

367036

P.- 41.831

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I. P. C.
CLASE D 06
SUBCLASE M

Case 711
(Div.)

31 MAY. 1969

Memoria descriptiva



31 MAY. 1969

para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de DEERING MILLIKEN RESEARCH CORPORATION

entidad / ~~de nacionalidad~~ norteamericana

con domicilio en P.O. Box 1927, Spartanburgh, Carolina del Sur, Estados Unidos de América

por: " UN APARATO PARA INJERTAR CONTINUA Y UNIFORMEMENTE UN SUBSTRATO QUE CONTIENE FIBRAS PROTEINICAS CON AL MENOS UN COMPUESTO ETILENICAMENTE INSATURADO" (Clase Internacional D06m C08r)

POOR QUALITY

31 MAY



Fundamento del invento. Este invento se refiere a un aparato para injertar continua y uniformemente un substrato que tiene fibras proteínicas, y más preferiblemente, a un aparato de injerto en que el injerto tiene lugar dentro de las fibras.

5

El tratamiento de telas textiles con compuestos etilénicamente insaturados, por ejemplo para comunicar estabilidad dimensional aumentada, ha sido el objeto de investigaciones continuas. Aunque dichos tratamientos han sido parcialmente satisfactorios, la deposición de los polímeros se ha realizado sobre las superficies de las ribras, y las telas preparadas a partir de dichas fibras tienen propiedades estéticas disminuidas, frecuentemente hasta el punto de una inacceptabilidad comercial. Procedimientos tales como el bien conocido procedimiento "WURLAN" que implica la deposición de una poliamida obtenida de la reacción de un cloruro de ácido y de una poliamina, da como resultado generalmente un recubrimiento completo de las escamas de fibras. Dichos recubrimientos de escamas son indeseables ya que, por ejemplo, la tela no puede ser enturtida o abatanada por técnicas conocidas.

10

15

20

A causa de los problemas de injertar o recubrir telas o hilos con sustancias monoméricas y poliméricas, frecuentemente es deseable tratar fibras sueltas, que actoseguido pueden ser convertidas en hilos y telas. El tratamiento de fibras sueltas, es decir fibras que no están en la forma de hilo o tela, presenta sin embargo problemas adicionales. Por ejemplo, se pueden arrancar con facilidad cintas de lana peinada cuando se someten a los procedimientos disponibles para tratar telas. También, la pre

25

30



sencia de polímeros de superficie sobre las fibras sueltas tales como cintas de lana peinada, extiende el problema que existe para convertir a estas fibras sueltas en telas y en hilos, y debe ser eliminado por tratamientos con disolvente cuando es posible. Por ejemplo, los polímeros formados sobre la superficie de las fibras son extremadamente difíciles de eliminar y, por lo tanto, son arrastrados juntamente con las fibras durante la transformación en hilos. Como estos polímeros de superficie contaminan el equipo durante el tratamiento y muy frecuentemente se ablandan y se hacen pegajosos durante dicho tratamiento, provocan problemas considerables tales, como solapamientos o recubrimientos, cabos salientes, etc. por adherencia al equipo de tratamiento.

Otro problema grave obtenido con los procedimientos de la técnica anterior, especialmente cuando es deseable adaptar el procedimiento a un procedimiento continuo, es la relativa ineficacia de la conversión del compuesto etilénicamente insaturado en polímero injertado. Son deseadas altas conversiones en un procedimiento continuo. A menos que la totalidad o casi la totalidad del monómero sea convertido en un polímero de injerto, el monómero que no ha reaccionado puede ser extraído del sustrato y convertido en polímeros por la solución de catalizador, y acto seguido estos polímeros pueden depositarse sobre la superficie del sustrato a menos que sean eliminados.

Se ha conocido, para tratar sustratos textiles con compuestos etilénicamente insaturados por los métodos y aparatos hasta ahora desarrollados, colocar el artículo que ha de ser tratado en un depósito o cámara que contie-



ne una solución apropiada en la que los artículos son su-
mergidos y agitar estos artículos y/o la solución emplean-
do dispositivos agitadores dispuestos para moverse dentro
del depósito. En la patente USA número 3.291.560, los
5 substratos fibrosos son tratados con compuestos etilénica-
mente insaturados colocando los substratos en un depósi-
to, y después de esto impulsando una solución de un com-
puesto etilénicamente insaturado a través de dichas fi-
bras unidireccionalmente e intermitentemente de atrás a
10 adelante por todo el procedimiento. El catalizador puede
ser añadido a la solución de monómero o puede ser aplica-
do separadamente. Sin embargo, los procedimientos que
utilizan rotación, agitación vigorosa o flujo forzado,
adolecen de la desventaja de ser procedimientos disconti-
15 nuos, frecuentemente depositan polímeros no uniformes de-
bido al acanalamiento que tiende a aparecer, y general-
mente requieren tiempos de reacción más largos. En cual-
quier caso, cuando el procedimiento se ha completado, se
encuentran dificultades para retirar los artículos desde
20 el depósito y separarlos, principalmente como resultado
de la acción de agitación.

Los intentos de convertir los procedimientos cono-
cidos en procedimientos continuos apropiados para injer-
tar de forma continua compuestos etilénicamente insatura-
25 dos en un substrato, han sido insatisfactorios por un
cierto número de razones. Además de los problemas antes
descritos, tales como la formación de polímeros en la su-
perficie y la falta de uniformidad del polímero deposita-
do dentro de las fibras, los procedimientos conocidos han
30 requerido largos tiempos de reacción del orden de desde



una a dos horas hasta muchas horas tal como 24 horas. Tiempos de reacción más cortos que son prácticos para polimerización continua daban como resultado simplemente polimerización solo en unos pocos lugares sobre o dentro del substrato, y proporcionaban un producto inaceptable.

Resumen del invento. Un procedimiento continuo para injertar uniformemente un substrato que contiene fibras queratínicas con al menos un compuesto etilénicamente insaturado (frecuentemente citado en lo que sigue como el monómero), se obtiene por el procedimiento que comprende transportar dicho substrato a través de una trayectoria de desplazamiento en que el substrato es progresivamente (a) puesto en contacto con al menos un compuesto etilénicamente insaturado, (b) sumergido en una solución acuosa que contiene un catalizador de polimerización bajo condiciones suficientes para realizar el injerto del compuesto insaturado en las fibras queratínicas, (c) retirada de la solución de catalizador y (d) secado.

El procedimiento continuo de este invento puede utilizarse para depositar polímeros dentro de las fibras, o parcialmente dentro de las fibras y parcialmente sobre las fibras del substrato. En algunos casos, la presencia de un recubrimiento de superficie es deseable y/o no afectará a las propiedades estéticas del substrato. Por ejemplo, los recubrimientos de superficie que sirven en calidad de lubricantes de repulsores de aceite o de agua, o de agentes de desprendimiento de suciedad, y que no afectan gravemente las propiedades de tacto y de otro tipo del substrato, pueden ser deseables. También, los recubrimientos de superficie facilitan frecuentemente el teñido



5 diferencial de superficie. Cuando se aplican dichos recubrimientos a fibras sueltas que deben ser transformadas en hilos y telas, sin embargo, la presencia de cantidades significativas de polímeros de superficie debe ser evitada a menos que el polímero de superficie exhiba propiedades lubricantes y no provoque problemas de tratamiento en las máquinas de transformación, tales como solapamiento. Por lo tanto, en una realización preferida, el procedimiento de este invento crea un método para injertar fibras sueltas con al menos un compuesto etilénicamente insaturado sin formar cantidades significativas de polímero sobre la superficie del sustrato.

10 Breve descripción de los dibujos.

15 La figura 1 es una vista lateral de un aparato preferido de este invento.

La figura 2 es una vista en sección transversal aumentada del recipiente de reacción y la placa de desviación en posición cuando el sustrato es transportado a través del recipiente.

20 Descripción de las realizaciones preferidas.

25 En contraste con los procedimientos continuos y discontinuos hasta ahora conocidos, el procedimiento de este invento dispone el transporte del sustrato a través de sucesivos baños de tratamiento con líquido con control de tensión en cualquier etapa o zona dada del procedimiento, especialmente durante las críticas entrada y paso a través del recipiente de reacción, preferiblemente sin perturbar al sustrato. El procedimiento crea también un método continuo para tratar sustratos en la ausencia de
30 condiciones que tiendan a perjudicar, dañar o volver a

31 MA



5

distribuir las fibras o el recubrimiento de monómero asociado a las mismas tales como las que proceden de una tensión y agitación excesivas o no uniformes. Además, el procedimiento del invento crea una acción más eficaz de las soluciones líquidas sobre el substrato, permitiendo de esta manera una mayor velocidad posible de desplazamiento del substrato a través del recipiente de reacción dando como resultado una mayor capacidad de producción y un costo reducido.

