



MINISTERO DELLO SVILUPPO ECONOMICO
DIREZIONE GENERALE PER LA TUTELA DELLA PROPRIETÀ INDUSTRIALE
UFFICIO ITALIANO BREVETTI E MARCHI

UIBM

DOMANDA NUMERO	102000900895000
Data Deposito	12/12/2000
Data Pubblicazione	12/06/2002

Priorità	11-352669
Nazione Priorità	JP
Data Deposito Priorità	

Priorità	11-352668
Nazione Priorità	JP
Data Deposito Priorità	

Sezione	Classe	Sottoclasse	Gruppo	Sottogruppo
C	08	B		

Titolo

METODO PER LA FABBRICAZIONE DI FIBRA DI CELLULOSA RIGENERATA MIGLIORATA.

RM 2000 A 000660

SIB 92455

12210

Descrizione dell'invenzione industriale dal titolo:
"METODO PER LA FABBRICAZIONE DI FIBRA DI CELLULOSA
RIGENERATA MIGLIORATA"

della ditta giapponese FUJI SPINNING CO., LTD.
con sede in TOKYO (GIAPPONE)

EEEEEEEEEE

Fondamento dell'Invenzione

Campo dell'Invenzione

La presente invenzione si riferisce ad un metodo di fabbricazione di una fibra di cellulosa rigenerata con caratteristica di rigonfiamento in acqua e sfibrillatura migliorati, che sono difetti inerenti ad una fibra di cellulosa rigenerata, insieme con un maneggio superiore. Una fibra di cellulosa rigenerata migliorata ottenuta mediante la presente invenzione viene utilizzata in ampi campi di applicazione come filati, tessuti tessuti e tessuti a maglia, tessuto non tessuto e carta, presentando queste caratteristiche.

Descrizione della tecnica correlata

Una fibra di cellulosa rigenerata come raion e polynosic è composta da fibre naturali di tipo

cellulosa come cotone e canapa, ed è stato un materiale indispensabile nel campo dell'abbigliamento grazie alla sua proprietà di assorbimento di umidità e biodegradabilità superiori. Tuttavia, una fibra di cellulosa rigenerata, in particolare raion, ha difetti di scarsa rigidità e resilienza, benché superiore nel maneggio morbido e drappeggio. In aggiunta, essa ha ulteriori difetti come una scarsa resistenza all'acqua che porta ad un elevato grado di rigonfiamento in acqua e percentuale di ritiro dopo lavaggio e sbiancatura dovuto a sfibrillatura. Fibre polinosiche sono state sviluppate per migliorare grandemente queste proprietà del raion e ottenuto un certo livello di miglioramento. Tuttavia, la fibra non è sufficiente per resistenza all'acqua e rigidità a confronto con le fibre di cellulosa naturale come cotone e canapa.

Allo scopo di eliminare questi difetti, sono stati tentati dal passato trattamenti di una fibra di cellulosa rigenerata con un agente reticolante. Il Brevetto giapponese A-59-94681, per esempio, rende noto un metodo per un trattamento reticolante di tessuti tessuti e lavorati a maglia contenenti fibre di cellulosa con un agente reticolante

epossidico per ottenere caratteri resistenti a lavaggio-e-uso e piega. Il Brevetto giapponese B-10-237765 rende pure noto un metodo per migliorare il maneggio mediante trattamento di una fibra di cellulosa artificiale oppure del suo tessuto con glicole polietilenico ed un composto epossidico. Tuttavia, nella reticolazione di una fibra di cellulosa rigenerata, un trattamento con un agente reticolante dopo formazione della fibra di cellulosa porta ad una formazione di reticolazioni solamente in prossimità della superficie della fibra perché l'agente reticolante difficilmente penetra nella parte interna della fibra e dà luogo ad una insufficiente eliminazione del grado di rigonfiamento in acqua e ad una scarsa rigidità delle proprietà fisiche, benché la sfibrillatura possa con certezza venir ostacolata.

Il Brevetto giapponese A-9-170126 rende noto un metodo per un trattamento termico di un filato di fibra di cellulosa dopo contatto con un vapore di formaldeide. Questo metodo rende possibile che un agente di reticolazione idrofobo di basso peso molecolare come formaldeide penetri nella fibra per formare reticolazioni in una parte interna di una fibra, e così ridurre la sfibrillatura, sopprimere

il rigonfiamento e migliorare la resistenza a piega. Tuttavia, il metodo ha difetti come una riduzione dell'assorbimento di umidità, che è una caratteristica superiore intrinseca della fibra di cellulosa rigenerata, ed un abbassamento della resistenza. Un impiego di una quantità aumentata di un agente reticolante per migliorare il grado di rigonfiamento e le proprietà fisiche può conseguire un miglioramento del grado di rigonfiamento, ma è incline a determinare difetti come un irrigidimento della fibra, un abbassamento della resistenza della fibra ed una sfibrillatura facilitata.

