparan haciendo reaccionar una alquilenimina, como puede

10. ser una inina de etileno, propileno, butileno, con un poliuretano de poliéter (ó poliéster) que contengan grupos libres de isocianatos. Esta reacción simple establece la modificación deseada de aziridina del polímero de partida. Un ejemplo típico, pero en ningún caso limitativo, de la síntesis se ilustra a continuación:
- 15.

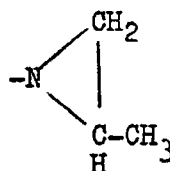




Poliuretano de poliéter modificado con aziridina.

(En las fórmulas anteriores, m representa el número de unidades repetidas de éter de tetrametileno. Este número puede oscilar, por ejemplo, de aproximadamente 5 a 50).

5. La reacción se lleva a cabo a aproximadamente 10 a 40°C, y en condiciones esencialmente anhidras para evitar la hidrólisis de los grupos de isocianato. La alquilenimina se suministra en exceso para asegurar la conversión de todos los grupos de isocianato a grupos de aziridina. Es evidente por las fórmulas anteriores que se puede efectuar la modificación en los anillos de aziridina mediante la elección del reactivo de alquilenimina. Por ejemplo, si se emplea propileneimina en lugar de etilenimina, los anillos de aziridina corresponderán a la estructura:



15. En otras palabras, en este caso R" (en la fórmula I) es metilo.



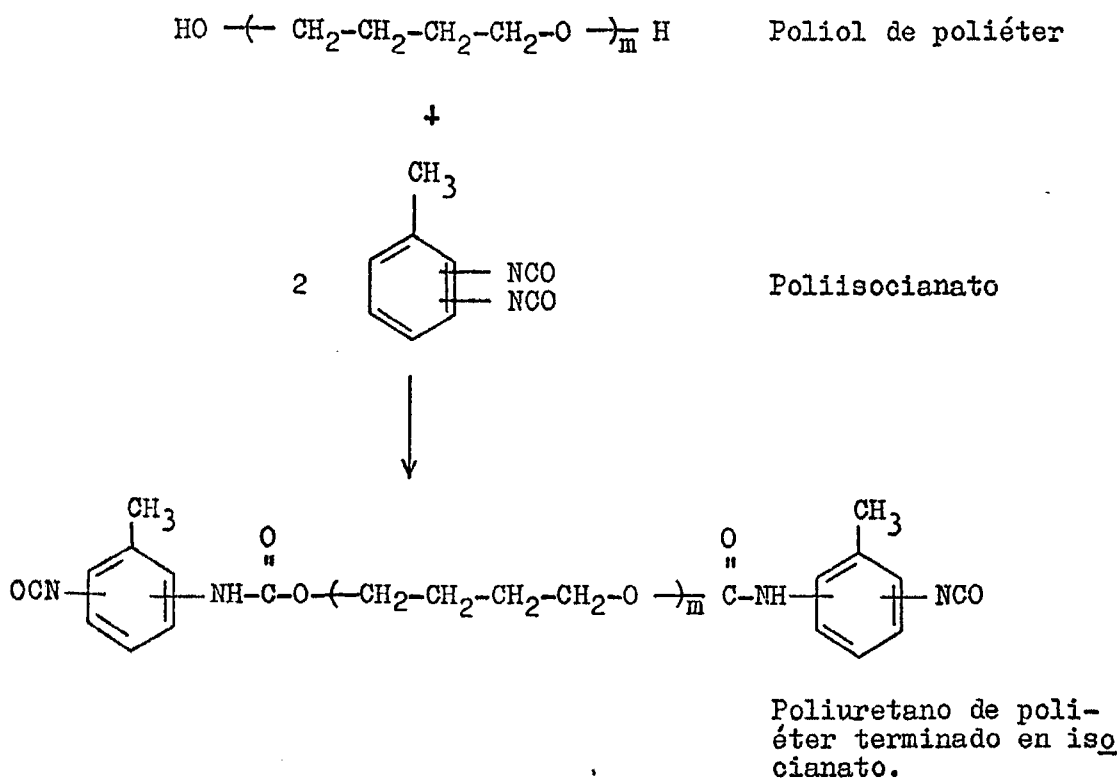
- Refiriéndonos a la fórmula I anterior, es evidente que la elección del producto intermedio polímero - el poliuretano de poliéter ó de poliéster que contiene grupos libres de isocianato - determinará los valores de A, R, R', n, y x. La preparación de estos productos intermedios es bien conocida en la profesión; se utilizan ampliamente en la producción de espumas de uretano para aplicaciones de almohadillado y aislamiento, y en la producción de elastómeros. Aunque la preparación de estos productos intermedios no forma parte del presente invento, se explicará este asunto a continuación para ilustrar la amplia gama de productos intermedios que se puede emplear para producir los derivados de aziridina del invento. Así, para conseguir los fines del invento, el producto intermedio puede ser cualquier poliuretano de poliéter ó poliéster que contenga al menos dos grupos libres de NCO por molécula de polímero. Son preferibles los productos intermedios polímeros que tengan un peso molecular de por lo menos 500, mejor aún aquellos que tengan un peso molecular de por lo menos 1000. Asimismo es preferible en general, emplear los polímeros a base de poliéter, por ejemplo, los poliuretanos que contengan NCO derivados de glicoles de éter de polialquileno tales como los glicoles de éter de polietileno, glicoles de éter de politrimetileno, glicoles de éter de tetrametileno, glicoles de éter de polipropileno y similares.

Productos intermedios polímeros

- Los poliuretanos de poliéter (ó poliéster) que contienen grupos de isocianato libres útiles como productos intermedios para el presente invento pueden prepararse,



según es bien sabido en la profesión, haciendo reaccionar un poliol de poliéter (ó poliéster) con un poliisocianato, empleando un exceso de este último para asegurar la provisión de grupos de isocianato libres en el producto. Un ejemplo típico, pero en modo alguno limitativo, se ilustra a continuación:



10. (En las fórmulas anteriores, m representa el número de unidades repetidas de éter de tetrametileno. Este número puede oscilar, por ejemplo, entre 5 y 50 aproximadamente).

Se pueden citar como ejemplos representativos de los poliisocianatos que se pueden emplear para la reacción con el poliol de poliéter (o poliéster) los que siguen:



- tolueno-2,4-diisocianato
tolueno-2,6-diisocianato
mezclas comerciales de tolueno-2,4 y 2,6-diisociana
to
5. etilendiisocianato
etilidendiisocianato
propileno-1,2-diisocianato
ciclohexileno-1,2-diisocianato
ciclohexileno-1,4-diisocianato
10. m-fenileno diisocianato
3,3'-difenil-4,4'-bifenilendiisocianato
4,4'-bifenilendiisocianato
3,3'-dicloro-4,4'-difenilendiisocianato
1,6-hexametilendiisocianato
15. 1,4-tetrametilendiisocianato
1,10-decametilendiisocianato
1,5-naftalendiisocianato
cumeno-2,4-diisocianato
4-metoxi-1,3-fenilendiisocianato
20. 4-cloro-1,3-fenilendiisocianato
4-bromo-1,3-fenilendiisocianato
4-etoxi-1,3-fenilendiisocianato
éter de 2,4'-diisocianatodifenilo
5,6-dimetil-1,3-fenilendiisocianato
25. 2,4-dimetil-1,3-fenilendiisocianato
éter de 4,4'-diisocianatofenilo
bencidinodiisocianato
4,6-dimetil-1,3-fenilendiisocianato
9,10-antraceniisocianato
30. 4,4'-diisocianatodibencilo



- 3,3-dimetil-4,4'-diisocianatodimetilmetano
- 2,6-dimetil-4,4'-diisocianatodifenilo
- 2,4-diisocianatostilbeno
- 3,3'-dimetil-4,4'-diisocianatodifenilo
- 5. 3,3'-dimetoxi-4,4'-diisocianatodifenilo
- 1,4-antracenediisocianato
- 2,5-fluorenediisocianato
- 1,8-naftalenediisocianato
- 2,6-diisocianatobencfuran
- 10. 2,4,6-toluenotriisocianato, y
- p,p',p''-trifenilmetano triisocianato

- Es evidente que la elección del reactivo de poliisocianato determinará los valores de R y R' en la fórmula I. Por ejemplo, cuando el reactivo es un diisocianato de hidrocarburo, R será un radical hidrocarburo y R' representará un átomo de hidrógeno formando parte de dicho radical hidrocarburo. Cuando el reactivo contenga un sustituyente tal como cloro o metoxi - como ocurriría, por ejemplo, en el caso del 4-cloro-1,3-fenilendiisocianato ó 4-metoxi-1,3-fenilendiisocianato - R será el residuo hidrocarburo del reactivo y R' será el sustituyente - cloro ó metoxi - en los ejemplos expuestos.
- 15.
 - 20.

- Los productos intermedios polímeros útiles para las dinalidades del invento pueden derivarse, a su vez, de una amplia variedad de polioles de poliéter y polioles de poliéster, describiéndose a continuación ejemplos representativos de estos polioles:
- 25.

- Entre los polioles de poliéter que se pueden emplear se encuentran aquellos preparados por reacción de un óxido de alquileo con un iniciador que contenga gru-
- 30.



- pos de hidrógeno activos, siendo un ejemplo típico de iniciador un alcohol polihídrico como es el etilenglicol. La reacción se lleva normalmente en presencia de un catalizador ácido ó básico. Se citan como ejemplos de óxidos de alquileo que se pueden emplear en la síntesis el óxido de etileno, óxido de propileno, cualquiera de los óxidos de butileno isómero, y mezclas de dos ó mas óxidos de alquileo diferentes como son las mezclas de óxidos de etileno y propileno. Los polímeros resultantes contienen un esqueleto de poliéter y terminan en grupos hidroxilos. El número de grupos hidroxilos por molécula del polímero está determinado por la funcionalidad del iniciador de hidrógeno activo. Por ejemplo, un alcohol bifuncional, como es el etilenglicol (como iniciador de hidrógeno) conduce a cadenas de poliéter en las que hay dos grupos hidroxilos por molécula de polímero. Cuando la polimerización del óxido se lleva a cabo en presencia de glicerol, un alcohol trifuncional, las moléculas de poliéter resultantes contienen un término de tres grupos hidroxilos por molécula. Una funcionalidad aún mayor - mas grupos hidroxilos - se obtiene cuando el óxido se polimeriza en presencia de tales polioles tales como el pentaeritritol, sorbitol, dipentaeritritol y similares. Además de los indicados arriba, otros ejemplos de alcoholes polihídricos que pueden reaccionar con óxidos de alquileo para producir polioles de poliéter útiles comprenden:
- propilenglicol
 - trimetilenglicol
 - 1,2-butilenglicol



- 1,3-butanodiol
1,4-butanodiol
1,5-pentanodiol
1,2-hexilenglicol
5. 1,10-decanodiol
1,2-ciclohexanodiol
2-buten-1,4-diol
3-ciclohexeno-1,1-dimetanol
4-metil-3-ciclohexano-1,1-dimetanol
10. 3-metileno-1,5-pentanodiol
dietilenglicol
(2-hidroxietoxi)-1-propanol
4-(2-hidroxietoxi)-1-butanol
5-(2-hidroxipropoxi) 1-pentanol
15. 1-(2-hidroximetoxi)-2-hexanol
1-(2-hidroxipropoxi)-2-octanol
3-aliloxi-1,5-pentanodiol
2-aliloximetil-2-metil-1,3-propanodiol
[(4-pentiloxi)metil]-1,3-propanodiol
20. 3-(o-propenilfenoxi) 1,2-propanodiol
tiodiglicol
2,2'-[tiobi(etilenoxi)]dietanol
glicol de éter de polietileno (peso molecular aproximadamente 200)
25. 2,2'-isopropilidenobi(p-fenilenoxi) dietanol
1,2,6-hexanotriol
1,1,1-trimetilolpropano
3-(2-hidroxietoxi)-1,2-propanodiol
3-(2-hidroxipropoxi)-1,2-propanodiol
30. 2,4-dimetil-2-(2-hidroximetoxi)metilpentanodiol-1,5



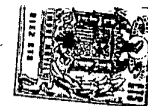
- 1,1,1-tri[(2-hidroxietoxi)metil]etano
- 1,1,1-tri[(2-hidroxipropoxi)metil]propano
- trietanolamina
- triisopropanolamina
- 5. resorcinol
- pirogalol
- floroglucinol
- hidroquinona
- 4,6-di-terciariobutil catecol
- 10. catecol
- orcinol
- metilfloroglucinol
- hexiresorcinol
- 3-hidroxi-2-naftol
- 15. 2-hidroxi-1-naftol
- 2,5-dihidroxi-1-naftol
- bifenoles tales como el 2,2-bi-(p-hidroxifenil)propano y bi-(p-hidroxifenil)metano
- 1,1,2-tri-(hidroxifenil)etano
- 20. 1,1,3-tri-(hidroxifenil)propano.