10

Una de las características del procedimiento de este invento es el orden en que el substrato es sometido a los diversos tratamientos que comprende el procedimiento. Se prefiere que el monómero sea aplicado al substrato antes de que el substrato sea puesto en contacto con la solución de catalizador, y, preferiblemente, el monómero deberá ser aplicado en la ausencia de disolventes. De esta manera, es posible realizar el procedimiento de este invento sin formar ni depositar cantidades significativas de polímero sobre la superficie del substrato. Es decir, las fibras queratínicas injertadas obtenidas contendrán generalmente menos de 2% de polímero en la superficie y frecuentemente menos de 1%. Cuando se invierte el orden de las etapas, es decir cuando el catalizador es primeramente depositado sobre el substrato seguido por tratamiento con el monómero, se obtienen mayores cantidades de polímero de superficie ya que la completa absorción de monómero hacia el interior de las fibras de queratina es obstaculizada por la presencia del agua previamente absorbida en ellas. Se cree que el procedimiento preferido de este invento es satisfactorio ya que cuando el substrato

15

20

25

30



recubierto con monómero pasa dentro de la solución de catalizador y es sumergido en ella, el substrato inmediatamente se hincha absorbiendo de esta manera el monómero dentro de las fibras. Así, hay poca o ninguna cantidad de monómero de superficie disponible para la formación de polímeros sobre la superficie o en la solución de catalizador.

Aunque el procedimiento continuo de este invento puede efectuarse en cualquier dispositivo apropiado, teniendo en consideración las exigencias previamente descritas, un aparato preferido está mostrado en las figuras 1 y 2, que comprenden un depósito de aplicación de monómero 20 y un recipiente de reacción rectangular 35, dispuestos e interconectados apropiadamente de manera que el substrato que ha de ser tratado de acuerdo con el procedimiento del invento sea transportado de forma continua a través del depósito de aplicación de monómero 20, a través del recipiente de reacción 35, sea exprimido de cualquier cantidad de solución de catalizador en exceso por la acción de rodillos exprimidores 58 y 59, y después de esto sea secado en la estufa 75. En aplicaciones en las que es deseable eliminar la solución de catalizador en exceso no eliminada por los rodillos exprimidores 58 y 59, el substrato puede ser sometido a operaciones de lavado y/o de neutralización antes de secar en la estufa 75.

El depósito de aplicación de monómero 20 contiene un rodillo de inmersión 22 que está situado dentro del depósito del monómero 20, que es mantenido continuamente al nivel del monómero 21. También situado dentro del depósito de monómero 20, pero por encima del nivel de monó-



mero 21, existe un par de rodillos exprimidores coincidentes 24 y 25. El rodillo exprimidor inferior 24 está soportado y accionado apropiadamente por medios de accionamiento (no mostrados). El rodillo exprimidor superior 25, generalmente recubierto con fieltro o con caucho, está soportado y construido apropiadamente de manera que gira con el rodillo inferior y puede estar adaptado para ejercer una fuerza hacia abajo ajustable sobre el rodillo exprimidor 24. Por lo tanto, los rodillos exprimidores 24 y 25 están dispuestos para mover y exprimir el substrato interpuesto entre ellos proporcionando un método para controlar la cantidad de monómero sobre el substrato antes de entrar en el recipiente de reacción 35.

El recipiente de reacción 35, tal como se muestra con más detalle por la representación en sección transversal de la figura 2, contiene una envolvente rectangular cerrada 38 que discurre por toda la longitud del depósito y por debajo de la superficie de fondo interior 37 del depósito, para hacer circular de forma continua un medio de caldeo fluido con lo que la solución de catalizador situada dentro del recipiente 35 es mantenida a una temperatura previamente seleccionada. Serpentes 40 están situados dentro de la envolvente cerrada 38 y en contacto con el medio de caldeo, estando conectados dichos serpentes en un extremo mediante la conducción de suministros 68 con el depósito principal 72 de suministro de catalizador y con el depósito auxiliar 73 por medio del cambiador de calor 69, de la bomba 70 y de las válvulas de control 71 y 76. El extremo de salida de los serpentes 44 está situado por debajo de la superficie del líquido cer-



31 MAY

ca de la entrada del substrato en el recipiente de reac-
ción 35 para proporcionar un suministro constante de ca-
talizador de nueva aportación en el punto de entrada del
substrato. La placa de desviación 50 está montada de for-
ma ajustable por encima del recipiente de reacción 35 y
está adaptada para ser movida hacia arriba y hacia abajo
entre los lados verticales 36 del depósito 35 y dentro de
la solución del catalizador. Están dispuestos medios para
ajustar la posición de la placa de desviación 50 y de es-
ta manera la anchura de la abertura 45 entre la superfi-
cie horizontal inferior 51 de la placa de desviación 50
y la superficie superior interior 37 del recipiente 35.
En la figura 1, este control es proporcionado por una plu-
ralidad de poleas 80, un rodillo 81 y alambres 82 y 83,
estando unidos dichos alambres a la placa de desviación
y respondiendo a la rotación del rodillo 81, tal como se
indica, para elevar o descender la placa de desviación.
El rodillo 81 está provisto con medios (no mostrados) pa-
ra fijar la posición, manteniendo de esta manera la placa
de desviación a cualquier nivel deseado dentro del reci-
piente 35. Tal como se ilustra en la figura 2, la posi-
ción de la placa de desviación 50 dentro del recipiente
35 puede ser controlada ajustando una serie de tornillos
84 que están montados sobre la parte superior de los la-
dos verticales 36 del recipiente 35.

Refiriéndose de nuevo a la figura 1, el recipiente
de reacción 35 está equipado con un transportador conti-
nuo 55 que es del tipo de correa sin fin. Guías cilíndri-
cas paralelas apropiadas y rodillos de accionamiento 56
soportan y guían la correa transportadora, y por rotación



mueven la correa transportadora 55 en desplazamiento continuo en sentido contrario al de las agujas del reloj desde el extremo derecho de la vista de la figura 1 hasta el extremo izquierdo del recipiente de reacción 35, entre los rodillos exprimidores 58 y 59 y después de vuelta al lado derecho del recipiente de reacción por medio de rodillos de guía cilíndrica 56 soportados por debajo del recipiente de reacción. El desplazamiento del nivel superior del transportador a través del recipiente de reacción hacia el lado izquierdo de la figura 1 es citado aquí como desplazamiento de avance. Algunos o la totalidad de los rodillos de accionamiento 56 pueden estar conectados con un manantial de energía (no mostrado).

La placa de desviación 50 está equipada también con una correa transportadora continua 54 que está soportada y accionada por una pluralidad de rodillos de guía y de accionamiento 56 cilíndricos y paralelos, a lo largo de una trayectoria en el sentido de las agujas del reloj por encima y por debajo de la placa de desviación, tal como se indica en la figura I. Es decir, por rotación de los rodillos de accionamiento, la correa transportadora 54, se mueve alrededor de la placa de desviación en el sentido de las agujas del reloj, desplazándose el nivel inferior de la correa, es decir la porción de la correa situada debajo de la placa de desviación y dentro del recipiente de reacción 35 desde el extremo derecho hacia el extremo izquierdo del recipiente de reacción, entre los rodillos exprimidores 58 y 59, y después de vuelta sobre la parte superior de la placa de desviación hacia el extremo derecho del recipiente de reacción. La correa trans

31 MAY



5 portadora continua 54 de la placa de desviación 50 está alineada con la correa transportadora continua 55 del recipiente de reacción 35, y está adaptada para moverse con la correa 55, y en la misma dirección que la misma, y para aplicar y arrastrar de esta manera al substrato entre las correas y a través del recipiente de reacción 35. La trayectoria de desplazamiento a través del recipiente de reacción 35 es preferiblemente horizontal con una ligera inclinación hacia arriba (aproximadamente 10 a 20°) cerca del extremo del depósito para permitir una retirada gradual del substrato desde el recipiente de reacción sin perturbación sustancial del substrato. El rodillo cilíndrico 58 sirve para la doble función de rodillo de guía y de uno de un par de rodillos exprimidores cuando la placa de desviación es hecha descender a la posición y se ejerce presión por el rodillo exprimidor 58 contra el rodillo exprimidor 59 del recipiente de reacción 35. Se dispone un mecanismo de ajuste apropiado (no mostrado) para ajustar la presión de exprimido ejercida por el rodillo. La presión ejercida sobre el substrato por los rodillos exprimidores conjugados 58 y 59 comprime al substrato extrayendo de esta manera la solución de catalizador arrastrada en el substrato. La cubeta 77 está colocada debajo de los rodillos exprimidores 58 y 59 para recoger la solución de catalizador extraída por dichos rodillos exprimidores.

15
20
25
30 Un transportador apropiado 74 transporta el substrato tratado desde los rodillos exprimidores 58 y 59 y suministra al substrato continuamente a la unidad secadora 75 y después de esto al tratamiento ulterior. Tal como se ha men

3 MAY



cionado antes, el substrato puede ser purificado adicionalmente después de la acción de los rodillos exprimidores 58 y 59 y antes de secar, lavando y neutralizando de forma continua el substrato.

5 Las correas transportadoras están construídas de un material permeable flexible tales como telas metálicas tejidas, telas de filamentos de poliéster de malla abierta, u hojas sólidas de materiales flexibles perforadas con una pluralidad de orificios para permitir el pa-
10 so de líquido a su través. La permeabilidad de la correa a los líquidos y al aire debe ser sustancial, con el fin de permitir que escape el aire arrastrado y permitir que la solución de catalizador moje completa- y uniformemen-
15 te el substrato. El material flexible permeable de las correas transportadoras no debe ser reactivo con la solución de catalizador en ningún grado que reduzca la eficacia del catalizador o provoque una degradación indebida de las correas. Aunque las telas metálicas de malla abier-
20 ta son útiles en el procedimiento, se prefieren las correas de filamento de poliéster de malla abierta a causa de su resistencia a la degradación y de su mayor flexibilidad.