Come metodo di promuovere una reazione di un agente reticolante all'interno di una fibra effettuando la reazione durante la formazione di un prodotto formato da cellulosa rigenerata, il Brevetto giapponese A-11-187871, per esempio, rende noto un metodo di far gocciolare una soluzione viscosa in un bagno di coagulazione quindi rimuoverla e fare reagire con un agente reticolante prima del completamento della coagulazione e rigenerazione. Questo metodo implica di rimuovere un prodotto formato nel corso di una coagulazione allo scopo di promuovere una reazione con un agente reticolante all'interno della fibra. Così, in una

applicazione ad una fibra, è difficile applicare a polynosic, benché applicabile a raion con una struttura di nucleo e pellicola. Inoltre, non è praticamente da applicare ad un processo di produzione continua particolarmente per fibre, dovuto ad una difficoltà nel controllare il processo di coagulazione.

Breve sommario dell'invenzione

Oggetto della presente invenzione è di fornire un metodo per fabbricare una fibra di cellulosa rigenerata migliorata avente un ridotto rigonfiamento in acqua, che è un difetto di una fibra di cellulosa rigenerata, ed un superiore maneggio, insieme con una ostacolata generazione di sfibrillatura, eliminando i difetti descritti sopra.

Un altro obiettivo della presente invenzione è di fornire una fibra di cellulosa rigenerata e migliorata prodotti ottenuti da essa.

L'inventore, dopo intensi studi per risolvere i difetti descritti sopra, ha trovato che la sfibrillatura, il rigonfiamento in acqua, la percentuale di ritiro dopo ripetuti lavaggi ed una bassa rigidità, che erano grossi difetti di una fibra di cellulosa rigenerata potevano venire

migliorati senza riduzioni della resistenza e dell'assorbimento di umidità o deterioramento nel maneggio, aggiungendo un agente reticolante ad una soluzione viscosa di cellulosa quindi estrudendo la soluzione in un bagno di coagulazione e rigenerazione, oppure mediante trattamento con una soluzione di agente reticolante di nuovo dopo la filatura similmente a quanto descritto sopra, e così ha raggiunto la presente invenzione.

La presente invenzione è un metodo di fabbricazione di una fibra di cellulosa rigenerata migliorata, aggiungendo un agente reticolante avente due o più gruppi reattivi funzionali in una molecola ad una soluzione viscosa di cellulosa e miscelando, quindi estrudendo la soluzione viscosa in un bagno di coagulazione e rigenerazione, seguito da applicazione di un trattamento termico. La presente invenzione è pure un metodo per la fabbricazione di una fibra di cellulosa rigenerata migliorata, aggiungendo un agente reticolante avente due o più gruppi funzionali reattivi in una molecola ad una soluzione viscosa di cellulosa miscelando, quindi estrudendo la soluzione viscosa in un bagno di coagulazione e rigenerazione, seguito da contatto della fibra di cellulosa

rigenerata così ottenuta con una soluzione acquosa di un agente reticolante avente due o più gruppi funzionali reattivi in una molecola, quindi applicando un trattamento termico. La presente invenzione è inoltre un metodo per fabbricare una fibra di cellulosa rigenerata migliorata, in cui l'agente reticolante impiegato è un agente reticolante a base epossidica, ed ancora ulteriormente un metodo per fabbricare una fibra di cellulosa rigenerata migliorata, in cui la quantità di agente reticolante aggiunto ad una soluzione viscosa di cellulosa è 1-15% in peso rispetto alla cellulosa nella soluzione viscosa di cellulosa. La presente invenzione è inoltre un metodo per fabbricare una fibra di cellulosa rigenerata migliorata, in cui la concentrazione di una soluzione acquosa di un agente reticolante da porre a contatto con la fibra di cellulosa rigenerata dopo filatura è 1-10%.

Inoltre, la presente invenzione è un metodo per fabbricare una fibra di cellulosa rigenerata migliorata, in cui particelle fini di additivi miscelati in essa vengono aggiunte ad una soluzione viscosa di cellulosa e miscelate in aggiunta ad un agente reticolante, ed inoltre un metodo per

fabbricare una fibra di cellulosa rigenerata migliorata, in cui detto agente miscelato in essa descritto sopra è chitosano granulare fine.