Una categoría especialmente útil de polioles de poliéter son los politetrametilenglicoles. Se preparan mediante la polimerización de apertura de anillo de tetrahidrofuran y contienen la unidad repetitiva.

- 25.
$$-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O}-$$

en el esqueleto de polímero. La terminación de las cadenas de polímero es por grupos hidroxilos.

- 30. Los polioles de poliéster que se pueden emplear como precursores para las aziridinas del invento, se preparan del modo más fácil mediante polimerización por conden



- sación de un poliol con un ácido polibásico. Los reactivos de poliol y ácido se emplean en una proporción tal que esencialmente todos los grupos ácidos se esterifican y la cadena resultante de unidades de éster queda terminada en grupos hidroxilos. Son ejemplos representativos de ácidos polibásicos para producir estos polímeros el ácido oxálico, ácido malónico, ácido succínico, ácido glutárico, ácido adípico, ácido pimélico, ácido subérico, ácido azelaico, ácido sebácico, ácido brasílico, ácido tápsico, ácido maleico, ácido fumárico, ácido glutacónico, ácido α -hidromucónico, ácido β -hidromucónico, ácido α -butil- α -etilglutárico, ácido α , β -dietilsuccínico, ácido o-ftálico, ácido isoftálico, ácido tereftálico, ácido hemimelítico, ácido trimelítico, ácido trimésico, ácido melofánico, ácido prenítico, ácido piromelítico, ácido cítrico, ácido bencenopentacarboxílico, ácido 1,4-ciclohexanodicarboxílico, ácido diglicólico, ácido tiodiglicólico, ácido oleico dimerizado, ácido linoleico dimerizado y otros similares. Son ejemplos representativos de polioles para formar estos polímeros el etilenglicol, 1,3-propilenglicol, 1,2-propilenglicol, 1,4-butilenglicol, 1,3-butilenglicol, 1,2-butilenglicol, buteno-1,4-diol, 1,5-pentanodiol, 1,4-pentanodiol, 1,3-pentanodiol, 1,6-hexanodiol, hexano-1,6-diol, 1,7-heptanodiol, dietilenglicol, glicerina, trimetilolpropano, 1,3,6-hexanotriol, trietanolamina, pentaeritritol, sorbitol, y cualquiera de los demás polioles indicados anteriormente con relación a la preparación de polioles de poliéster.

Una clase interesante de polioles de poliéster es aquella que comprende unidades de poliéster que se pueden



- considerar como polioles de poliéster ó como polioles de poliéter, dependiendo de que los grupos de éster ó de éter se hallen en mayoría. Los compuestos pueden producirse por polimerización de condensación de cualquiera
5. de los ácidos carbosílicos polibásicos arriba mencionados con un glicol de éter de polialquileno - normalmente, un glicol de éter de polietileno que tenga un peso molecular de aproximadamente 200 a 2000 - empleando el glicol en la proporción necesaria para asegurar la terminación
10. por grupos hidroxilos.
- Los ésteres del ácido que contiene hidroxilo, ácido ricinoleico, forman otra categoría de polioles de poliéster útiles. Normalmente, se pueden emplear ésteres de ácido ricinoleico con etilenglicol, propilenglicol,
15. glicerol, pentaeritritol, diglicerol, dipentaeritritol, glicoles de éter de polialquileno, y similares. Como representativo de esta categoría se puede citar en aceite de ricino que se compone principalmente por el triglicérido de ácido ricinoleico.
20. Aplicación de la aziridina al género textil
- Las aziridinas del invento pueden aplicarse a los géneros textiles de modos diversos. Una técnica comprende el aplicar la aziridina como tal al género textil, empleando un ligero calentamiento si fuera necesario para
25. hacer fluir la aziridina y distribuirla con cilindros calentadores ó medios similares. Una técnica de preferencia comprende el disolver la aziridina en un disolvente volátil inerte y aplicar la solución resultante al género textil. Se pueden citar como ejemplos de disolventes que
30. se pueden emplear: benceno, tolueno, xileno, dioxano, éter



- de diisopropilo, éter de dibutilo, acetato de butilo, hidrocarburos clorados como son el cloroformo, tetracloruro de carbono, dicloruro de etileno, tricloroetileno, 1,3-diclorobenceno, fluorohidrocarburos como son el benzotrifluoruro, 1,3-bi-(trifluorometil)benceno, etc, destilados del petroleo tales como las naftas del petroleo, etc. Normalmente es preferible emplear las aziridinae en forma de emulsiones acuosas. Estas se pueden preparar por medio de técnicas normales - agitación de la aziridina con agua y un agente emulsor normal como puede ser un alquillfenoxipoli-(etilenoxi)etanol, monopalmitato de poliexietilensorbitan, éter de poliexietilena Laurilo, estearato de polioxietileno-polioxipropileno, monopalmoato de sorbitan, monolaurato de sorbitan, y otros por el estilo. La concentración de la aziridina en la dispersión - empleándose este término en la presente memoria en un sentido genérico que comprende emulsiones y soluciones - no es un factor crítico y puede variar dependiendo de tales circunstancias como las características de solubilidad de la aziridina, la cantidad de aziridina que se deposita sobre las fibras, la viscosidad de la dispersión, etc. En general, una cantidad práctica de concentración es la comprendida entre un 1 % a un 25 %, aproximadamente. La dispersión puede distribuirse sobre el género textil empleando cualquiera de los métodos normales, como por ejemplo pulverización, aplicación con pincel, impregnación en foulard, inmersión, etc. Una técnica de muestra preferencia comprende la operación de sumergir el género textil en la dispersión y después hacerlo pasar a través de rodillos escurridores para eliminar el exceso de líquido.
- 5.
 - 10.
 - 15.
 - 20.
 - 25.
 - 30.



- Se pueden emplear técnicas tales como el soplado de aire a través del género textil tratado para reducir la cantidad de líquido que existe en los intersticios entre elementos fibrosos. En cualquier caso, las condiciones de aplicación se ajustan de modo que el género textil contenga la proporción de aziridina deseada. En general, la cantidad de aziridina es de aproximadamente un 0,5 a un 20 %, basado en el peso del género textil, pero es evidente que se pueden emplear mayores proporciones para fines especiales. En el tratamiento de géneros textiles como son las telas, la cantidad de aziridina queda normalmente limitada a un orden de aproximadamente 0,5 a 10 % para obtener el resultado deseado como es la resistencia al encogimiento sin interferir en el pacto del género textil.
5. Después de la aplicación de la aziridina, el género textil tratado se solidifica (calienta) para efectuar una insolubilización de la aziridina aplicada y promover el aglutinamiento de la aziridina al género textil. Aunque el mecanismo del aglutinamiento no ha sido identificado, se sabe que dicho aglutinamiento tiene lugar y que comprende combinación química de la aziridina con radicales activos presentes en el substrato del género textil, comprendiendo estos radicales activos grupos carboxilos, hidroxilos, aminos y tioles. Tales grupos se encuentran presentes, como es lógico, en cualquier género textil que comprenda lana, pelo animal, cuero, y otros materiales proteínáceos; algodón, rayón, lino y otras fibras celulósicas; nilón, poliuretanos y otras muchas fibras sintéticas.
10. En los casos en que la aziridina se aplica como dis
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



- persión, ó sea, una solución, emulsión, ó suspensión, es preferible evaporar el disolvente ú otro medio dispersante volátil antes de la operación de solidificación. Dicha evaporación previa no es un factor crítico y la evaporación puede efectuarse simplemente como parte de la
5. etapa de solidificación. La temperatura aplicada en la etapa de solidificación no es un factor crítico y normalmente se halla comprendida entre 50°C a 150°C, aproximadamente. Es evidente que el tiempo necesario para la solidificación variará con factores tales como la reactividad
10. de la aziridina elegida, el tipo de género textil y particularmente la temperatura de forma que una temperatura baja de solidificación exigirá un tiempo mayor y viceversa. Resultará evidente además a los expertos en la materia que
15. en cualquier caso particular la temperatura de solidificación no deberá ser tan alta que produzca la degradación del género textil ó la aziridina. En muchos casos se efectúa una solidificación adecuada calentando el género textil tratado en un horno a aproximadamente 100°C por espacio de unos 5 a unos 60 minutos.
- 20.

- Aunque el presente invento ofrece una ventaja particular en su aplicación, a la lana, en modo alguno es este el único tipo de fibra que cae dentro del ámbito del invento. De un modo genérico, el invento es aplicable al
25. tratamiento de cualquier género textil y este material puede tener cualquier forma física, v.g., masa de fibras, filamentos, hilados, hilos, torzales, mechas, cintas, cinta peinada, cinteria gruesa, cordón, telas tejidas ó géneros de puntos, fieltros ú otras telas no tejidas, prendas ó
30. piezas de prendas. Son ejemplos ilustrativos de géneros

- textiles a los que se puede aplicar el invento: los géne-
ros textiles que contienen polisacárido, por ejemplo,
aquellos formados por celulosa ó celulosas regeneradas ó
que las contienen, v.g., algodón, lino, hilo, yuta, ramio,
5. eneguen ó sisal, rayones de acetato de celulosa, rayones
de acetato-butirato de celulosa, rayones de acetato sapo-
nificado, rayones de viscosa, rayones de cupanomio, celu-
losa de etilo, fibras preparadas a partir de amilosa, al-
10. ginas, ó pectinas; mezclas de dos o más de dichos géneros
textiles que contienen polisacárido. Géneros textiles que
contienen proteína, por ejemplo, aquellos formados por la
na, seda, pelo animal, pelo de camello, cuero, piel, fi-
bras proteínicas regeneradas como las que se preparan a
partir de caseína, soja, proteína de cacahuete, zeína,
15. glutén, albúmina de huevo, colagén ó queratinas, como son
las plumas, pezuñas ó cuernos de animales. Mezclas de
dos ó más géneros textiles que contengan proteína. Mezclas
de géneros textiles que contengan polisacárido y géneros
textiles que contengan proteína, v.g., mezclas de lana y
20. algodón; lana y viscosa, etc. Los géneros textiles for-
mados por resinas sintéticas ó que las contienen, v.g.,
resinas alquílicas, alcohol de polivinilo, alcohol de po-
livinilo parcialmente esterificado ó parcialmente eterifi-
cado, nilón, poliuretanos, tereftalato de polietilengli-
25. col, poliacrilonitrilo, polietileno, polipropileno, cloru-
ro de polivinilo y cloruro de polivinilideno. Las mezclas
de fibras naturales tales como el algodón ó lana con fi-
bras sintéticas como son el nilón, tereftalato de poli-
etilenglicol, acrilonitrilo, etc. Las fibras inorgánicas,
30. como son el amianto y fibras de vidrio. Las enseñanzas



- del invento pueden aplicarse también con el fin de obtener efectos funcionales ó decorativos como es la resistencia al encogimiento, desarrollar cualidades de rayas ó plisados permanentes, apresto, acabado, aumentar la resistencia a la abrasión, aumentar el brillo ó transparencia, aumentar la repelencia al agua, aceite y suciedad, aumentar las características de adherencia ó aglutinamiento de los substratos con goma, resinas de poliéster, etc.