25 En el funcionamiento normal del aparato ilustrado en las figuras 1 y 2 que, por razones de conveniencia, describen el procedimiento de este invento con referencia al tratamiento de mechas de carda, una pluralidad de mechas 11 son retiradas de botes demecha 10 y pasan a través de guías en forma de ojo de porcelana 12 y guías en forma de U 13 dentro de un miembro que se estrecha en for-
30 ma de cuello o de trompeta 14, en que las mechas forman



una estructura a modo de esterilla de fibras de aproximadamente 275 mm de anchura. La esterilla pasa hacia abajo dentro del depósito de aplicación de monómero 20 y por debajo del rodillo de inmersión 22, situado de manera que al menos una porción del rodillo esté por debajo del nivel de los monómeros 21 y después de esto pasa hacia arriba y entre rodillos exprimidores 24 y 25, en que las presiones oscilan entre aproximadamente 8928 y aproximadamente 35.714 kg por metro lineal en la superficie de contacto de los rodillos. La presión ejercida por los rodillos de presión 24 y 25 sobre el substrato 11 determina la cantidad de monómero que permanece sobre el substrato cuando el substrato sale del depósito de aplicación 20 y penetra en el recipiente de reacción 35. Por lo tanto, cuando se desean mayores cantidades de monómero sobre el substrato, se aplica menos presión a, inversamente, permanecen menores cantidades de monómero sobre el substrato cuando se aplican mayores presiones. Generalmente, la absorción en humedo de solución de monómero no deberá ser superior a 60% en peso basado en el contenido de queratina del substrato. Se obtienen resultados óptimos cuando la absorción en humedo es inferior a 40% en peso. Con el fin de obtener maximas extracción, control y distribución de presiones, el rodillo exprimidor superior 25 deberá ser un rodillo de acero inoxidable cubierto con fieltro o cubierto con caucho. Los rodillos cubiertos con caucho no pueden ser utilizados en los casos en que el monómero es soluble en caucho.

La solución de monómero en exceso que es extraída por los rodillos exprimidores 24 y 25 es hecha volver a

5
10
15
20
25
30



5 la solución de monómero en el fondo del depósito 20. Materiales vegetales y otros materiales extraños que pueden acumularse en la solución de monómero como resultado de dicha nueva utilización, son eliminados sometiendo el monómero a separación continua o construyendo un colector sumidero en el depósito de aplicación de monómero 20 y eliminando periódicamente el material sólido que se sedimenta en dicho colector sumidero.

10 Después de pasar entre los rodillos exprimidores 24 y 25, el substrato sale del depósito de aplicación de monómero 20 a través de un miembro que se estrecha en forma de cuello o trompeta 15, y es introducido entre correas sin fin 54 y 55 que están adaptadas, tal como se indica anteriormente, para moverse conjuntamente y para aplicar y arrastrar el substrato entre las correas y a través del
15 recipiente de reacción 35. La anchura de la ranura 45 es ajustada según se desea para controlar la proporción de solución de catalizador a substrato. La correa 54 se des-
20 plaza continuamente sobre la superficie superior de la ranura 45 y se aplica con el lado superior del substrato durante el paso del substrato a través del recipiente de reacción. La correa inferior 55 se aplica con el lado inferior del substrato y lo soporta durante su paso a través del recipiente. De esta manera, el substrato está firmemente aplicado entre las dos correas y es transportado
25 a través de la ranura 45 al mismo tiempo que se estrecha en esta posición para hacer mínimo el movimiento e interacción entre el substrato y la solución de catalizador.

30 En una realización preferida tal como se muestra en la figura 1, las correas que arrastran el substrato

31 M



5 se mueven hacia abajo (preferiblemente en forma vertical)
dentro del recipiente de reacción que contiene la solución
de catalizador y con un mínimo de tensión sobre el subs-
trato con el fin de permitir que el substrato sea humec-
tado por la solución de catalizador. El substrato se ali-
menta en la boca formada por la presencia de rodillos de
guía 45 y 52 (ajustable) sobre cualquier lado de las co-
rreas y la presión ejercida sobre el substrato en este
punto por las correas es ajustada para aprehender y trans-
10 portar el substrato a través de la solución de cataliza-
dor. La entrada casi vertical del substrato en la solu-
ción de catalizador se ha encontrado que hace mínimo el
arrastre de aire. La utilización de correas permeables
que tienen porosidad suficiente para permitir que la so-
lución de catalizador penetre en el substrato emparedado,
15 también activa y facilita la eliminación de aire sin des-
baratar la disposición del substrato entre las correas.

El substrato, después de haber sido humectado con
el catalizador y liberado de aire arrastrado, es transpor-
20 tado a través del recipiente de reacción y es mantenido
a una temperatura dentro del margen desde aproximadamente
50 hasta aproximadamente 100°C durante un periodo de tiem-
po suficiente para realizar el injerto del monómero en
las fibras queratinicas del substrato, pero insuficiente
25 para realizar la formación y deposición de cantidades sig-
nificativas de polímeros sobre la superficie del substra-
to o en la solución de catalizador. La velocidad de las
correas es ajustada para mantener al substrato dentro de
la solución durante el tiempo deseado. Generalmente, el
30 substrato es mantenido dentro de la solución de cataliza-

31 MAY



5 dor hasta durante 30 minutos aproximadamente. El tiempo
de contacto dependerá del monómero y de la temperatura,
concentración y naturaleza de la solución de catalizador.
Cuando se utilizan temperaturas inferiores, el substrato
10 puede ser mantenido en contacto con la solución durante
periodos de tiempo más largos sin formar cantidades sig-
nificativas de polímero sobre la superficie de las fibras
del substrato o de la solución del catalizador. A tempera-
turas superiores, el tiempo de contacto puede ser reduci-
do proporcionalmente. En una realización preferida, el
substrato es mantenido en contacto con la solución de ca-
talizador durante un periodo desde aproximadamente 8 has-
ta aproximadamente 12 minutos, estando dicha solución de
catalizador dentro del margen de temperaturas desde apro-
ximadamente 65 a aproximadamente 80°C.

15 Tal como se ha mencionado anteriormente, es impor-
tante que el substrato que está recubierto con el compues-
to etilénicamente insaturado sea transportado a través de
la solución de catalizador de una manera que impide canti-
dades significativas de agitación o movimiento de la so-
lución de catalizador con relación al substrato. Dichas
20 perturbaciones deberán ser evitadas si el compuesto eti-
lénicamente insaturado ha de ser mantenido dentro de las
fibras y han de evitarse cantidades significativas de
polímero en la solución de catalizador y sobre la super-
25 ficie de las fibras. Por ejemplo, cuando se repite el pro-
cedimiento de este invento con la excepción de que subs-
trato recubierto con monómero es transportado a través
de la solución de catalizador bajo condiciones que aumen-
tan el movimiento de la solución de catalizador en las
30



5 proximidades del sustrato, aumenta la cantidad de monó-
mero en la solución de catalizador, y se reduce significa-
tivamente la conversión de monómero en polímero dentro de
las fibras, indicando que el movimiento de la solución de
catalizador lava o extrae monómero desde la superficie
del sustrato antes de realizar el injerto del monómero
dentro de las fibras.

10 Cuando el sustrato es transportado a través del
recipiente de reacción 35, la solución de catalizador,
en contacto con las correas transportadoras 54 y 55 y el
sustrato II, es arrastrada junto con el sustrato hasta
el extremo del recipiente de reacción y es eliminada. La
solución de catalizador de nueva aportación es añadida de
15 forma continua al recipiente de reacción cerca del punto
de entrada del sustrato y por debajo de la superficie de
la solución de catalizador en la entrada al recipiente
de reacción, para inhibir la disolución de aire dentro
del catalizador y para hacer mínima la agitación de la so-
lución de catalizador dentro del recipiente 35. El aparato
20 está diseñado para proporcionar un suministro de solu-
ción de catalizador no utilizado de nueva aportación en
la entrada a la ranura 45 del recipiente de reacción 35,
arrastrándose la solución consumida junto con el sustrato
y desechándose en el extremo de salida del aparato.
25 La abertura de la ranura 45 deberá ser suficientemente
estrecha para permitir que la totalidad o sustancialmente
la totalidad de la solución de catalizador sea arrastrada
junto con el sustrato y las correas en movimiento y sea
desechada. De esta manera, los vestigios de monómero pre-
30 sentes en la solución de catalizador no afectarán a los



5 resultados obtenidos. En algunos casos, la ranura puede ser diseñada con una inclinación descendente ligera, de manera que la solución de catalizador fluirá naturalmente desde la entrada a la salida, y de esta manera limitará o eliminará la posibilidad de una acumulación ocasional de monómero en la ranura durante un periodo de tiempo en el que dicho monómero puede reaccionar para formar depósitos de polímero sobre la superficie de las fibras.