Inoltre, la presente invenzione è una fibra di cellulosa rigenerata migliorata e prodotti ottenuti da essa.

Descrizione delle realizzazioni preferite dell'invenzione

Un agente reticolante aggiunto ad una soluzione viscosa di cellulosa nella presente invenzione è un composto avente due o più gruppi funzionali reattivi in una molecola, e preferibilmente i gruppi funzionali reattivi sono un gruppo di glicidil etere o un gruppo di cloroidrina. Esempi tipici includono quelli aventi due o più gruppi funzionali reattivi in una molecola comprendenti tipi di etilenglicole come etilenglicol diglicidil etere e polietilenglicol diglicidil etere e tipi di propilenglicole come propilenglicol diglicidil etere e polipropileglicol diglicidil etere e simili. Agenti reticolanti a base epossidica aventi tre o più gruppi funzionali reattivi come glicerol glicidil etere possono pure venire impiegati senza problemi. Cloroidrine prima della ciclizzazione a composti epossidici possono

pure venire impiegate come agente reticolante della presente invenzione senza qualsiasi problema, poiché questi composti vengono immediatamente ciclizzati a composti epossidici dovuto a un'azione dell'idrossido di sodio contenuto in una soluzione viscosa di cellulosa ad elevata concentrazione quando aggiunti ad una soluzione viscosa di cellulosa. E l'agente reticolante impiegato può venire scelto solo tra i composti descritti sopra oppure come miscela di due o più di essi.

In un metodo per fabbricare una fibra di cellulosa rigenerata migliorata della presente invenzione, una soluzione di deposito di filatura viene preparata aggiungendo un agente reticolante descritto sopra ad una soluzione viscosa di cellulosa preparata in anticipo in modo che la concentrazione divenga 1-15% in peso rispetto alla cellulosa nella soluzione viscosa di cellulosa, seguito da miscelazione omogenea. La concentrazione inferiore a 1% in peso non è preferibile dovuto agli scarsi effetti di eliminazione di rigonfiamento in acqua, mentre la concentrazione maggiore di 15% in peso non è preferibile dovuto all'abbassamento delle proprietà fisiche della fibra come la resistenza.

In relazione a un metodo per aggiungere un agente reticolante, un agente reticolante, quando esso è solubile in acqua, può venire aggiunto semplicemente ad una soluzione viscosa di cellulosa giusto prima della filatura, oppure la filatura può venire effettuata dopo un'agitazione per un prestabilito periodo dopo l'aggiunta. Tuttavia, nell'impiegare agenti reticolanti di tipo etilenglicole con una elevata solubilità in acqua, attenzione dovrebbe venire rivolta al fatto di evitare una perdita dell'agente nel bagno di coagulazione e rigenerazione. In questo caso, la perdita dell'agente reticolante nel bagno di coagulazione e rigenerazione può venire evitata, per esempio, agitando per qualche periodo dopo l'aggiunta dell'agente reticolante ad una soluzione viscosa. Agenti reticolanti del tipo propilenglicole con una minore solubilità in acqua possono convenientemente venire impiegati senza perdita nel bagno di coagulazione e rigenerazione, anche se essi vengono aggiunti giusto prima della filatura. Inoltre, agenti reticolanti con una bassa solubilità ad una solubilità sostanzialmente piccola nell'acqua possono venire aggiunti e miscelati in maniera usuale, oppure preferibilmente

aggiunti come soluzione dispersa ad una soluzione viscosa di cellulosa mediante dispersione con un agente disperdente come un tensioattivo in anticipo dal punto di vista di una reattività dell'agente reticolante. Inoltre, in relazione ad una temporizzazione di aggiunta nel caso di esempi reticolanti idrofobi, essi possono venire aggiunti ad una soluzione viscosa di cellulosa in anticipo o giusto prima della filatura.

Nella presente invenzione, allo scopo di presentare funzioni come attività antibatterica, proprietà deodorante e colorabilità, per esempio, particelle fini di additivi miscelati, come chitosano rigenerato granulare fine, particelle fini cave ed un agente anionizzante possono venir congiuntamente impiegati in aggiunta a diossido di titanio come agente attenuante usualmente impiegato quando viene aggiunto l'agente reticolante descritto sopra.