Sistema de solidificación retardada

10. Una modalidad particular de este invento se refiere a la manufactura de productos de lana que exhiben no sólo una resistencia al encogimiento sino también cualidades de planchado permanente. Hasta el momento, nadie ha sido capaz de impartir esta combinación de propiedades útiles a la lana.

- Los tratamientos existentes de antiencogimiento a la lana dan lugar a telas dimensionalmente estables; no obstante cuando se lavan las telas ó se limpian en seco quedan con una apariencia ajada y deben plancharse.
20. Los plisados que han conseguido en prendas de lana mediante tratamiento, por ejemplo, con agentes reductores tales como el tioglicolato de amonio ó disulfito de sodio. No obstante, los plisados no resisten el lavado con agua ni en general mas de uno ó dos limpiezas en seco. Como es lógico no se consigue antiencogimiento con estos procedimientos de plisado. Los intentos realizados para combinar los tratamientos de antiencogimiento de la lana con tratamientos de plisado no han tenido éxito por el hecho de que aunque se puede controlar el encogimiento, los plisados se pierden después de lavado acuoso y las telas necesitan plan
- 25.
- 30.



chado para que tengan una buena apariencia. Los diversos materiales tales como las resinas de melamina-formaldehido, resinas de urea-formaldehido, dihidroxi-etileno dimetilol urea, ó carbamatos alquílicos, que se utilizan industrialmente para producir prendas con plisados permanentes, de algodón ó de algodón-mezclas sintéticas, han fracasado totalmente cuando se han aplicado a la lana.

5.

No obstante, estos problemas quedan resueltos con el presente invento. Mediante la aplicación de nuestras

10.

aziridinas a los géneros de lana se consigue resistencia al encogimiento, una apariencia suave libre de arrugas después del lavado ó limpieza en seco de forma que no se necesita planchado, y las rayas en la tela ó plisados que dan permanentes - resisten lavados acuosos repetidos ó limpiezas en seco.

15.

Esta modalidad del invento se puede llevar a la práctica con mayor beneficio en un sistema que incorpore una operación de solidificación retardada, ó sea, la aziridina se aplica al género pero se retrasa la solidificación hasta que se haya dado a la tela la forma del producto deseado, que puede ser, por ejemplo, una prenda terminada. En este caso la operación de solidificación no solamente aglutina la aziridina a la tela, sino que produce rayas ó pliegues permanentes que se hayan formado en la tela. A continuación se describen diversos modos típicos de llevar a la práctica esta modalidad del invento:

20.

25.

La aziridina se aplica a la tela utilizando una solución ó emulsión de la aziridina, según se ha descrito anteriormente. Las condiciones de aplicación pueden ajustarse para que varíe la cantidad de aziridina depositada

30.

- en el género. Normalmente es preferible depositar aproximadamente de un 0,2 a un 20 % de la aziridina, basado en el peso del género. En una modificación preferida del procedimiento se incorpora un agente reductor, como
5. es el bisulfito de sodio, en el preparado líquido de la aziridina. No obstante, según se explicará mas adelante, el agente reductor puede aplicarse en una etapa ulterior en el proceso de elaboración. Después se seca el género tratado para eliminar el disolvente u otro vehículo
10. en el que se haya formado la dispersión de aziridina para la etapa de aplicación. El secado puede realizarse a temperatura normal, (temperatura del ambiente), ó bien se puede aplicar aire templado para aumentar la velocidad de evaporación. Con el fin de evitar una solidificación
15. prematura, la temperatura de la tela tratada deberá mantenerse por debajo de unos 50°C. No obstante, como la solidificación no tiene lugar inmediatamente, son permisibles las cortas exposiciones a temperaturas más elevadas.

- Después se forma el producto deseado con el género que contiene la aziridina en su estado sin solidificar.
20. Este producto puede ser, por ejemplo, una prenda en cuyo caso la tela se someterá a las operaciones normales de confección como son el corte, cosido y planchado. En estas operaciones estará comprendida la formación de rayas ó
25. pliegues en zonas elegidas empleando los métodos de planchado normales utilizados por el sastre. En el caso de que un agente reductor no se aplique conjuntamente con la aziridina, se puede aplicar dicho agente reductor al género textil durante la operación de humedecimiento que forma
30. parte normalmente de la operación de planchado. Por

- ejemplo, se puede rociar una solución acuosa del agente reductor sobre el género textil, particularmente en aquellas zonas donde se pretende formar rayas ó pliegues. Normalmente se aplica suficiente cantidad de solución de
5. forma que haya presente aproximadamente de un 0,1 a un 2 % del agente reductor, basado en el peso del género. Se hace incapié de un modo particular en que la producción de prendas no es preciso que se realice directamente después del tratamiento del género con aziridina. Verdaderamente,
10. el género que contiene la aziridina sin solidificar puede mantenerse durante largos periodos de tiempo sin peligro de que ocurra una solidificación espontanea. Las aziridinas del invento se caracterizan de un modo particular por su estabilidad, v.g., su capacidad para permanecer
15. en estado sin solidificar durante largos periodos de tiempo. Aún mas, la humedad no afecta su estabilidad. Si se tuviera que aplicar humedad (como es necesario en ciertas etapas de la manufactura de las prendas) no existe el peligro de que ocurra una solidificación prematura.
20. La prenda ú otro artículo textil se somete entonces a una operación de solidificación para insolubilizar la aziridina y aglutinarla a las fibras de la lana. Normalmente, la solidificación se realiza colocando las prendas en un horno donde se mantienen a una temperatura y
25. durante un tiempo suficiente para producir la solidificación deseada de la aziridina aplicada. En general, se emplean temperaturas de por lo menos 50°C, preferiblemente de unos 100 a unos 150°C, durante un periodo de tiempo de aproximadamente de 5 a 60 minutos. El producto, después
30. de ser sacado del horno, estará dispuesto para uso ó para



venta y, según se indicó anteriormente, exhibe no sólo-
mente resistencia al encogimiento cuando se lava, sino
que además retiene sus rayas, sus pliegues ú otras con-
formaciones producidas en la tela. Asimismo, cuando se
5. lavan, los productos retienen una pulcra apariencia li-
bres de encogimientos ó chafado de forma que mantienen
un planchado permanente, v.g., no necesitan plancha aún
después de lavados repetidos.

- Según se indicó anteriormente, cuando se desea ob-
10. tener cualidades de plisado permanente, es preferible
aplicar un agente reductor al género textil conjúntamen-
te con la aplicación de aziridina ó en una etapa ulterior
pero anterior a la solidificación. Se pueden citar como
ejemplos representativos de agentes reductores: los sul-
15. furos inorgánicos tales como los sulfuros e hidrosulfuros
de metal alcalino, metal alcalinotérreo, amonio, etc. Com-
puestos orgánicos que contienen un grupo tiol, como, por
ejemplo, ácido tioglicólico, ó sus sales como son las sa-
les de metal alcalino ó amonio; betamercaptoetanol; mon-
20. tioglicerol; ditioglicerol; tiobutilo; ácido tiomálico ó
sus sales; ácido tioláctico ó sus sales; tiofenol, tiocre-
sol; etc. Acido sulfínico de formamidina, conocido tam-
bién como betaina de ácido iminoaminometano sulfínico. Sul-
foxilatos de formaldehido, generalmente empleados en for-
25. ma de sus sales de metal alcalino, cinc, ó amonio. Sulfi-
tos, disulfitos e hidrosulfitos de metal alcalino ó amonio.
Productos de adición de aldehido ó cetona con sulfito ó bi-
sulfitos, v.g., bisulfito de formaldehido sódico, bisulfi-
to de acetona sódica, etc. De un modo genérico, los agen-
30. tes reductores empleados según el invento pueden definirse



como agentes de disociación de disulfuro, reductivos, que contienen azufre, debido al hecho de que todos ellos contienen azufre en sus estructuras y debido a su capacidad para abrir el enlace del disulfuro (cistina) en la molécula de la lana, convirtiendo generalmente un enlace de disulfuro simple (-S-S-) en dos grupos tioles (-SH).

5.

La cantidad de agente reductor no es un factor crítico y puede variar dependiendo de circunstancias tales como la eficacia del agente elegido, la duración de la fijación deseada en el producto, caracter de las fibras en tratamiento, etc. Aún las cantidades insignificantes de agente reductor proporcionará algún grado de mejora. Normalmente, el agente reductor se emplea en una cantidad comprendida entre un 0,1 a un 2 %, aproximadamente, basado en el peso del substrato textil en tratamiento. Como es lógico, es evidente que no se deberá aplicar el agente reductor en una proporción tan alta que pudiera degradar el substrato textil.

10.

15.

20.

25.

30.

Aunque el empleo de agente reductor junto con nuestras aziridinas ofrece una ventaja principal en los tratamientos en los que han de formarse en el substrato plisados duraderos y otras configuraciones, el empleo de agente reductor en otros procedimientos se encuentra comprendido dentro del alcance general del invento, v.g., aquellos que no comprendan la formación de rayas ó plisados. La ventaja que ofrece el agente reductor consiste en que realiza el aglutinamiento de la aziridina al substrato textil. Así, de un modo genérico, el invento comprende en su alcance general cualquier procedimiento de tratamiento de géneros textiles en el que el agente reductor se utilice



junto con muestras aziridinas, y se aplique al género textil conjuntamente con la aziridina ó en cualquier etapa anterior ó ulterior, antes de la etapa de solidificación.

5. Los catalizadores apropiados para el reactivo de celulosa y agente estabilizante de la lana comprenden ácidos libres, sales de ácido, sales de alcalonamina, sales metálicas y similares. Son ejemplos de catalizadores apropiados el nitrato de cinc, cloruro de magnesio, perclorato de magnesio, perclorato de cinc, fluorato de cinc,
10. ácido fosfórico ó fosfatos de ácido, cloruro amónico, ácido cítrico, ácido acético, ácido tartárico, hidrocioruro de amina, etc. Dichos catalizadores se denominan en la presente memoria como catalizadores ácidos.
15. La concentración de catalizador empleado puede oscilar entre un 0,1 % a un 25 % ó aún mayor, basada en el peso de los sólidos resinosos, dependiendo del tipo de catalizador empleado. Así, por ejemplo, se puede emplear entre un 0,1 % y un 10 %, aproximadamente de un ácido libre,
20. que puede ser fosfórico, tartárico, oxálico ó similar, mientras que cuando se trata de cloruro de amonio, se emplean cantidades comprendidas entre un 0,5 % y un 10 % aproximadamente. Cuando se trata de sal de amina, incluyendo las sales de alcalonamina, como es el hidrocioruro de dietanolamina, las cantidades más útiles son aquellas
25. comprendidas entre un 1,0 % y un 10 % aproximadamente, mientras que con relación a sales tales como el cloruro de magnesio, cloruro de cinc, nitrato de cinc y cloruro de aluminio, se han empleado con éxito cantidades comprendidas
30. entre un 5 % y un 25 %, aproximadamente, preferiblemente



te de un 8 a un 15 %. En todos los casos, la concentración del catalizador se basa en el peso de los sólidos resinosos empleados.