10 El substrato emparedado es retirado de la ranura del recipiente de reacción y es sometido a una acción exprimidora por rodillos exprimidores 58 y 59 inmediatamente después de salir del recipiente de reacción 35. El substrato es retirado acto seguido desde las correas transportadoras cooperantes y es transportado dentro de la estufa calentada 75 para ser secado. Cuando es deseable eliminar disolventes monómero que no ha reaccionado, y residuos parcialmente reaccionados, el substrato puede ser lavado con agua antes de entrar en la estufa calentada 75. Además, cuando se utilizan catalizadores ácidos en el procedimiento de este invento y el substrato resultante contiene ácido residual, el substrato puede ser tratado adicionalmente con una solución alcalina acuosa o alcohólica capaz de neutralizar el ácido dentro del substrato. La deseabilidad de estos tratamientos adicionales será determinada por la naturaleza de cualquier tratamiento adicional, tal como por ejemplo teñido, que pueda ser sensible a los ácidos.

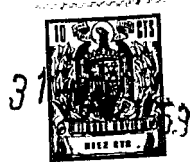
25 Las características particulares del aparato antes descrito son ilustrativas y no se pretende que sean limitativas. Las modificaciones del aparato pueden efectuarse



31

5 sin desviarse de las exigencias y limitaciones del pro-
cedimiento. Por ejemplo, el mecanismo por el que el sub-
trato es recubierto dentro del depósito de aplicación de
monómero 20 puede variar siempre que el mecanismo escogi-
do no perturbe excesivamente la orientación de las fibras
dentro del substrato, y puedan ser controladas la canti-
dad y uniformidad de aplicación de monómero al substrato.
También es posible diseñar un aparato para proporcionar
una serie de correas sin fin continuas o cooperantes de
10 manera que el substrato sea transportado a través de ca-
da etapa del procedimiento entre dichas correas cooperan-
tes. Alternativamente, el substrato puede ser transporta-
do por todo el procedimiento entre un par continuo de co-
rreas cooperantes, aunque este último método no es reco-
mendado ya que el monómero puede ser arrastrado por la co-
rrea y, a menos que sea eliminado, contaminará la solu-
ción de catalizador o hará impermeable a la correa a la
15 solución líquida de catalizador.

Aunque el procedimiento y los aparatos han sido des-
critos anteriormente con referencia a la utilización de
20 una mecha de carda en calidad de substrato, se ha encontra-
do que el procedimiento y el aparato, con ligeras modifi-
caciones son útiles para injertar uniformemente otros
substratos que contengan fibras queratínicas con compues-
tos etilénicamente insaturados. Así, el substrato tratado
25 de acuerdo con este invento puede estar en la forma de
una tela o hilo, aunque el procedimiento es particularmen-
te útil para tratar fibras queratínicas en una masa sus-
tancialmente suelta tal como cintas peinadas, estopas,
30 mechas, esterillas y similares. Las esterillas pueden te-



ner una distribución direccional de fibras paralelas o al
azar. El término "fibras sueltas" tal como se utiliza
aquí incluye fibras que tienen un grado de libertad con-
figuracional que se encuentra usualmente antes de la
5 transformación en hilos o telas tejidas, no tejidas o te-
jidas de punto. Se ha de sobreentender, sin embargo, que
las fibras sueltas, por ejemplo, cintas de lana peinada
pueden ser sometidas a una ligera torsión para aumentar
la resistencia mecánica de la cinta peinada suficientemen-
10 te para hacer posible que la cinta peinada sea tratada
de la manera continua descrita. Es preferible que las fi-
bras sueltas sean transportadas a la solución de catali-
zador en una configuración paralela o sustancialmente para-
lela ya que dicha orientación facilita la humectación de
15 las fibras con la solución de catalizador y el desprendi-
miento del aire arrastrado. Cuando el substrato que ha de
ser tratado está en la forma de una tela, ya sea tejida,
no tejida o tejida de punto, el monómero es aplicado prefe-
riblemente en solución de manera que se depositen pequeñas
20 cantidades de monómero sobre la tela. Alternativamente,
el monómero puede ser aplicado, por pulverización, o por
impregnación sobre pequeñas cantidades de monómero, a ca-
da lado de la tela con un rodillo de transferencia.

Los monómeros útiles en el procedimiento de este
25 invento son preferiblemente compuestos etilénicamente in-
saturados, es decir compuestos que contienen el grupo
 $CH_2 = C-$, ejemplos típicos de dichos compuestos etiléni-
camente insaturados incluyen halogenuros y ésteres de vi-
nilo, tales como cloruro de vinilo, bromuro de vinilo,
30 acetato de vinilo, propionato de vinilo, butirato de vi-

**POOR
QUALITY**



nilo y estearato de vinilo; ésteres de vinilo tales como metil vinil éter, etil vinil éter, propil vinil éter, bu til vinil éter, y ciclohexil vinil éter; vinil cetonas, tales como etil vinil cetona y metil vinil cetona; compues
5 tos vinil-aromáticos tales como estireno, para-bromo-estireno y pentacloro estireno; vinil naftalenos, tales como 4-cloro-1-vinil-naftaleno y 6-cloro-2-vinil-naftale
10 no; nitrilos tales como acrilonitrilo y metacrilonitrilo; y monómeros vinílicos que contienen nitrógeno, tales como vinil-piridina, vinil-piperidina, vinil-pirazolina, vi
nil-pirrolidona y sus derivados alcoholados en el nucleo.

También son útiles los ésteres acrílicos, alfa-alcohol acrílicos y alfa-halo-acrílicos de alcoholes monova
lentes saturados, tales como los ésteres metílicos, etílicos, propílicos, isopropílicos, butílicos, isobutílicos, amílicos, óctílicos, decílicos, dodecílicos y penta
15 decílicos de los ácidos acrílico, metacrílico, etacrílico, cloroacrílico, itacónico, maleico, crotonico y fumárico; estos últimos ácidos y los anhídridos de los mis
20 mos, los ésteres de fenilo, bencilo y fenetilo de los ácidos antes mencionados; acrilamidas, y acrilamidas sustituidas tales como N-(p-anisil)metacrilamida, N-fenilme
25 tacrilamida, N-etil metacrilamida, N-metil metacrilamida, N-(paratolil) metacrilamida, N,N'-dimetilacrilamida, N,N'-dietilacrilamida, N,N'-dipropilacrilamida, N,N'-dihe
xil acrilamida, y N,N'-dioctil acrilamida.

También se pueden utilizar en el procedimiento de este invento mezclas de los anteriores compuestos etilé
nicamente insaturados. Ejemplos de dichas mezclas inclu
30 yen estireno y acrilato de butilo (85/15), estireno y di



5 cloroestireno (80/20), metacrilato de metilo y acrilato de etilo (80/20), metacrilato de butilo y metacrilato de etilo (60/40 y 30/70), metacrilato de butilo y metacrilato de laurilo (80/20), y metacrilato de metilo y acrilato de metilo (70/30).

10 Se comunican al substrato propiedades particularmente deseables cuando se utilizan acrilatos de alcohol en calidad de los compuestos etilénicamente insaturados en el procedimiento de este invento, y se prefieren particularmente acrilatos de alcohol que tienen desde aproximadamente 1 a aproximadamente 12 átomos de carbono en el grupo alcohol.

15 El compuesto etilénicamente insaturado puede ser aplicado al substrato como monómero del 100% o disuelto en un disolvente, aunque se prefiere monómero del 100%. Ejemplos de disolventes que se han encontrado útiles incluyen: hidrocarburos tales como tolueno, xileno, benceno y ciclohexano; ésteres tales como acetato de n-amilo; cetonas tales como metil isobutil cetona y etil butil cetona; y amidas tales como N,N-dimetil acetamida. Generalmente, es deseable seleccionar disolventes monómeros que no sean solubles en la solución de catalizador. De esta manera, se hace mínima la contaminación de la solución de catalizador con disolventes y con monómero. Cuando se
20 utilizan disolventes en la aplicación del monómero al substrato, el disolvente puede ser eliminado desde el substrato antes de penetrar en el recipiente de reacción o puede ser arrastrado hasta el final del procedimiento y eliminado en la estufa de secado. Sin embargo, si el
25 disolvente monómero es soluble en la solución acuosa de
30



catalizador, es eliminado preferiblemente desde la parte superior antes de penetrar en la solución de catalizador.

Los catalizadores que se han encontrado útiles en el procedimiento de este invento incluyen catalizadores azoicos tales como azobisisobutironitrilo y catalizadores de radicales libres tales como peroxidisulfato de amonio. El sistema de catalizador utilizado más generalmente es un sistema de catalizador redox compuesto por un agente reductor y un agente oxidante. La interacción del agente reductor y del agente oxidante proporciona radicales libres que realizan el injerto del monómero en la fibras queratínicas del substrato.

El agente reductor puede ser un compuesto de hierro, tal como las sales ferrosas incluyendo los sulfatos, acetatos, fosfatos, etilendiaminotetracetatos y similares; formaldehído-sulfoxilatos metálicos, tales como formaldehído-sulfoxilato de zinc; formaldehído-sulfoxilatos de metal alcalino, tales como formaldehído-sulfoxilato de sodio; sulfitos de metal alcalino, tal como bisulfito, sulfito, metabisulfito o hiposulfito de sodio y de potasio; ácidos mercaptánicos, tales como ácido tioglicólico y sus sales solubles en agua, tales como tioglicolatos de sodio, potasio o amonio; mercaptanos, tales como sulfuro de hidrógeno y sulfhidrato de sodio o de potasio; alcohol mercaptanos, tales como butil- o etil mercaptanos y mercaptan-glicoles, tales como beta-mercapto-etanol; sulfitos de alcanolamina, tales como sulfito de monoetanolamina y sulfito de monoisopropanolamina; sales manganosas y cromosas; bisulfito de amonio, sulfuro de sodio, sulfhidrato de sodio, clorhidrato de cisteína, hiposulfito de



sodio, tiosulfato de sodio, dicianato de sodio cloruro titanoso, dióxido de azufre, ácido sulfuroso y similares, así como mezclas de estos agentes reductores. Además, se puede utilizar en calidad de agente reductor una sal de hidrazina, derivandose el resto ácido de la sal de cualquier ácido tal como ácido clorhídrico, bromhídrico, sulfúrico, sulfuroso, fosfórico, benzoico, acético y similares.