Fibra di cellulosa rigenerata viene fabbricata filando la soluzione di deposito di filatura descritta sopra. Condizioni di filatura in questo processo non sono specificamente ristrette, e possono venire impiegate le usuali condizioni per ottenere una fibra di cellulosa rigenerata.

Una fibra di cellulosa rigenerata ottenuta mediante filatura e lavatura viene quindi applicata con un trattamento termico per promuovere sufficientemente la reazione di un agente reticolante contenuto in una fibra di modo che reticolazioni vengono formate anche nella parte centrale di una fibra per ottenere una fibra di cellulosa rigenerata migliorata. Qualsiasi condizione di trattamento termico può essere applicabile purché la reazione dell'agente reticolante venga effettuata sufficientemente e, tipicamente, una condizione, per esempio, a 130°C per 15 minuti è sufficiente.

Il procedimento per fabbricare una fibra di cellulosa rigenerata migliorata della presente invenzione menzionata sopra può migliorare le caratteristiche come rigonfiamento in acqua e bassa rigidità, che sono difetti di una fibra di cellulosa rigenerata, senza diminuire proprietà superiori inerenti ad una fibra di cellulosa rigenerata, dovuto ad una formazione omogenea di reticolazione tra le molecole di cellulosa facendo reagire un agente reticolante contenuto in una fibra in una parte interna di una fibra.

Inoltre, nella presente invenzione, come descritto sopra, una fibra di cellulosa rigenerata ottenuta aggiungendo un agente reticolante ad una soluzione viscosa di cellulosa e miscelando, viene inoltre applicata con un trattamento di una soluzione di agente reticolante ed un trattamento termico dopo un processo di lavatura per ostacolare la generazione di sfibrillatura. Il secondo agente reticolante può essere un agente a base epossidica simile all'agente aggiunto ad una soluzione viscosa descritta sopra, e può essere lo stesso di oppure differente da quello aggiunto ad una soluzione di deposito. Quando un agente reticolante ha una bassa solubilità in acqua, esso può venire disperso impiegando un agente disperdente come un tensioattivo. Quando viene impiegata cloridrina, è necessario un pretrattamento per una ciclizzazione aggiungendo una mole equivalente di idrossido di sodio. In questo caso, la concentrazione del trattamento reticolante vien preferibilmente effettuata con 1-10% di soluzione acquosa dell'agente reticolante. La concentrazione dell'agente reticolante inferiore ad 1% non è preferibile dovuto allo scarso effetto sulla reticolazione per ostacolare la fibrillatura,

mentre la concentrazione superiore a 10% non è preferibile dovuto ad una eccessiva reticolazione che dà luogo ad una superficie di fibra indurita e piuttosto più facile sfibrillatura.

Una fibra di cellulosa rigenerata migliorata viene ottenuta applicando un trattamento termico mediante lavaggio ed essiccamento, e le condizioni del trattamento termico sono desiderabilmente a 130°C per 15 minuti, per effettuare il trattamento di reticolazione completamente.

Il procedimento per fabbricare una fibra di cellulosa rigenerata migliorata della presente invenzione può migliorare caratteristiche come la sfibrillatura, il rigonfiamento in acqua e la bassa rigidità, i quali sono difetti della fibra di cellulosa rigenerata, senza diminuire proprietà superiori inerenti alla fibra di cellulosa rigenerata, dovuto ad una formazione omogenea di reticolazione mediante reazione di un agente reticolante contenuto in una fibra in una parte interna di una fibra, seguito da promozione di un ulteriore reazione di reticolazione ad una superficie della fibra.

Secondo la presente invenzione, le fibre di cellulosa rigenerate e migliorate procurano

miglioramenti nel rigonfiamento in acqua, nella percentuale di ritiro dopo lavaggio e nella rigidità nel maneggio, che sono difetti di fibre di cellulosa rigenerate, senza diminuire un elevato assorbimento di umidità oppure una flessibilità entrambi inerenti a fibre di cellulosa rigenerate, insieme con l'eliminazione di difetti come una facile generazione di sfibrillatura. Mediante questi miglioramenti, la presente invenzione rende possibile che fibre di cellulosa rigenerate si estendano in vari campi che sono stati inidonei per una fibra di cellulosa rigenerata finora. La presente invenzione fornisce pure un aumento del valore aggiunto aggiungendo particelle fini di additivi miscelati aventi funzioni come un'attività antibatterica ed una deodorizzazione insieme con l'agente reticolante ad una soluzione di deposito di filatura.