- En la práctica del presente invento, es preferible normalmente que, después de la impregnación pero antes de cortar la tela y coserla para confeccionar la tela, se exprima el exceso de material impregnante del género impregnado y que se seque la tela, llevándose a cabo el secado a temperaturas lo suficientemente bajas para que no induzcan la solidificación sustancial ó reacción entre el reactivo de celulosa termoendurecible y la celulosa. Si tuviera lugar una solidificación sustancial durante la etapa de secado, haría como es lógico que el género fuera incapaz de conseguir propiedades de planchado permanente durante las etapas ulteriores de planchado y solidificación. Así, una simple prueba práctica y eficaz para determinar si la temperatura de secado es lo suficientemente baja consiste en determinar si el género seco adquiere características de planchado permanente después de su planchado y solidificación.
- Según se ha indicado anteriormente, supone una ventaja emplear un agente reductor con las aziridinas por si solas. No obstante, cuando se emplean con reactivos de celulosa, es preferible omitir el uso del agente reductor.
- La temperatura recomendada de solidificación se encuentra comprendida entre 143 y 176°C, preferiblemente entre 148 y 171°C. El tiempo de solidificación oscilará entre un cuarto de minuto a 30 minutos dependiendo de la temperatura empleada.
- Se supone que otros objetos y ventajas del presente
- 5.
 - 10.
 - 15.
 - 20.
 - 25.
 - 30.



- te igualmente del presente invento y el agente humectante específico empleado fué Tergito TMN, un compuesto de trimetilnonanol que actúa para realzar la penetración de materiales impregnantes en el género. Por último, la
5. emulsión de polietileno empleada en los ejemplos I y II no forma parte del presente invento y es simplemente un aditivo normal utilizado para realzar el tacto del género.

- Los poliacrilatos de autoreticulación empleados en los ejemplos que siguen se encuentran en el mercado
10. con el nombre de Rhoplex y con el nombre de Nacrylic procedentes de Rohm & Haas y National Starch Corporation, respectivamente. Tales poliacrilatos son polímeros mixtos de emulsión de ácidos acrílicos tales como el ácido acrílico, ácido metacrílico y ácido metacónico con alcoholes
15. monohídricos que tienen de 1 a 12 átomos de carbono como son el metanol, etanol, butanol, etc., y que contiene partes funcionales como son grupos carboxilos, glicidilos, hidroxilos ó de amidas.

Ejemplo I

20. Un género que contenía un 55 % de lana y un 45 % de rayón se sometió al tratamiento de modos diversos como sigue:
1. Empleando sólomente poliacrilato.
 2. Empleando sólomente reactivos de celulosa.
 25. 3. Empleando la combinación de poliacrilato y reactivo de celulosa.

- Se empleó Rhoplex K-3 como poliacrilato de autoreticulación. El Rhoplex K-3 tiene un T_i de -32°C . El reactivo de celulosa empleado era dimetilol dihidroxietilenurea, Permafresh 183, elaborado por la Sun Chemical
- 30.



Company.

Se trataron los géneros con las formulaciones que siguen:

Componente	% en peso			
	1	2	3	4
Rhoplex K-3	20	-	10	20
Permafresh 183	-	32,5	32,5	32,5
Nitrato de cinc	-	20(R)	20(R)	20(R)
Emulsión de Polietileno	-	2	2	2
Suavizador	-	4	4	4
Agente Humectante	0,25	0,25	0,25	0,25

(R) = % basado en el reactivo.

5. Se impregnaron las diversas muestras de género con los baños de tratamiento arriba indicados, se escurrieron para obtener una absorción de aproximadamente el 65 % y se secaron a 93°C. Después se plancharon los géneros impregnados para formar una raya ó plisado, empleando una temperatura de 154°C, con un ciclo de 5/10/5 (5 segundos vapor, 10 segundos retención, 5 de los 10 segundos de re-
10. tención con vacío) y después se solidificaron por espacio de 10 minutos a 171°C, simulando de este modo la manufac-tura de una prenda.

15. Se caloraron el control al ancoamiento y aparien-cia lavando los géneros con una lavadora doméstica del tipo de agitador a 60°C, y se secaron por tamboleo. A conti-nuación se indican los resultados de esta evaluación:



T A B L A 1

Muestra	Operación	Encogimiento %		Apariencia	
		U	R	SG	RP
	P y S	-	-	-	-
Sin tratar	1L	3,4	1,9	batanado	1
	5L	18,0	13,0	batanado	1
20 % K-3 solo	P y S	1,5	0	-	-
	1L	3,3	1,8	3	1
	5L	16,4	6,3	1	1
32,5 % PF 183 solo	P y S	0	0		
	1L	,8	1,3	4	4+
	5L	3,3	1,3	3+	2+
10 % K-3 + 32,5 % PF 183	P y S	0	0		
	1L	,3	0	4-	5
	5L	0,8	1,3	4-	5
20 % K-3 + 32,5 % PF 183	P y S	0	0		
	1L	0	0	4+	5
	5L	0	0	4+	5

Estos resultados demuestran que ni el poliacrilato ni el DMDHEU por si mismos proporcionaron resultados satisfactorios, aunque el DMDHEU proporcionó un mejor control al encogimiento, suavidad del género y retención de plisado que el poliacrilato. No obstante, no se eliminó completamente el encogimiento progresivo ni se mantuvo la suavidad del género adecuada y retención de plisados después de 5 lavados.

Por consiguiente, resultó de lo más inesperado y sorprendente el hallazgo de que cuando se emplearon juntas las mismas cantidades de ambos compuestos el poliacrilato y DMDHEU, los resultados obtenidos excedieron con mucho a los que se hubieran pronosticado basándose en la suma de los resultados de las pruebas por separado.



- Se obtuvo un excelente control de encogimiento (eliminación completa de abatanado ó encogimiento progresivo), así como excelente suavidad del género y retención de plisado después de cinco lavados. De este modo, estos dos materiales - el poliacrilato de autoreticulación y el reactivo de celulosa - exhibieron un efecto sinérgico inesperado con relación al control de encogimiento, suavidad del género y retención de plisados.
- 5.
10. Aún cuando la concentración de poliacrilatos empleada junto con el IMDHEU se redujo en un 50 %, el efecto sinérgico fué muy evidente obteniéndose un control de encogimiento, suavidad del género y retención de plisado después de cinco lavados muy superior a las propiedades provistas por uno u otro material por si solo.
- 15.

Ejemplo II

Las formulaciones impregnantes empleadas en este ejemplo fueron las que siguen:

	<u>% en peso en el baño</u>	
	<u>Nº 1</u>	<u>Nº 2</u>
IMDHEU (40 % solución)	32,5	32,5
Nitrato de cinc (25 % solución)	6,5	6,5
Rhoplex K-3 (46 % emulsión)	20,0	-
Rhoplex K-14 (46 % emulsión)	- -	20,0
Emulsión de polietileno (30%)	2,0	2,0
Suavizador (25 % solución)	4,0	4,0
Agente humectante	0,25	0,25

El DMDHEU empleado en este ejemplo era el reactivo K de la American Cyanamid y el género tratado era una mezcla 50/50 (lana/rayón) un ligamento esterilla suelto, que pesaba aproximadamente 302,25 gramos por metro. El

5. El género se impregnó en una foulard de dos rodillos, empleando tres inmersiones y una pasada por los rodillos para proporcionar un 90 % de absorción de humedad (basado en el peso del género seco), se dejó permanecer en este estado de 10 a 20 minutos antes del secado, y después se secó a 98°C.
- 10.

Una muestra de este género se planchó ulteriormente utilizando un ciclo de 5/10/5 a 154°C, después se solidificó durante 10 minutos a 171°C. La evaluación de estos géneros empleando una lavadora doméstica a 60°C seguido de secado por tamboreo dió los resultados que siguen:

15.

T A B L A 2

Muestra	Operación	Encogimiento %		Apariencia	
		U	R	SG	RP
Sin tratar	1L	9,0	8,0	batanado	1
	5L	11,0	8,5	batanado	1
fórmula 1 (K-3)	P y S	0,5	1,3		
	1L	2,0	2,5	5	4+
	5L	2,0	2,5	5	4
fórmula 2 (K-14)	P y S	0,3+	0,9		
	1L	1,3	2,5	4+	3-
	5L	1,3	2,5	5-	4

Estos resultados indican que ambas emulsiones acrílicas dan unos resultados excelentes y aproximadamente iguales en términos de control al encogimiento y apariencia. La única diferencia fué el tacto, siendo más



suave el tacto del género tratado con K-14 (el polímero suavizador según indica su Ti) que el proporcionado por el K-3. No obstante ambos tactos fueron muy aceptables.

Se manufacturaron pantalones de mujer con estos géneros, cosiéndose las telas cuando aún se hallaban en estado sin solidificar, y después se plancharon las prendas y se solidificaron. Estos pantalones exhibieron un excelente comportamiento de retención de forma sin necesidad de planchado aún después de múltiples lavados.

10. Ejemplo III

Con el fin de determinar la duración de los géneros tratados con estas formulaciones, v.g., capacidad del género impregnado para ser almacenados en condiciones de ambiente sin una solidificación previa para después proporcionar buenos resultados de retención de raya ó plisado, retención de formas en las prendas que se cose, planchan y solidifican después de largos periodos de almacenamiento, estos géneros tratados se plancharon y se solidificaron después de un envejecimiento de varios periodos de tiempo.

Estos géneros se plancharon empleando un ciclo de 5/10/5 a 154°C, y después se solidificaron a 171°C. La evaluación de estos géneros, lavados en una lavadora doméstica a 60°C, seguido de secado por tamboreo, dieron los resultados que siguen.



T A B L A 3

Edad de almacenamiento de la muestra (meses)	Muestra	Operación	Encogimiento %		Apariencia	
			U	R	SG	RP
1	Fórmula 1 (K-3)	P y S	0	1,0		
		1L	0,5	2,0	4-	4
		5L	0,5	2,0	4	4
1	Fórmula 2 (K-14)	P y S	0,8	1,0		
		1L	1,8	2,5	4-	4-
		5L	1,3	2,0	4-	4-
2	Fórmula 1 (K-3)	P y S	0,5	0,5		
		1L	0,5	1,5	3	4-
		5L	0,5	2,0	4	4
2	Fórmula 2 (K-14)	P y S	0,8	1,0		
		1L	1,3	2,0	3	3+
		5L	1,5	2,5	4	4

El excelente control del encogimiento y apariencia demostrados por estos resultados indican que el género impregnado no tiene la tendencia a solidificarse estando almacenados de forma que las prendas confeccionadas con esos géneros almacenados pueden solidificarse después de su manufactura con buenos resultados de retención de forma y/o plisados.