Iniciadores de agentes oxidantes apropiados para utilizarse en el sistema de catalizador redox incluyen peróxidos inorgánicos, por ejemplo peróxido de hidrógeno, peróxido de bario, peróxido de magnesio, etc, y los diversos catalizadores peroxídicos orgánicos, de los cuales son ejemplos ilustrativos los peróxidos de dialcoholo, por ejemplo peróxido de dietilo, peróxido de dipropilo, peróxido de dilaurilo, peróxido de dioleilo, peróxido de diestearilo, peróxido de di(ter-butilo), y peróxido de di-(ter-amilo), siendo designados frecuentemente dichos peróxidos como peróxidos de etilo, propilo, laurilo, oleilo, estearilo, ter-butilo, ter-amilo; los peróxidos de hidrógeno y alcoholo, por ejemplo peróxido de hidrógeno y ter-butilo (hidroperóxido de ter-butilo), etc.; peróxidos de diacilo simétricos, por ejemplo peróxidos que son conocidos comunmente bajo nombres tales como peróxido de acetilo, peróxido de propionilo, peróxido de lauroilo, peróxido de estearoilo, peróxido de malonilo, peróxido de succinilo, peróxido de ftaloilo, peróxido de benzoilo, etc.; peróxidos de ácidos de aceites grasos, por ejemplo peróxidos de ácidos de aceite de coco, etc.; peróxidos de diacilo asimétricos o mixtos, por ejemplo peróxido de

31 MAY



5 acetilo y bencilo, peróxido de propionilo y benzoilo, etc.; óxidos de terpeno, por ejemplo ascaridoles, etc.; y sales de perácidos inorgánicos, por ejemplo persulfato de amonio, persulfato de potasio, percarbonato de sodio, percarbonato de potasio, perborato de sodio, perborato de potasio, perfosfato de sodio, perfosfato de potasio, etc.

10 Otros ejemplos de iniciadores de peróxido orgánicos que se pueden emplear son los siguientes: hidroperóxido de tetralina, di-perftalato de ter-butilo, hidroperóxido de cumeno, perbenzoato de ter-butilo, peróxido de 2,4-di-
15 clorobenzoilo, peróxido de urea, peróxido de caprililo, peróxido de para-clorobenzoilo, 2,2-bis(ter-butil peroxi) butano, peróxido de hidroxihexilo, diperóxido de benzaldehído.

20 Los anteriores agentes oxidantes, particularmente las sales de perácidos inorgánicos, pueden ser utilizados solos para iniciar el procedimiento de polimerización por injerto, aunque se pueden realizar reacciones más rápidas a temperaturas inferiores cuando el agente oxidante es
25 combinado con un agente reductor para formar un sistema de catalizador redox. También, se pueden utilizar sales férricas como agentes oxidantes y pueden formar un sistema de catalizador redox con peróxido de hidrógeno, en cuyo caso el peróxido actúa como agente reductor. El catali-
30 zador de polimerización es disuelto generalmente en agua y el substrato es transportado a través de la solución de catalizador mantenida a una temperatura desde aproximada-
te 50 a aproximadamente 100 °C. Generalmente, no se prefiere una temperatura superior a aproximadamente 90°C



cuando se utiliza un sistema catalizador redox ya que algunos de los componentes pueden degradarse a estas temperaturas elevadas. Para un funcionamiento mejorado, el agua utilizada para preparar la solución de catalizador deberá ser filtrada a través de carbón para eliminar material orgánico, y en algunos casos, dependiendo de las impurezas del agua, deberá ser desionizada para eliminar metales que interfieren tales como plomo el cual, en muy pequeñas cantidades, envenena el catalizador. El sustrato permanece en contacto con la solución de catalizador durante un periodo de hasta 30 minutos dependiendo de condiciones tales como la temperatura y el pH de la solución de catalizador. Son deseables tiempos de reacción más cortos cuando se emplean temperaturas de reacción más altas. Inversamente, cuando la temperatura de la solución de catalizador es mantenida a una temperatura desde 50 a 60°C, la velocidad de polimerización es más lenta y es mayor el tiempo de reacción. Preferiblemente, se utiliza una temperatura de reacción desde aproximadamente 65 hasta aproximadamente 80°C durante un periodo desde aproximadamente 8 a 12 minutos. Parece que los sistemas de catalizador redox proporcionan mejor rendimiento cuando la solución de catalizador es mantenida muy ácida. Por ejemplo, una solución de catalizador que comprende nitrato férrico, peróxido de hidrógeno, y ácido sulfúrico, proporciona máxima conversión a un pH menor de aproximadamente 1,7.

Se obtienen resultados mejorados cuando el sustrato que contiene fibras queratínicas está en un estado hinchado durante la reacción. Este estado se obtiene con la mayor facilidad realizando la reacción de acuerdo con



el procedimiento antes descrito en que el substrato recu-
bierto con monómero es transportado dentro de la solución
de catalizador calentada que se cree que provoca un hin-
chamiento casi inmediato del substrato, absorbiendo de
5 esta manera el monómero dentro de las fibras del substra-
to antes de la reacción de polimerización.

Aunque el agua presente en la solución de cataliza-
dor hinchará las fibras queratinicas, se obtienen resul-
tados mejorados cuando se añade a la solución de catali-
zador un agente de hinchamiento suplementario para las
10 fibras queratinicas. Ejemplos de dichos agentes de hincha-
miento incluyen ácidos minerales tales como ácido sulfú-
rico y ácido clorhídrico; ácidos orgánicos tales como áci-
do acético, ácido fórmico, y ácido tricloroacetico; sales
15 de litio tales como cloruro de litio y bromuro de litio;
amidas tales como formamida, acetamida, y N,N'-dimetilfor-
mamida; y otros agentes de hinchamiento, tales como urea
y tiourea.

La presencia de agentes humectantes sirve también
20 para aumentar la penetración de los reaccionantes dentro
de las fibras queratinicas. Ejemplos de agentes tensioac-
tivos apropiados que son útiles como agentes humectantes
en la solución de catalizador incluyen sulfatos o sulfona-
tos de sodio y alcoholo de cadena larga, alcoholbence-
no-sulfonatos de sodio, sales de amonio orgánicas tales
25 como "Arquad 16-50", un cloruro de hexadeciltrimetil amo-
nio, y agentes tensioactivos no iónicos tales como laura-
to de manitol, laurato de sorbitol y productos de reac-
ción con óxido de etileno de ácidos grasos, de alcoholes
30 grasos, de alcoholes polivalentes y de alcoholes aromáti-



cos, tales como surtonic N-95, un agente humectante no iónico obtenido condensando nonilfenol con óxido de etileno en la proporción molar de 1:9,5.

5 Una de las ventajas del procedimiento y de los aparatos de este invento es la aptitud para efectuar la reacción de injerto deseada de una manera continua, sin utilizar grandes cantidades de solución de catalizador. La proporción en peso de solución de catalizador a substrato es controlada con facilidad en el aparato previamente descrito haciendo variar la posición de la placa de desviación 50 y regulando de esta manera la anchura de la ranura a través de la que pasan el transportador y el substrato. En el procedimiento de este invento, la proporción en peso de solución de catalizador a substrato es generalmente menor de 20:1. Sin embargo, en algunos casos, se pueden utilizar proporciones en peso superiores. La deseabilidad de utilizar mayores proporciones depende del costo del catalizador y de la velocidad de polimerización del monómero en la solución de catalizador. Si es baja la reactividad del monómero en la solución de catalizador, (por ejemplo metacrilato de laurilo en una solución redox), entonces se puede tolerar la presencia de monómero en la solución durante periodos más largos y la solución no necesita ser desechada de forma continua o con tanta frecuencia. Por lo tanto, son factibles mayores proporciones en peso. Por otra parte, soluciones de catalizador que contienen los monómeros más reactivos no pueden permanecer en contacto con el substrato durante ningún periodo apreciable de tiempo, ya que los polímeros formados en solución se depositarán sobre el substrato y sobre el

10

15

20

25

30

31 M



equipo. Aunque se pueden utilizar altas proporciones en peso en dichos casos, estas no son rentables a causa de que la solución debe ser desechada de forma continua o después de utilizarlas durante un periodo de tiempo más corto.

5

Aunque esta proporción en peso puede variar considerablemente sin afectar los resultados deseables, el invento proporciona un método para una operación continua y satisfactoria de injerto con proporciones extremadamente bajas de menos de 10:1. Preferiblemente, se utilizan proporciones de aproximadamente 5:1 o menores. La utilización de dichas bajas proporciones en peso no solamente simplifica las exigencias de los aparatos, sino que también proporciona un procedimiento económico sin la necesidad de volver a regenerar la solución de catalizador gastada.