5.

Ejemplo IV

10. Un género de franela que contenía un 50 % de lana, 40 % de rayón y que pesaba aproximadamente 341 gr/m. se trató con una formulación que comprendía lo siguiente:

	<u>% en peso en el baño</u>
DMDHEU (40 % solución)	40,0
Nitrato de cinc (25% solución)	8,0
Rhoplex K-3 (40 % emulsión)	20,0
Suavizador (25 % solución)	3,0
Agente humectante	0,25



5. El DMDHEU empleado era reactivo K de la American Cyanamid. La impregnación se realizó en una foulard de dos rodillos empleando dos inmersiones y una pasada por rodillos para proporcionar una absorción de aproximadamente el 80 %, (basado en el peso del género seco), secándose después a 110°C.

10. Una muestra de este género se planchó ulteriormente empleando un ciclo de 5/10/5 a 154°C, después se solidificó por espacio de 10 minutos a 171°C. La evaluación de este género, lavado en una lavadora doméstica a 70°C, seguido de secado por tamboreo, proporcionó los resultados que siguen:

T A B L A 4

Muestra	Operación	Encogimiento		Apariencia	
		U	R	SG	RP
Sin tratar	P y S	-	-	-	-
	1L	8,5	6,0	batanado	1
	5L	10,5	8,5	batanado	1
	10L	16,0	10,0	batanado	1
Tratado	P y S	1,0	1,0	-	-
	1L	2,0	1,5	4-	4
	5L	1,8	1,5	4+	4
	10L	2,0	2,0	4	4

Estos resultados demuestran que se obtuvieron un excelente control del encogimiento y apariencia.

15. Ejemplo 5

Un estambre de tejido apretado que contenía un 35% de lana, 50 % de rayón y 15 % de nilón, con un peso de aproximadamente 310 gr/m, se trató con la formulación que sigue.



		<u>% en peso en el baño</u>
	DMDHEU	40,0
	Nitrato de cinc (25 % solución)	8,0
	Rhoplex K-14 (46 % emulsión)	15,0
5.	Suavizador (25 % solución)	4,0
	Agente humectante	0,25

La impregnación se llevó a cabo, al igual que anteriormente, en una foulard de dos rodillos empleando dos inmersiones y una pasada por los rodillos para proporcionar una absorción de humedad de aproximadamente el 70 % (basado en el peso del género seco), y después se secó a 110°C.

Una muestra de este género se planchó posteriormente empleando un ciclo de 5/10/5 a 154°C, después se solidificó por espacio de 10 minutos a 171°C. La evaluación de este género, lavado en una lavadora doméstica a 60°C, seguido de secado por tamboreo, dió los resultados que siguen.

		<u>T A B L A 5</u>			
		Encogimiento		Apariencia	
		%			
Muestra	Operación	U	R	SG	RP
Sin tratar	P y S	-	-	-	-
	1L	4,8	11,5	batanado	1
	5L	5,0	11,5	batanado	1
	10L	6,0	12,0	batanado	1
Tratado	P y S	1,5	1,5		
	1L	0,8	2,5	4	4+
	5L	1,8	2,5	4-	4
	10L	0,8	2,3	4	4+

De nuevo se obtuvieron un excelente control del encogimiento y una excelente apariencia.



Los ejemplos anteriores ilustran que se pueden tratar con éxito según este invento los estambres y tejidos de lana, franelas, ligamento esterilla ó panamá, géneros tejidos flojos ó apretados, y géneros que contienen dos y tres fibras diferentes.

5.

Ejemplo VI

Géneros que contenían un 35 % de lana, 50 % avril y 15 % de nilón en las que se utilizaron Rhoplex K-3, Rhoplex K-14 y Nacrilic 4445 (una emulsión acrílica de autoreticulación manufacturada por la National Starch) se emplearon en las formulaciones impregnantes y se compararon del modo que sigue.

10.

Se prepararon las formulaciones siguientes:

	<u>% en peso en el baño</u>		
	<u>(1)</u>	<u>(2)</u>	<u>(3)</u>
IMDHEU	40,0	40,0	40,0
Nitrato de cinc	8,0	8,0	8,0
Rhoplex K-3	15,0	-	-
Rhoplex K-14	-	15,0	-
Nacrilic 4445	-	-	15,0
Suavizador C-500	4,0	4,0	4,0
Agente humectante	0,25	0,25	0,25

15.

El IMDHEU empleado era Permafresh 185 de la Sun Chemical y los géneros se impregnaron con sus baños respectivos en una foulard de tres rodillos, empleando dos inmersiones y dos pasadas por rodillos para proporcionar una absorción de humedad del 70 % (basado en el peso del género seco), después se secó al aire en bastidores de puas en estado relajado. Al día siguiente se plancharon estos gé-

20.



neros empleando un ciclo de 2/10/5 a 154°C, después se solidificaron por espacio de diez minutos a 171°C.

La evaluación de estos géneros, lavados en una lavadora a 60°C, seguido de secado por tamboreo, dió los resultados que siguen.

5.

T A B L A 6

Muestra	Operación	Encogimiento %		Apariencia	
		U	R	SG	RP
1	P y S	1,0	2,0	-	-
	1L	0,5	0,5	4+	5
	5L	0,5	0,5	5	5
	10L	0,8	1,0	5	5
	20L	0,5	1,0	5	5
2	P y S	1,2	2,0	-	-
	1L	0,5	1,0	5	5
	5L	0,5	0,5	5	5
	10L	0,8	1,0	5	5
	20L	0,5	1,0	4+	5
3	P y S	0,7	1,0	-	-
	1L	0,2	0,5	5	5
	5L	0,5	0,5	5	5
	10L	0,7	1,0	5	5
	20L	0,7	1,0	5	5

Estos resultados indican que los tres tipos de emulsiones proporcionaron unos resultados excelentes y aproximadamente iguales en términos de control de encogimiento y apariencia. Se pudo notar una cierta diferencia en tacto proporcionando el Nacrilic 4445 un tacto ligeramente

10.



mas firme que el K-3. De nuevo el K-14 proporcionó un tacto ligeramente mas suave que el K-3. Así, estas tres emulsiones acrílicas proporcionaron tres gradaciones de tacto, todas las cuales resultaron aceptables.

5. En los ejemplos que siguen, los porcentajes se dan en peso. La retención de rayas ó plisados se evaluó por el método de pruebas tentativas AATCC 88C/1964T. La suavidad de la tela, v.g., la apariencia mínima de cuidado se valoró empleando el método de pruebas tentativas AATCC 88A/1964T, utilizando alumbrado vertical. Los géneros se clasificaron en una escala de 1-5, representando "5" la apariencia mas suave y mejor retención del estado original y representando "1" la apariencia mas deficiente y peor retención del estado original.

15. Ejemplo VII

- Se sumergió un género 50/50 de lana/rayón en una solución acuosa que contenía un 11,3 % de trimetilolmelamina parcialmente metilada (resina A), 7,1 % de 1,3-dimetilol-4,5-dihidroxi-2-imidazolidinona (resina B), 1,8 % de nitrato de cinc (catalizador A), 1,1 % de cloruro de estea-roilettil dihidroxipropil dimetil amonio (Suavizador A) y un 0,25 % de aditivo de óxido de etileno de nonilfenol (Agente tensioactivo A). Después se hizo pasar el género a través de rodillos apropiados en una foulard, por ejemplo, de forma que el género recogiera un 95 % de humedad. Después se secó el género a 98°C, durante 5 minutos. El género tratado contenía un 10,7 % de resina de melamina y un 6,7 % de resina de imidazolidinona.

- Una parte del género seco se planchó para formar una raya y después se solidificó calentándola en un horno a



157°C. durante 10 minutos. El género solidificado se lavó en una lavadora automática doméstica empleando agua a 60°C y un detergente. El género lavado se secó por tamboreo después de cada lavado. El encogimiento del género planchado y solidificado se midió antes y después de cinco ciclos de lavado. También se midió el encogimiento del género sin tratar. Los resultados se indican en la tabla 7 como porcentajes de encogimiento de la urdimbre (U) y relleno (R).

T A B L A VII

Género	Sin lavar		Después de 5 lavados	
	U	R	U	R
Tratado	1,0 %	1,0 %	2,6 %	3,0 %
Sin tratar	1,6 %	3,0 %	11,0 %	12,0 %

10. El género solidificado exhibe una excelente retención de rayas ó plisados y una excelente apariencia de mínimo cuidado después de los lavados.

Una parte del género seco, pero sin solidificar, se almacenó durante 7 semanas. Unas muestras de este género se plancharon para formar una raya y se solidificaron a 157°C. durante 10 minutos, 176°C por espacio de 10 y 20 minutos, y 182°C por espacio de 10 y 20 minutos. Todas las muestras después de ser lavadas cinco veces según se ha descrito anteriormente mostraron una excelente retención de la raya y una excelente apariencia de cuidado mínimo (clasificación 5).

Este ejemplo demuestra la eficacia del acabado de este invento para impartir resistencia al encogimiento, propiedades de planchado permanente y mínimo cuidado, des



pués de una operación de solidificación ulterior en un género de lana/rayón. También se demuestra la estabilidad en almacenamiento del género seco antes de ser planchado y solidificado.

5. Ejemplo VIII

Se prepararon tres baños para foulard con la composición que sigue:

	<u>Baño Foulard 1</u>	<u>Baño Foulard 2</u>	<u>Baño Foulard 3</u>
Resina A	11,3 %	8,0 %	6,0 %
Resina B	7,1	7,1	7,1
Catalizador A	1,8	1,4	1,2
Suavizador A	1,1	1,1	1,1
Agente tensioactivo A	0,25	0,25	0,2

10. Los baños de foulard se aplicaron en un género con una composición de 50/40/10 de lana/rayón/nilón mediante un procedimiento foulard normal obteniéndose una absorción de humedad normal del 80 %. Los géneros se secaron a 107°C durante cuatro minutos. Los géneros contenían un 9,0 %, 6,4 % y 4,8 % de resina de melamina y un 5,7 % de resina de imidazolidinona.

15. Se formaron rayas ó plisados en muestras del género seco planchando durante 10 minutos a 154°C. Después se calentaron las muestras en un horno a 171°C. durante 10 minutos. Se lavaron las muestras cinco veces en una lavadora de tipo doméstico empleando agua a 60°C y se secaron por tamboreo después de cada ciclo de lavado. El encogimiento del género lavado, incluyendo una muestra de género sin tratar lavado se indica en la tabla 8 como porcentaje de encogimiento de la urdimbre y relleno. También se in-

20.



dican en la tabla la retención de la raya y apariencia de cuidado mínimo de los géneros lavados. Los géneros 1, 2 y 3 corresponden a los baños foulard 1, 2 y 3 respectivamente.

T A B L A 8

Género	Encogimiento		Retención de la raya	Apariencia de cuidado mínimo
	U	R		
Sin tratar	10,0 %	8,0 %	-	-
1	1,6	3,0	Excelente	5
2	1,1	2,8	Excelente	5
3	2,0	3,3	Regular-Buena	4

5. Ejemplo IX

Se sumergió un género 50/50 de lana/rayón en una solución acuosa que contenía un 8,4 % de resina A, un 5,3 % de resina B, 1,05 % de siloxanos mezclados (hidro-repelente A) y un 1,65 % de cloruro de magnesio (catalizador B). Se escurrió el género entre rodillos para dar una absorción del 105 % y se secó el género a 107°C durante 3 minutos. El género contenía un 8,8 % de resina de melamina y un 5,6 % de resina de imidazolidinona.