10

15

El procedimiento de este invento ha sido descrito generalmente como un procedimiento de injerto ya que el monómero, el sistema catalizador y las condiciones de reacción son las utilizadas generalmente en reacciones de injerto. Además, el producto del procedimiento se comporta igual que un producto injertado o igual que uno en el cual el polímero es unido por fuertes enlaces covalentes. La evidencia de dicha conclusión está suministrada por el fallo al extraer con disolventes cantidades significativas de los polímeros desde los substratos tratados obtenidos en la realización preferida. Aunque el procedimiento se cree que es un procedimiento de injerto, el invento no ha de estar limitado a esto, ya que los polímeros depositados dentro de las fibras pueden o no pue

20

25

30



den ser hechos reaccionar con la lana.

Los siguientes ejemplos ilustran la manera en la cual puede llevarse a la práctica el invento. Salvo que se indique otra cosa, todas las partes y porcentajes están en peso.

5

Ejemplo 1.- Una cinta de lana peinada que consiste en 16 mechas de aproximadamente 35 g/m cada una de lana de calidad 640 y que contiene aproximadamente 11% de humedad, es alimentada al depósito de aplicación de monómero 20 del aparato de injerto continuo descrito en las figuras 1 y 2. El monómero utilizado en este ejemplo es metacrilato de butilo. La cantidad de metacrilato de butilo en la cinta de lana peinada, después de pasar a través de los rodillos exprimidores 25 (cubierto con fieltro) y 24 con una presión de apriete de aproximadamente 14.288 kg por metro lineal en la superficie de contacto, es de aproximadamente 33%.

10

15

La cinta peinada recubierta con metacrilato de butilo es alimentada acto seguido al recipiente de reacción entre correas 54 y 55 de filamentos de poliéster de malla abierta. La solución de catalizador utilizadas en este ejemplo es preparada disolviendo 22 partes de nitrato férrico nonahidrato de calidad para reactivo, 78 partes de peróxido de hidrógeno (de calidad comercial que contiene 50% de agua), 800 partes de ácido sulfúrico concentrado y 30 partes de "Surfonic N-95" en aproximadamente 99.000 partes de agua desionizada. La solución de catalizador es bombeada al recipiente de reacción 35 con un caudal de aproximadamente 2 a 2,40 kg por minuto para mantener un nivel aproximadamente constante de catalizador, y la

20

25

30



temperatura de la solución es mantenida a aproximadamente 72-73°C, la posición de la placa de desviación dentro del depósito de curado es ajustada para proporcionar una anchura de ranura de aproximadamente 19 mm. De esta manera, la proporción en peso de solución de catalizador a cinta de lana peinada es de aproximadamente 5:1 cuando la cinta peinada pasa a través de la ranura 45 a una velocidad de 670 mm por minuto durante un tiempo de reacción de 10 minutos.

Después de salir de la ranura, la cinta peinada es hecha pasar a través de rodillos exprimidores 58 y 59, es lavada dos veces con agua fría, y es secada sobre un secador Fleissner a 65°C a la velocidad de 1,8 m por minuto. La medición del aumento de peso debido al injerto de polímero indica una conversión esencialmente de 100%.

Ejemplo 2.- Se repite el procedimiento del Ejemplo 1, excepto que las correas transportadores se desplazan a través del recipiente de reacción 35 a la velocidad de 838 mm por minuto, reduciendo de esta manera el tiempo de reacción a 8 minutos. Se obtiene un rendimiento de 94% de polímero dentro de las fibras, y se detecta menos de 2% de polímero en la superficie.

Ejemplo 3.- Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 excepto que la cinta de lana peinada contiene 12,6 % de agua, el caudal de catalizador dentro del depósito de curado es de 2,6 kg por minuto y la temperatura de la solución de catalizador es de aproximadamente 72 a 74°C. De esta manera, se tratan 103 kg de cinta de lana peinada en aproximadamente 5 horas. La conversión de monómeros es de aproximadamente 100%.



5

La cinta peinada tratada es neutralizada de una manera continua transportando las cintas peinadas a través de una solución alcalina acuosa contenida en un recipiente similar al recipiente de reacción 35, a la velocidad de 1,1 m por minuto durante un tiempo total de tratamiento de 6,8 minutos. Las muestras neutralizadas son lavadas acto seguido dos veces con agua y son secadas. El pH medio de la lana neutralizada se encuentra que es de 7,0.

10

La cinta de lana peinada neutralizada es tratada con aceite con una emulsión que contiene 1,8%, sobre la lana peinada, de aceite de hilatura a base de aceite mineral, y es secada a 120°C. La cinta de lana peinada tratada con aceite (que contiene 1,25% en peso de aceite) es sometida acto seguido a dos operaciones de peinado o tratamiento en máquina Gill, al mismo tiempo que se mantiene la humedad relativa de la atmósfera a aproximadamente 65%. El producto es envasado para el transporte y para los subsiguientes tratamientos de acabado.

15

20

Cuatro muestras de la cinta peinada injertada son seleccionadas al azar (números 5 a 8), y se determina el diámetro de las fibras en cada muestra. Cuatro muestras de la cinta peinada de lana no tratada (seleccionada del mismo lote utilizado para el tratamiento, números 1 y 4) se obtienen también para mediciones del diámetro de las fibras. El diámetro medio de fibras de las fibras de cada muestra es determinado midiendo el diámetro con un microscopio de proyección, y se efectúan 500 mediciones para cada muestra para proporcionar una lectura media que representa adecuadamente el diámetro global de las fibras.

25

30



5 El diámetro medio y el coeficiente de variación de las fibras, determinados de esta manera para las 8 muestras ensayadas, están resumidos en la Tabla I siguiente. Los resultados demuestran (1) el diámetro de fibras aumentado obtenido como resultado del procedimiento de este invento, y (2) la uniformidad del injerto indicada por la ausencia de cualquier cambio significativo en el coeficiente de variación del diámetro medio cuando la cinta peinada ha sido tratada de acuerdo con este invento.

10 TABLA I

Efecto del injerto sobre el diámetro de las fibras.

<u>Muestra nº</u>	<u>Diámetro de las fibras (micras)</u>	<u>Coefficiente de variación (%)</u>
15 1 (testigo)	21,65	21,94
2 (testigo)	21,78	22,41
3 (testigo)	22,58	21,04
4 (testigo)	22,78	18,88
5 (testigo)	24,63	20,02
20 6	24,58	17,90
7	23,90	19,58
8	24,70	21,46

25 El efecto del injerto efectuado por el procedimiento de este invento, especialmente en lo que se refiere al diámetro aumentado de las fibras puede ilustrarse en vistas fragmentarias de fibras de lana individuales tomadas con una cámara unida a un microscopio electrónico de exploración con un aumento de 1800 veces el tamaño real de las fibras. Viéndose las fibras con un ángulo de 75°.



5 Ejemplo 4.- Mechas de carda de lana que contienen
42 g por m (obtenida combinando mechass de 21 g por m) son
tratadas de acuerdo con el procedimiento del Ejemplo 1,
excepto que la presión de apriete ejercida por los rodi-
llos exprimidores 24 y 25 es de aproximadamente 16.074
kg por metro lineal en la superficie de contacto, el cau-
dal de solución de catalizador es de aproximadamente
2,7 kg por minuto, y la temperatura de la solución de ca-
talizador es mantenida entre aproximadamente 72 y 74°C.
10 Después de secar y acondicionar durante la noche, la me-
dición del aumento de peso debida a la adición de políme-
ro indica una conversión de monómero esencialmente de
100%.

15 Ejemplo 5.- Se repite el procedimiento del Ejemplo
1 excepto que las cintas de lana peinada son de calidad
60 y consisten en 32 mechass de 17,5 g por m de cada una,
el compuesto etilénicamente insaturado es metacrilato de
metilo, la cinta de lana peinada contiene 11,4% de agua,
la presión de apriete ejercida por los rodillos exprimi-
dores 24 y 25 es de aproximadamente 12.502 kg por metro
20 lineal en la superficie de contacto, y el caudal de cata-
lizador es de aproximadamente 2,4 kg por minuto.

25 Las cintas de lana peinada tratadas son lavadas dos
veces con agua fría, son secadas a 50°C, y son acondicio-
nadas durante 3 días. Al final del periodo de acondiciona-
miento, el aumento de peso de la cinta peinada que resulta
del anterior tratamiento representa esencialmente una con-
versión de 100% de metacrilato de metilo en el copolímero
injertado deseado.

30 Ejemplo 6.- Se repite el procedimiento del Ejemplo



l excepto que el depósito de aplicación de monómero 20
 contiene una solución al 50% de metacrilato de butilo en
 los diversos disolventes enumerados en la Tabla II. La
 cantidad de metacrilato de butilo impregnada sobre la cin-
 ta de lana peinada y la cantidad de polímero injertado
 5 incorporado en la cinta peinada, también están resumidas
 en la Tabla II. En todos los casos, esencialmente no se
 observa polímero en la superficie, y la conversión de mo-
 nómero en el deseado polímero injertado es esencialmente
 10 de 100%. Los valores de adición de polímero superiores a
 100% indican la presencia de ácido y/o catalizador absor-
 bidos.