15. Se formaron rayas ó plisados en muestras del género seco planchando a 162°C durante 15 segundos, (1) inmediatamente después del secado, (2) al cabo de 14 días a 49°C, y (3) al cabo de 7 semanas a temperaturas ambiente. Después se calentaron las muestras en un horno a 176°C por espacio de 10 minutos.

20. Todos los géneros demostraron una excelente retención de la raya ó plisado después de cinco lavados en una lavadora automática empleando agua a 49°C.



Ejemplo X

- Se sumergió un género 50/50 de lana/rayón en una solución acuosa que contenía un 8,4 % de dimetilol melamina, 5,3 % de resina B, 1,0 % de hidrorrepelente A, un
5. 3,1 % de suavizador textil (derivados de cadena larga ca-
tiónicos y aniónicos mezclados), un 1,65 % de catalizador B, y un 0,25 % de agente tensioactivo A. El género se es-
currió a través de rodillos para impartir una absorción de humedad del 95 %. El género se secó a 107°C por espa-
cio de cuatro minutos. El género contenía un 8,0 % de re-
sina de melamina y un 5,0 % de resina de imidazolidinona.
- 10.

Se planchó una muestra del género seco a 154°C por espacio de 15 segundos y después se calentó en un horno a 157°C, por espacio de 10 minutos.

15. El género demostró poseer una excelente retención de las rayas ó plisados después de cinco lavados en una lavadora automática empleando agua a 60°C.

Ejemplo XI

- Se sumergió un género 50/50 de lana/rayón en una
20. solución acuosa que contenía un 11,3 % de trimetino(mela-
mina parcialmente metilada (resina A) un 1,6 % de hexa(me-
toximetil)melamina (resina B) un 6,0 % de bi(metoximetil)
uron (resina C), 1,8 % de nitrato de cinc (Catalizador A),
un 1,1 % de cloruro de stearoiletil dihidroxipropil dime-
til amonio (suavizador A) y un 0,25 % de aditivo de óxido
de etileno de nonilfenol (Agente tensioactivo A). Después
se hizo pasar el género a través de rodillos apropiados,
en una foulard por ejemplo, de forma que el género tuviera
una absorción del 95 %. Se secó el género a 98°C durante
cinco minutos. El género tratado contenía un 12,2 % de
- 25.
- 30.



resina de melamina y un 5,7 % de resina de uron.

5. Se planchó una parte del género seco para formar una raya y después se solidificó calentándolo en un horno a 157°C por espacio de 10 minutos. El género solidificado se lavó en una lavadora automática de tipo doméstico empleando agua a 60°C y un detergente. El género lavado se secó por tamboreo.

10. Se midió el encogimiento del género planchado y solidificado antes y después de cinco ciclos de lavado. También se midió el encogimiento del género sin tratar. Los resultados se indican en la tabla 9 como porcentaje de encogimiento de la urdimbre (U) y relleno (R).

T A B L A 9

15. Género	Antes del lavado		Después de cinco lavados	
	U	R	U	R
Tratado	1,0 %	1,0 %	4,0 %	2,6 %
Sin tratar	1,6 %	3,0 %	11,0 %	12,0 %

20. El género solidificado exhibió una retención excelente de la raya y una excelente apariencia de cuidado mínimo después de los lavados.

25. Una parte del género seco, pero sin solidificar se almacenó por espacio de 7 semanas. Se plancharon muestras de este género para formar una raya ó plisado y se solidificaron a 157°C por espacio de 10 minutos, 176°C por espacio de 10 y 20 minutos, y 182°C por espacio de 10 y 20 minutos. Todas las muestras después de ser lavadas cinco veces según se ha descrito anteriormente demostraron poseer una excelente retención de las rayas ó plisados y

30. una excelente apariencia de mínimo cuidado (clasificación



5).

Este ejemplo demuestra la eficacia del acabado de este invento para impartir resistencia al encogimiento, propiedades de planchado permanente y cuidado mínimo, después de una operación de solidificación ulterior, en un género de lana/rayón. También se demuestra la estabilidad en almacenamiento del género seco antes de ser planchado y solidificado.

Ejemplo XII

10. Se prepararon tres baños foulard con la composición que sigue:

	<u>Baño foulard 1</u>	<u>Baño foulard 2</u>	<u>Baño foulard 3</u>
Resina A	11,3 %	8,0 %	6,0 %
Resina B	1,6	1,6	1,6
Resina C	6,0	6,0	6,0
Catalizador A	1,8	1,4	1,2
Suavizador A	1,1	1,1	1,1
Agente tensioactivo A	0,25	0,2	0,2

Los baños foulard se aplicaron en un género 50/40/10 de lana/rayón/nilón mediante un procedimiento foulard normal obteniéndose una absorción de humedad del 80 %. Los géneros se secaron a 107°C durante 4 minutos. Los géneros contenían un 10,3 %, 7,7 % y 6,1 % de resina de melamina y un 4,8 % de resina de uron.

Se formaron rayas ó plisados en muestras de género seco planchándolas por espacio de 10 segundos a 154°C. Después se calentaron las muestras en un horno a 171°C durante 10 minutos. Se lavaron las muestras 5 veces en una lavadora de tipo doméstico empleando agua a 60°C y secándolas



por tamboreo después de cada ciclo de lavado.

En la tabla 10 se indica el encogimiento de los géneros lavados, incluyendo una muestra de género sin tratar lavado, como porcentaje de encogimiento de la urdimbre y relleno. También se ilustran en esta tabla la retención de rayas ó plisados y la apariencia de mínimo cuidado de los géneros lavados. Los géneros 1, 2 y 3, corresponden a los baños foulard 1, 2 y 3, respectivamente.

T A B L A 10

Género	Encogimiento		Retención de raya	Apariencia de cuidado mínimo
	U	R		
Sin tratar	10,0	8,0	-	-
1	2,0	3,3	Excelente	5
2	2,0	3,6	Excelente	5
3	3,0	4,6		4

10. Ejemplo XIII

Se sumergió un género 50/50 de lana/rayón en una solución acuosa que contenía un 10,0 % de resina A, 0,94 % de resina B, un 5,3 % de resina C un 0,4 % de siloxanos mezclados (hidrorepelente A) y un 1,9 % de cloruro de magnesio (catalizador B). El género se escurrió a través de rodillos para impartir una absorción de humedad del 95 % y se secó el género a 162°C. durante 3,5 minutos. El género contenía un 10,4 % de resina de melamina y un 5,0 % de resina de uron.

20. Se formaron rayas ó pliegues en muestras de los géneros secos planchándolas a 154°C durante 15 segundos, (1) inmediatamente después del secado, (2) después de 14 días



a 49°C, y (3) después de 7 semanas a temperatura ambiente.

5. Todos los géneros demostraron poseer una excelente retención de rayas ó plisados después de cinco lavados en una lavadora automática empleando agua a 49°C.

Ejemplo XIV

Se prepararon dos baños foulard de la siguiente composición:

	<u>Baño foulard 1</u>	<u>Baño foulard 2</u>
Resina A	6,25 %	6,25 %
Resina B	0,94	1,88
Resina C	5,30	10,60
Hidrorrepelente A	1,24	1,24
Catalizador A	1,25	1,90
Catalizador C [¶]	0,22	0,22

¶ Palmitato de cinc

10. Los baños foulard se aplicaron en un género 50/50 de lana/rayón mediante un procedimiento foulard normal obteniéndose una absorción de humedad del 80 %. Los géneros se secaron a 107°C. Los géneros contenían un 5,7 % y un 6,5 % de resina de melamina y un 4,25 % y 8,5 % de resinas de uron respectivamente.

15. Se formaron rayas ó pliegues en muestras de los géneros planchándolas a 176°C durante 15 minutos. Las muestras planchadas se calentaron después en un horno a 154°C durante 10 minutos.

20. El encogimiento de los géneros sin tratar y tratados solidificados se determinó después de cinco lavados en



una lavadora automática con agua a 49°C. Los géneros 1 y 2 corresponden a los baños foulard 1 y 2, respectivamente. En la tabla 11 se indican la resistencia de las rayas ó plisados y apariencia de cuidado mínimo del género planchado después de lavado.

5.

T A B L A 11

Género	Encogimiento		Retención de rayas ó plisados	Apariencia de cuidado mínimo
	U	R		
Sin tratar	33,0 %	20,0%	Deficiente	Deficiente
1	1,3	2,5	Excelente	Excelente
2	1,3	2,5	Excelente	Excelente

Ejemplo XV

Se prepararon tres baños foulard con las composiciones que siguen:

	Baño foulard 1	Baño foulard 2	Baño foulard 3
Resina A	10,0 %	10,0 %	10,0 %
Resina B	0,94	0,94	0,94
Resina C	5,3	5,3	5,3
Hidrorepelente A	1,25	1,25	1,25
Agente rensioactivo B ^{SE}	0,1	0,1	0,1
Catalizador A	1,6	-	-
Catalizador B	-	1,9	-
Catalizador C	0,23	0,23	0,23
Catalizador D ^{SESE}	-	-	1,0

* Condensado de nonfenol y aproximadamente 9 moles de óxido de etileno.

SESE Hidrocloruros de isopropilamina mezclados.

Se aplicaron baños foulard en géneros 50/50 de lana/rayón empleando un procedimiento foulard normal y ob-

10.



teniéndose una absorción de humedad del 80 %. Los géneros se secaron a 107°C durante 4 minutos. Contenían un 8,8 % de resinas de melamina y un 4,2 de resina de uron.

5. Se plancharon muestras del género, se solidificaron y se lavaron según se indica en el ejemplo 14. En la tabla 12 se indican la retención de rayas ó plisados y apariencia de cuidado mínimo de los géneros. Los géneros 1, 2 y 3 corresponden a los baños goulard 1, 2 y 3, respectivamente.

10. Este ejemplo demuestra la eficacia de varios tipos de catalizadores.

T A B L A 12

<u>Género</u>	<u>Retención de rayas ó plisados</u>	<u>Apariencia de cui- dado mínimo</u>
1	Excelente	5
2	Excelente	5
3	Excelente	5

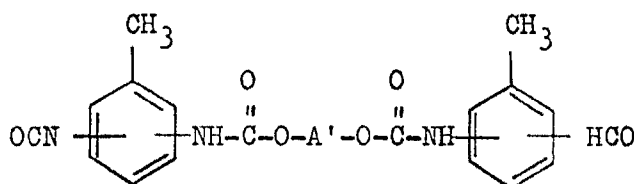
15. En los ejemplos que siguen, el procedimiento de lavado para las pruebas de encogimiento se realizó del modo que sigue. Se lavaron las muestras en una lavadora doméstica del tipo de agitador con cambio de marcha, empleando una carga de 1,36 kg. una temperatura del agua de 40°C y un detergente de baja espuma con una concentración del 0,1 % en el líquido de lavado. El ciclo de lavado en sí fué de 75 minutos, seguido por los aclarados normales y secado centrífugo. El género húmedo procedente de la lavadora se secó después en una secadora de tipo doméstico. Se midieron las muestras secas para determinar su longitud y anchura y se calculó el encogimiento a partir de las dimensiones originales.

20.



Ejemplo XVI - Preparación de poliuretano de éter de politetrametileno modificado por aziridina.