TABLA II

Muestra número	Disolvente	Adición de me- tacrilato de butilo (%)	Adición de polímero (%)
1	Ciclohexano	29,8	30,5
2	Hexano	25,4	26,4
3	Acetato de n-amilo	31,9	31,7
4	Etil butil cetona	30,0	29,7
5	N,N'-dimetilacetamida	31,0	34,0

Ejemplo 7.- Se repite el procedimiento del Ejemplo
 1 excepto que la solución de catalizador comprende una so-
 25 lución acuosa que contiene 0,138% de sulfato de hidrazi-
 na, 0,078% de peróxido de hidrógeno, 0,8% de ácido sulfú-
 rico y 0,03% de Surrionic N-95, y la solución de cataliza-
 dor es mantenida a aproximadamente 85°C.

Ejemplo 8.- Se repite el procedimiento del Ejemplo



l excepto que la solución de catalizador es mantenida a 70°C y comprende una solución acuosa que contiene 0,31% de peroxidisulfato de potasio, 0,0075% de sulfito de hidrógeno y sodio y 0,8% de ácido sulfúrico, y el tiempo de contacto es de 30 minutos.

Ejemplo 9.- Se repite el procedimiento del ejemplo 8, excepto que la solución de catalizador es una solución acuosa que contiene 2% de peróxidisulfato de potasio y 0,8% de ácido sulfúrico, y la proporción de solución de catalizador a cinta de lana peinada es de aproximadamente 20:1.

Ejemplo 10.- Se repite el procedimiento del Ejemplo 1, excepto que la solución de catalizador es mantenida a 80°C y es una solución acuosa que contiene 1% de peroxidisulfato de amonio y 1% de dimetilformamida, la proporción de solución de catalizador a cinta peinada es de 10:1, y el tiempo de contacto es de 12 minutos.

Ejemplo 11.- Se repite el procedimiento del Ejemplo 3, excepto que la solución de catalizador es una solución acuosa que comprende 0,078% de peróxido de hidrógeno, 0,03% de Surfonic N-95, 0,022% de nitrato férrico nonahidrato, y 0,8% de ácido fórmico. También, la solución (a pH = 2,9) es mantenida a 70°C, y el tiempo de contacto es de 15 minutos.

Ejemplo 12. Una tela de mezcla (55:45) de poliéster (Dacron) y lana es impregnada con una solución al 50% de metacrilato de butilo en tolueno por ambos lados de la tela. El tolueno es eliminado calentando la tela recubierta, y se encuentra que la cantidad de metacrilato de butilo que queda sobre la tela es de aproximadamente 10%.



5 Varias capas de la tela recubierta con metacrilato de butilo son alimentadas acto seguido al recipiente de reacción 35 anteriormente descrito. La solución de catali-
zador utilizada en este ejemplo se prepara disolviendo
22 partes de nitrato férrico nonahidrato de calidad para reactivo, 78 partes de peróxido de hidrógeno que contenga
50% de agua, 800 partes de ácido sulfúrico concentrado, y 120 partes de Surfonic N-95 en aproximadamente 99.000 partes de agua desionizada. La solución de catalizador
10 es bombeada dentro del recipiente de reacción 35 con un caudal de aproximadamente 2,25 kg por minuto, y la temperatura de la solución es mantenida a aproximadamente 70°C.
La tela pasa a través de la ranura 45 a una velocidad de 670 mm por minuto durante un tiempo de reacción de 10 minutos. Después de salir de la ranura, la tela es hecha
15 pasar a través de rodillos exprimidores 58 y 59, es lavada dos veces con agua fría y es secada a 65°C.

Tal como se ha mencionado anteriormente, en las realizaciones preferidas, el injerto de compuestos etilé-
nicamente insaturados a substratos que contienen fibras queratínicas por el procedimiento de este invento da como
20 resultado un producto en que el polímero se deposita dentro de las fibras, a diferencia de la deposición sobre la superficie de las fibras. Las fibras tratadas obteni-
das de esta manera están caracterizadas por un diámetro y volumen aumentados sin ninguna pérdida significativa
25 de las propiedades deseables de las fibras queratínicas. Así, las fibras tratadas tienen la misma utilidad que las fibras no tratadas.

30 Evidencia adicional de la deposición del polímero



dentro de las fibras se obtiene sometiendo a las fibras tratadas, tales como las obtenidas en el Ejemplo 3, a la acción de una solución básica de hipoclorito de sodio durante 3 días a 20°C. Las fibras queratínicas son disueltas por la solución de hipoclorito dejando fibras de polímero que son lavadas y secadas. Se encuentra que estas fibras consisten en poli(metacrilato de butilo) y no se detectan proteínas ni amino-ácidos cuando se estudia el espectro de infrarrojos de las fibras. Además, las fibras obtenidas de esta manera tienen inesperadamente el mismo aspecto que las fibras de lana que tienen escamas y las otras estructuras irregulares exhibidas por las fibras de lana indicando la absorción a fondo del monómero por parte de las fibras antes de la polimerización.

Telas que tienen un tacto mejorado son creadas tratando fibras de acuerdo con el procedimiento de este invento y transformando después de esto a las fibras tratadas en telas. Además, la ausencia de cantinaues significativas de polímeros en la superficie de las fibras tratadas de acuerdo con este invento aumenta apreciablemente la eficacia de la textura en telar y del acabado. Se mejoran la forma y la retención de arrugas de las telas preparadas a partir de dichas fibras tratadas.

La presente solicitud que corresponde a la presentada en Estados Unidos de América, con fecha 22 de Mayo de 1.967, bajo el Número 640.155, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

31 MAY



REIVINDICACIONES

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

5
10
15
1.- Un aparato para injertar continua- y uniformemente un substrato que contiene fibras proteínicas con al menos un compuesto etilénicamente insaturado sin formar cantidades sustanciales de polímero sobre la superficie del substrato, que comprende uno o mas transportadores para transportar continuamente dicho substrato a través de una trayectoria de desplazamiento en que el substrato es progresivamente (a) puesto en contacto con al menos un compuesto etilénicamente insaturado, (b) sumergido en una solución acuosa de un catalizador de polimerización. contenido en un recipiente de reacción, (c) retirado de la solución de catalizador y (d) secado.

20
2.- El aparato de la reivindicación 1 en que el transportador para transportar el substrato a través de la solución acuosa de catalizador de (b) comprende dos correas sin fin móviles de un material permeable flexible adaptado para moverse juntamente y para aplicar y transportar al substrato entre las correas y a través de la solución.

25
3.- El aparato de la reivindicación 2, en que las dos correas sin fin constituyen correas de filamentos.



poliméricos de malla abierta.

4.- El aparato de la reivindicación 2, en que se disponen medios para controlar y variar la proporción de solución de catalizador a substrato en el recipiente de reacción, y el substrato penetra en la solución de catalizador en una trayectoria descendente vertical.

5.- Un aparato para injertar continua y uniformemente un substrato que contiene ribras proteínicas con al menos un compuesto etilénicamente insaturado.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en los dibujos que se acompañan y para los fines especificados.

La presente Memoria consta de cuarenta y una hojas, escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid,

31 MAY. 1969

P. A.

Alberto de Eizaburu
Por defect.

28-5-69
IAS/.

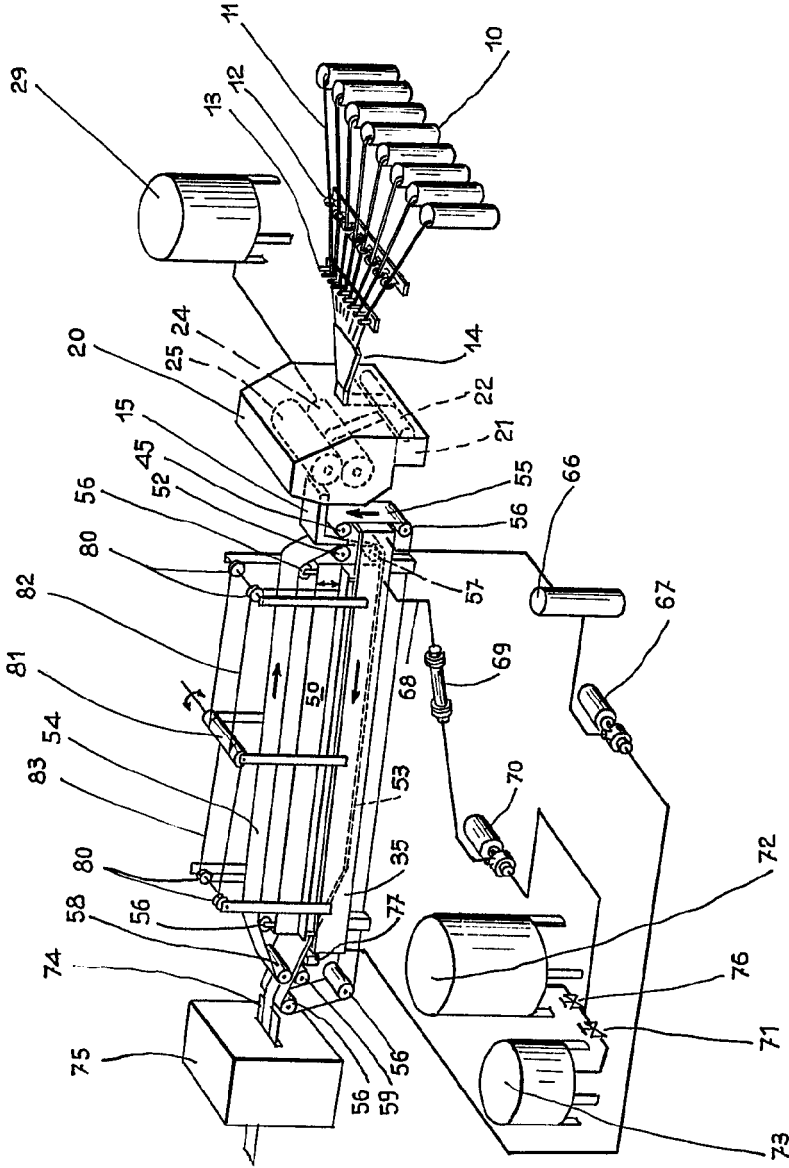


Fig:1

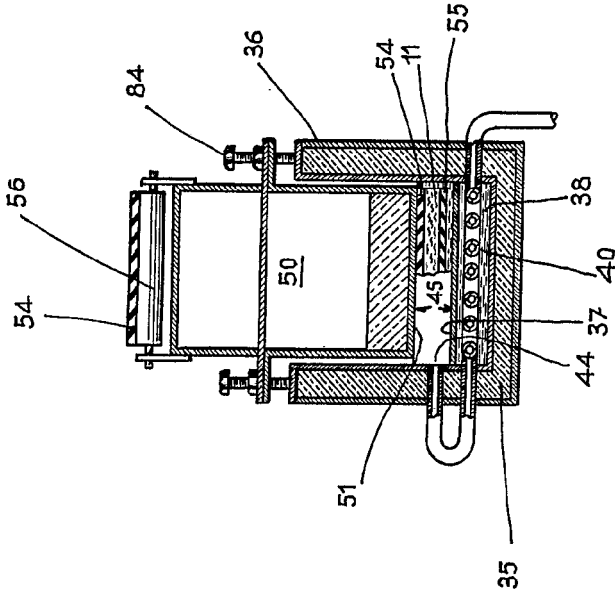


Fig: 2

Escala de Elab. de
W. L.

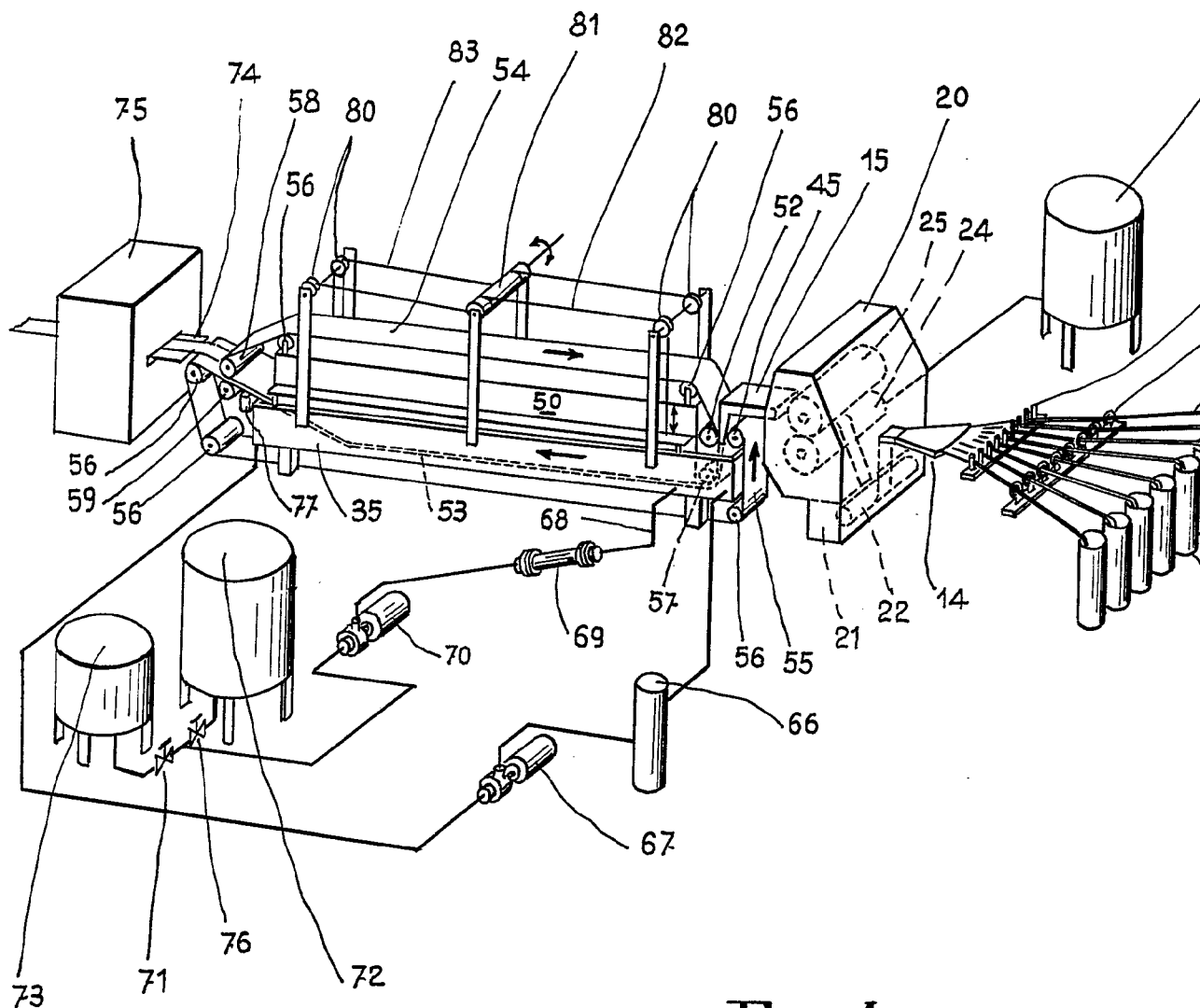


Fig: 1

ESCALA VARIABLE

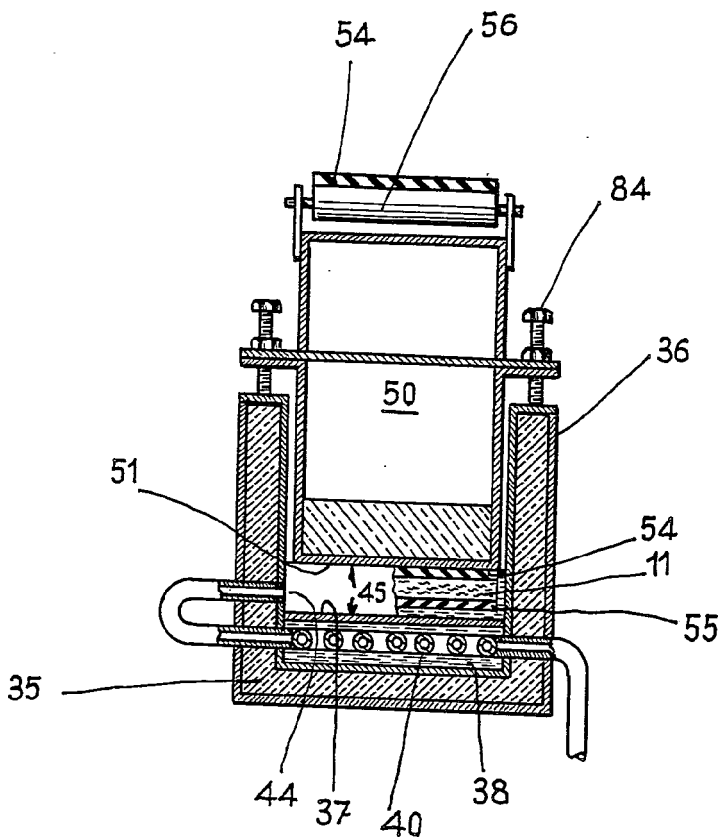
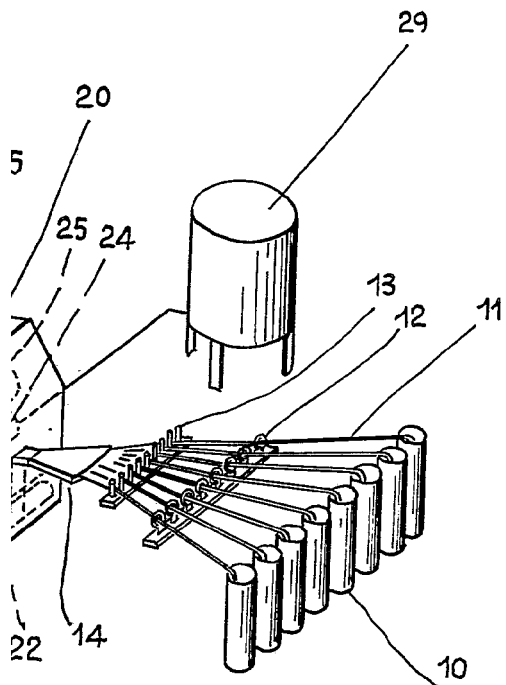


Fig: 2

Alfonso de Elizabete
Inventor