5. La materia prima para esta síntesis fué un poliuretano comercial que tenía un peso molecular de aproximadamente 2.000 y un isocianato (-NCO) con un contenido del 4,1 %. Se cree que tenía la estructura



- en la que A' representa el residuo de un glicol de éter de politetrametileno que contiene aproximadamente 25 unidades -CH₂-CH₂-CH₂-CH₂-O-.
10. (A) Se disolvieron 200 gramos del poliuretano (1 mol) en 300 gramos de tolueno. Mientras se agitaba la solución, se añadieron gota a gota 8 gramos (0,2 mol) de etilenimina. Durante la adición, no se dejó que la temperatura de solución excediera de aproximadamente 40° C.
15. Al terminar la adición, un espectro infrarrojo de la solución no reveló grupos NCO residuales. Esto indicó la preparación del derivado de aziridina deseado.
- (B) A una muestra de 100 gramos de la solución de Aziridina, preparada según se ha descrito arriba, se añadieron cuatro gramos de un agente emulsor oleosoluble comercial, un alquilfenoxipoli(etilenoxi)etanol. La mezcla se agitó rápidamente y se añadieron lentamente 50 cms. 3 de agua. La emulsión espesa acuoso-oleosa se trasladó a una mezcladora y se añadieron 200 cm³. mas de agua mientras
- 20.



se agitaba la mezcla a gran velocidad. La emulsión acuoso-oleosa resultante de la aziridina se utilizó como suministro concentrado y se diluyó con agua según fué necesario.

5. Ejemplo XVII - Aplicación de poliuretano de éter de politetrametileno modificado por aziridina.

La emulsión preparada según se ha descrito anteriormente en el ejemplo XVI se diluyó con agua (en los niveles indicados a continuación) y se aplicó en muestras de lana. En algunos casos se añadieron cantidades dosificadas de NaHSO_3 a las emulsiones.

10.

Los tratamientos en cada caso, fueron como sigue: Se sumergieron muestras de lana en un baño de emulsión hasta quedar completamente empapadas, después se hicieron pasar por las muestras a través de rodillos escurridores para obtener una absorción de humedad del 80 al 100 %, basado en el peso del género. Los géneros húmedos se secaron al aire a la temperatura del ambiente.

15.

Después, se formaron rayas ó plisados en los géneros secos: Se humedeció cada muestra rociándola con agua, se plegó, y después se sometió a vapor y plancha en una plancha de vapor. Los géneros se sometieron a la acción del vapor durante 10 a 20 segundos, después a una presión de 4,21 a 5,62 kgs/cm^2 y calor 140 a 150°C, que se aplicó por espacio de 20 segundos. Las muestras planchadas se solidificaron en un horno de corriente forzada a 149°C durante 20 minutos.

20.

25.

Las muestras solidificadas se sometieron después a lavados de 75 minutos (según se ha descrito anteriormente) y se secaron por tamboreo después de cada lavado. Se

30.



midió el encogimiento de las muestras y se examinó su retención de rayas y plisados y su apariencia general después de cada secado por tamboreo (que siguió a cada lavado).

5. En una primera serie de experimentos, aplicados a un género de lana sin teñir se obtuvieron los resultados que siguen:

T A B L A 13

Concentración de aziridina en la emulsión de tratamiento, %	Primer lavado y secado		Segundo lavado y secado		Tercer lavado y secado	
	Area de en cogimiento %	Apariencia*	Area de en cogimiento %	Apariencia*	Area de en cogimiento %	Apariencia*
4	0,8	E	0,5	E	0,5	E
3	2,1	G	1,6	F	2,4	P
2	2,0	G	1,5	F	2,0	P
(Mas un 1% de NaHSO ₃)	2,3	E	2,0	E	2,7	E
Ninguna (Lana sin tratar)	18,1	-	28,3	-	-	-

* La apariencia del género se clasificó como sigue:

Excelente (E) - Raya pronunciada, género liso y sin necesidad alguna de plancha

Buena (G) - Raya pronunciada liso pero podría utilizarse un ligero toque de plancha

Regular (F) - La raya aún visible pero no pronunciada, algo de arruga, definitivamente necesitaba plancha

Deficiente (P) - Sin raya visible, muy arrugada.



T A B L A 14

Concentración de aziridina en la emulsión de tratamiento, %	Primer lavado y secado		Segundo lavado y secado		Tercer lavado y secado	
	Area de en cogimiento %	Apa-riencia ^{2E}	Area de en cogimiento %	Apa-riencia ^{2E}	Area de en cogimiento %	Apa-riencia ^{2E}
4	2,8	E	1,3	E	2,2	G
3	3,2	E	3,2	G	5,2	F
2 (Mas un 1 % de NaHSO ₃)	3,5	E	2,0	E	3,0	E
Ninguna (Lana sin tratar)	46,6	-	59,7	-	-	-

* La apariencia del género se clasificó según se ha descrito en la tabla 13.

En una segunda serie de experimentos se aplicaron los tratamientos y pruebas a un género de estambre de lana sin teñir que se descubrió en otras pruebas que era considerablemente más difícil de estabilizar que el género de lana de la primera serie. Los resultados obtenidos con el género de estambre se indican a continuación.

Ejemplo XVIII - Exámen de las características de solidificación demorada, a intervalos, de géneros sometidos a tratamiento.

10. La emulsión preparada según se ha descrito en el ejemplo 16 se diluyó a una concentración de aziridina. En uno de los experimentos, se empleó la emulsión diluida per se; en un segundo experimento se añadió un 2 % de NaHSO₃.

Se trató del modo que sigue un género de lana. Se humedecieron muestras de la lana en el baño de emulsión,



- se comprimieron para obtener una absorción de humedad del 80 al 100 %, y se secaron al aire a la temperatura del ambiente. Después se almacenaron los géneros secos a la temperatura del ambiente, y después de ciertos períodos de almacenamiento (3, 8, 15 y 30 días) se formaron rayas ó plisados y se solidificaron según se describe en el ejemplo XVII. Después se sometieron las muestras a cuatro lavados de 75 minutos con secado por temboreo después de cada lavado. Los resultados obtenidos se indican a continuación:

T A B L A 15

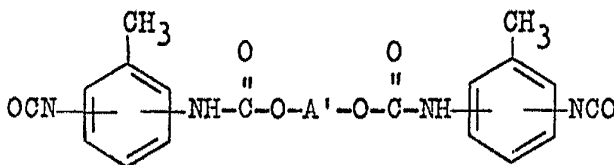
Tiempo de almacenamiento antes del planchado y solidificación, días	Bisulfito en el baño de emulsión	Propiedades, después del cuarto lavado y secado	
		Area de encogimiento %	Apariencia ^{xxx}
3	Si	2,1	E
3	No	2,1	G
8	Si	2,2	E
8	No	2,0	G
15	Si	1,8	E
15	No	2,0	G
30	Si	2,2	E
30	No ^z	2,3	E
Muestra de con trastación (Lana sin tratar)		28,3 (después de 2 lavados)	

^z En este experimento, la nueva humectación del género (parte de la operación de rayas ó plisados) se realizó rociando con una solución acuosa que contenía un 2 % de NaHSO₃.

^{xxx} La apariencia se clasificó según se describe en la tabla 13.

Ejemplo XIX

La materia prima para esta síntesis era un poliuretano de poliéter líquido comercial que tenía un peso molecular de aproximadamente de 850 y un contenido de isocianato (-NCO) de aproximadamente el 9,5 %. Se cree que tenía la estructura



en la que A' representa el residuo de un glicol de éter de politetrametileno que contenía aproximadamente 7 unidades $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O}-$.

10. Se disolvieron 100 gramos (0,12 mol) del poliuretano líquido en 300 ml. de benceno seco. Mientras se agitaba la mezcla, se añadieron 13 ml (0,26 mol) de etilendiamina a una velocidad lo suficientemente lenta para que la temperatura de la reacción no se elevara por encima de 40°C.

15. Se preparó del modo que sigue una emulsión que contenía un 3 % del poliuretano modificado por aziridina: A 47 gramos de la solución del polímero de aziridina, preparado según se ha descrito anteriormente, se añadió un gramo de un emulsor comercial, monopalmitato de tri-(poliexietileno)sorbitán, y 450 ml de agua haciéndose funcionar rápidamente la mezcladora. Se prepararon mas emulsiones diluidas incorporando agua en esta emulsión concentrada.

25. Se sometieron a tratamiento muestras de franela



- de lana con las emulsiones impregnando con la emulsión las muestras por el procedimiento foulard, escurriéndolas a través de rodillos para eliminar el exceso de líquido, y solidificándolas después en un horno durante 20 minutos a 149°C.

5. Después se sometieron a prueba las muestras tratadas para hallar su resistencia de encogimiento, empleando el método Accelerotor. En esta prueba las muestras de género se centrifugaron a 1.700 revoluciones por minuto durante 2 minutos a 40-42°C. en un Accelerotor con oleato sódico acuoso (0,5 %) en solución, empleando una proporción de líquido a lana de 50 a 1. Después de esta operación de lavado se midieron las muestras para determinar su area y se calculó el encogimiento a partir del area original. Esta es una prueba muy dura que aplicada a las muestras de lana sin tratar da un area de encogimiento del 40 al 50 %. El accelerotor se describe en la publicación American Dyestuff Reporter, Volúmen 45, página 685, 10 de septiembre, 1956.

20. A continuación se indican los resultados obtenidos:

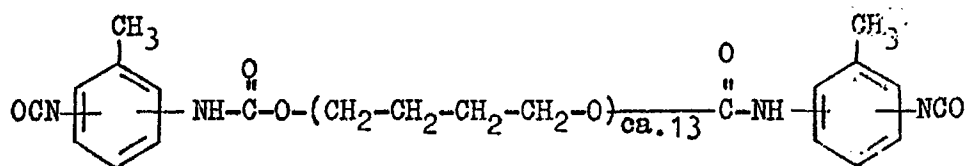
T A B L A 16

<u>Concentración de poliuretano modificado por aziridina en emulsión</u> %	<u>Area de encogimiento (Prueba del Accelerotor)</u> %
3	1
1,5	2
0,4	3
Ninguna (Muestra de contrastación)	42



Ejemplo XX

La materia prima para la síntesis fué un poliuretano de poliéter líquido comercial que tenía un peso molecular de aproximadamente 1300 y un contenido de isocianato (-NCO) del 6,5 %. Se cree que tiene la estructura



Se disolvieron 100 gramos (0,077 mol) del poliuretano líquido en 200 gramos de benceno seco. A esta solución se añadieron 7 gramos (0,16 mol) de etilenimina a una velocidad lo suficientemente baja para que la temperatura de la mezcla de reacción no se elevara por encima de 35°C. Cinco minutos después de haberse añadido la última parte de etilenimina, el espectro de IR de la reacción demostró que no había presente NCO libre.

Se prepararon emulsiones del poliuretano modificado por aziridina, y estas se aplicaron en franela de lana, y se sometieron a prueba para hallar su encogimiento según se ha descrito anteriormente en el ejemplo 19. Los resultados obtenidos se indican a continuación:

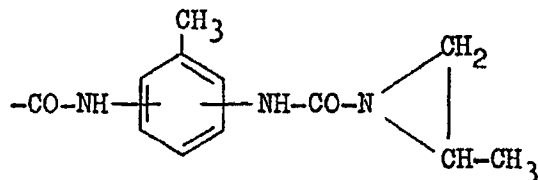


T A B L A 17

Concentración de poliuretano modificado por aziridina en emulsión	Area del encogimiento (Prueba del Accelerotor)
%	%
3	3
0,5	5
Ninguna (Muestra de contrasta ción)	42

Ejemplo XXI

5. Se hizo reaccionar un glicol de éter de polipropileno con un peso molecular de aproximadamente 6000 con diisocianato de tolueno del modo normal para formar un poliuretano terminado en isocianato. Este, a su vez, se hizo reaccionar con propilenimina para formar un poliuretano modificado por aziridina con grupos terminales de la estructura



10. Se disolvieron 50 gramos del polímero modificado por aziridina que tenía un peso molecular de 6300 a 6800 y que contenía 0,36 a 0,38 milliequivalentes de imina por gramo de polímero en 50 gramos de benceno y se añadieron dos gramos de un emulsor comercial, un monoesterato de polioxietileno-polioxipropileno. Mientras se agitaba la solución en la mezcladora se añadió gradualmente agua para componer 1000 gramos de una emulsión.

15. Una muestra de franela de lana se sumergió en la emulsión durante un minuto, después se hizo pasar a través de rodillos escurridores y después se secó al aire.



- Por el aumento de peso del género se halló que la absorción de polímero fué del 4 %. El género tratado se solidificó (149°C, 10 minutos), después se sometió a prueba para hallar su encogimiento por el método del Accelerotor descrito anteriormente. Se halló que el area de encogimiento era del 1 %. Una muestra del mismo género pero sin tratar tuvo un encogimiento de area del 39,7 % en la misma prueba.

Ejemplo XXII

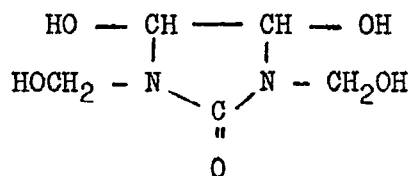
10. Se llevaron a cabo una serie de experimentos para comparar la eficacia de los derivados de aziridina del invento con la de diversos productos comerciales recomendados para aplicaciones antiencogimiento. Los diversos productos sometidos a ensayo fueron:
15. A. El poliuretano de éter de polialquileno modificado por aziridina descrito anteriormente en el ejemplo 16. Se aplicó en forma de emulsión al 2 % a la que se había añadido bisulfito sódico (1 %).
20. B. Una poliamida modificada por reacción con epiclohidrín. Este material se encuentra en comercio como resina hidrosoluble ("Kymene" manufacturada por la Hercules Co.) y contiene enlaces de epóxido disponibles para reacción con la lana y para reticulación. Este producto se aplicó en forma de solución al 2,5 % en agua, a cuya solución se había añadido bisulfito sódico (1 %).
25. C. Un poliacrilato que contenía grupos metioles (-CH₂OH) que pueden formar reticulación y/o reaccionar con grupos hidroxí en la lana por eliminación de agua. El componente principal del polímero es un acrilato blando, acrilato de polibutilo. Se vende con el nombre de
- 30.



"HA-8" por la Rohm and Haas Co para el antiencogimiento de la lana y otros usos. Se utilizó con un catalizador ácido, $ZnNO_3$, según recomendaciones del fabricante. Se aplicó en forma de una emulsión al 4 %, a la que se había añadido bisulfito sódico (1 %).

5.

D. Un producto de condensación de urea-formaldehído, consistente básicamente en dihidroxietileno dimetilol urea:



10. Se utiliza ampliamente en aplicaciones en algodón y otros géneros textiles celulósicos para impartir en los mismos cualidades de planchado permanente. Se empleó, siguiendo las recomendaciones del fabricante junto con un catalizador ácido, $ZnNO_3$. Se aplicó en forma de solución acuosa al 10 % a la que se había añadido también un 1 % de bisulfito sódico.

15.

20. Se trataron muestras de género de lana con los diversos agentes descritos anteriormente, empleando la técnica que sigue en cada caso. El género se empapó con la solución acuosa ó emulsión del agente, se hizo pasar a través de rodillos escurridores para alcanzar una absorción de humedad del 80 al 100 %, y se secó al aire hasta el día siguiente. Al día siguiente se humedecieron las muestras rociándolas con agua y se plisaron plegándolas y aplicando vapor y presión. Las muestras plisadas se solidificaron en un horno a $154^{\circ}C$ durante 20 minutos.

25.



Las muestras solidificadas se sometieron después a tres lavados de 75 minutos, secándolas por tamboreo después de cada lavado. Después de esto se midió el encogimiento de las muestras y su retención de plisado y apariencia general. Los resultados obtenidos se indican a continuación:

T A B L A 18

Experi- mento	Agente aplicado	Propiedades después de tres lavados de 75 minutos	
		Area de encogi- miento %	Aparien- cia [¶]
A	Poliuretano de éter de polialquileno modificado por aziridina	1,8	E
B	Poliamida modificada por aplicorhidrin	10,3	F a P
C	Poliacrilato que contenía grupos metioles	28,4	P
D	Producto de condensación de urea-formaldehido	30	P

¶ La apariencia se clasificó según se describe en la tabla 13.

Ejemplo XXIII

Se llevaron a cabo experimentos para comparar la eficacia del procedimiento del invento con uno caracterizado porque un tratamiento de antiencogimiento empleado industrialmente seguía un tratamiento con bisulfito sódico.



- Una muestra de género de estambre sin teñir (lana) recibió un tratamiento antiencogimiento por aplicación de sebacamida de polihexametileno a través de polimerización interfacial, según se describe en la patente número 3.078.138. En particular, el género se sumergió primero en una solución acuosa de hexametildiamina (1,5 %) y carbonato sódico (1,5 %), se hizo pasar a través de rodillos escurridores, después se sumergió en una solución de cloruro de sebacoilo (2,0 %) en un disolvente de hidrocarburo de petróleo volátil, se hizo pasar a través de rodillos escurridores, y después se lavó con agua para eliminar los materiales que no habían reaccionado, y se secó. Entonces se empapó el género con una solución acuosa al 2 % de bisulfito sódico y se secó formando pliegues y aplicando vapor y presión, según se describe en el ejemplo 17. El género tratado se sometió después a un lavado de 75 minutos, según se ha descrito anteriormente y se secó por tamboreo. Se observó que el pliegue había desaparecido. Por el contrario, una muestra del mismo género tratada según se ha descrito en el ejemplo 17 con una emulsión al 2 % de poliuretano modificado por aziridina y un 1 % de bisulfito sódico, retuvo sus plisados ó rayas aún después de cuatro lavados de 75 minutos (cada uno de ellos seguido por secado por tamboreo). Esta duración nada normal de los plisados ó rayas indica llanamente que nuestro procedimiento implica un efecto sinérgico entre el poliuretano modificado por aziridina y el bisulfito.

Ejemplo XXIV

30. Un adipato de polietileno terminado en grupos hidro



- xi, de un peso molecular de aproximadamente 6500, se acabó por reacción con un exceso de diisocianato de tolueno para producir un poliuretano de poliéter con grupos terminales NCO. Un mol de este polímero se hizo entonces
5. reaccionar con dos moles de etilenimina para producir un poliuretano de poliéter terminado en aziridina. Se preparó una emulsión al 2 % de este polímero modificado por aziridina como en el ejemplo 16, parte B, y se trató género de lana con la emulsión, según se describe en el
10. ejemplo 17. Después de cuatro lavados de 75 minutos el género tratado demostró un encogimiento del 3 % en la urdimbre y un encogimiento del 2 % en la dirección del relleno, mientras que la muestra de contrastación (género de lana sin tratar) había encogido un 30 % en la urdimbre y un 24 % en el relleno en las mismas condiciones de lavado.

- N O T A -

- Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a 4 solicitudes de Patente, presentadas en Norteamérica, con fechas y números
20. siguientes: 13 de octubre de 1967, nº 675.038; 18 de octubre de 1967, nº 676.067; 29 de julio de 1968, nº 748.174 y 29 de julio de 1968, nº 748.175 ; acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia
25. del referido invento y por lo que se solicita Patente de
- 30.



Invención por 20 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO PARA LA MANUFACTURA DE PRENDAS SIN RESTRICCIÓN; caracterizándose por lo siguiente:

- 1ª.- Procedimiento para la manufactura de
5. prendas sin restricción respecto a estilo, talla, diseño o tipo, caracterizado porque comprende impregnar un género que contiene fibras celulósicas y fibras proteínicas con una formulación líquida, cuya formulación comprende:
10. (a) un reactivo termoendurecedor para celulosa.
(b) un agente estabilizador de proteína, una resina de melamina, un poliacrilato o un poliuretano modificado con aziridina;
15. formar una prenda con el género; imprimir por lo menos una raya o plisado en la prenda y endurecer la prenda impregnada.
- 2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la formulación líquida comprende también un catalizador para el reactivo termoendurecedor.
20. 3ª.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque el catalizador es un catalizador de acción retardada que sólo promueve la reacción a temperatura elevada.
25. 4ª.- Procedimiento según la reivindicación 3, caracterizado porque el catalizador es una sal de cinc.
30. 5ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque el género impregnado se seca a una temperatura insuficiente para producir el endurecimiento o reacción virtuales del reactivo termoendurecedor antes de dar forma a la prenda.



- 6^a.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque se escurre el exceso de formulación líquida del género antes de dar forma a la prenda y/o de secar el género.
5. 7^a.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque el género contiene también por lo menos otra fibra sintética.
- 8^a.- Procedimiento según la reivindicación 7, caracterizado porque la fibra sintética es nilón, tereftalato de polietileno o poliacrilonitrilo.
10. 9^a.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado porque la fibra proteínica es lana o pelo de camello.
15. 10^a.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, caracterizado porque el reactivo termoendurecedor para celulosa es 1,3-dialquilol-4,5-dihidroxi-2-imidazolidona, un carbamato o una urona.
20. 11^a.- Procedimiento según la reivindicación 10, caracterizado porque el reactivo termoendurecedor es dimetilol-dihidroxi-etileno urea.
25. 12^a.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, caracterizado porque la formulación líquida contiene de un 3 a un 20 % en peso de un poliacrilato y de un 5 a un 25 % en peso del reactivo termoendurecedor (a).
30. 13^a.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, caracterizado porque la formulación líquida contiene de un 3 a un 25 % en peso de resinas de melamina basado en el peso del género y de un 2 a un 18 % en peso de reactivo termoendurecedor (a) basado en el peso



del género.

5. 14ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11 y 13, caracterizado porque la resina de melamina contiene una trimetilolamina metilada que tiene por lo menos un 50 % de los grupos de metilol metilados.

10. 15ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, 13 o 14, caracterizado porque el reactivo termoendurecedor es di(metoximetil)urona y porque la resina de melamina es una mezcla de trimetilolamina metilada y pentametilolmelamina y/o hexametilolmelamina.

15. 16ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, caracterizado porque se emplea de un 0,2 a un 20 % en peso de poliuretano modificado con aziridina, basado en el peso del género, como componente (b)' de la formulación líquida.

20. 17ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 16, caracterizado porque el material en tratamiento contiene un 50 % o más de proteína.

18ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 17, caracterizado porque el endurecimiento se efectúa mediante calentamiento.



19ª.- Procedimiento para la manufactura de una prenda sin restricción, tal y como queda sustanciálmente descrito en la presente Memoria.

5. Esta Memoria consta de 72 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid

8 ENE. 1970

KORATRON COMPANY, INC.

G. GÓMEZ ACEBO Y MOJER
Firmado: F. Hernández Ruiz