Esempio

Di seguito, la presente invenzione verrà illustrata in dettaglio mediante esempi, tuttavia, si dovrebbe intendere che la presente invenzione non è ristretta entro l'ambito della descrizione. Il termine di parti sempre significa parti in peso ed il grado di rigonfiamento, la percentuale di

ritiro dopo lavaggio, la resistenza, l'allungamento, il grado di sfibrillatura ed il maneggio (flessibilità, rigidità) vengono misurati secondo i seguenti metodi.

Grado di rigonfiamento

Il grado di rigonfiamento è stato misurato in accordo con JIS L 1015, "Testing Methods for Man-made Staple Fiber", 7.25 (Grado di rigonfiamento in acqua).

Percentuale di ritiro dopo lavaggio

La percentuale di ritiro dopo 40 lavaggi ripetuti è stata misurata in accordo con JIS L 1042, "testing Method for Shrinkage Percentage of Woven Fabric".

Resistenza ed allungamento

Resistenza a rottura (cN/dtex) ed allungamento a rottura (%) sono stati misurati in accordo con JIS L 1015, "Testing Methods for Man-made Staple Fiber".

Grado di sfibrillatura

Il grado di sfibrillatura è stato valutato sulla base di un'osservazione su microscopio elettronico a scansione di un campione dopo 40 ripetuti lavaggi mediante i seguenti criteri.

O: nessuna generazione di fibrille osservata

△: una piccola generazione di fibrille osservata

x: molte generazioni di fibrille osservate

Maneggio (flessibilità, rigidità)

Il maneggio di un tessuto a maglia preparato impiegando un filato di fibra di cellulosa rigenerato migliorato della presente invenzione è stato valutato mediante una prova a sensazione da dieci osservatori. Ciascun osservatore classificava un punto per un buon maneggio e 0 punti per un maneggio scarso, ed il maneggio veniva valutato dai punti totali sulla base dei seguenti criteri.

8-10 punti: O (superiore)

4-7 punti: △ (buono)

0-3 punti: x (scarso)

Esempio 1

Una soluzione di viscosa polinosica (cellulosa 5,0%, alcali totale 3,5% e zolfo totale 3,0%) è stata preparata mediante un metodo usuale e polipropilenglicol diglicidil etere (nome commerciale: Denacol EX-931, un prodotto di Nagase Chemicals Ltd.) è stato aggiunto alla soluzione di modo che la concentrazione diveniva 0,5, 1, 3, 5, 10, 15 e 20% in peso rispetto alla cellulosa in detta soluzione viscosa rispettivamente. Sette tipi di soluzioni di deposito di filatura sono state

così preparate agitando le soluzioni omogeneamente. Le soluzioni di deposito di filatura sono state quindi filate attraverso un ugello di 0,07 mm x 500 H alla velocità di filatura di 30 m/minuto in un bagno di filatura contenente acido solforico 22 g/L, solfato di sodio 65 g/L e solfato di zinco 0,5 g/L a 35°C. Le fibre ottenute sono state quindi stirate di due volte in un bagno contenente acido solforico 2 g/L e solfato di zinco 0,05 g/L a 25°C seguito da taglio ad una lunghezza di fibra di 38 mm, e trattate in un bagno contenente carbonato di sodio 1g/L e solfato di sodio 2g/L a 60°C e di nuovo in un bagno di acido solforico 5g/L a 65°C. Dopo usuale lavatura, candeggio e lavaggio con acqua, le fibre sono state applicate con un trattamento termico a 130° per 15 minuti, quindi lavate con acqua di nuovo ed essiccate. Sette tipi di fibre di cellulosa rigenerate migliorate di polynosic, ciascuna essendo 1,39 dtex e circa 5 kg, sono state preparate senza rotture della fibra e denominate campione N. 1 - N. 7. In aggiunta, un campione di confronto N. 1 di fibra di cellulosa rigenerata convenzionale di polynosic che è stato preparato similmente come descritto sopra eccetto che senza l'aggiunta dell'agente reticolante.

Quindi, filati (filato di cotone n. 40) sono stati preparati impiegando ciascuno dei campioni N. 1 - N. 7 da cui sono stati ottenuti tessuti a maglia a punto semplice rispettivamente e denominati campioni N. 8 - N. 14. Pure un tessuto a maglia è stato preparato similmente impiegando il campione di confronto N. 1 e denominato campione di confronto N. 2.

La tabella 1 mostra dati di resistenza, allungamento e grado di rigonfiamento misurati impiegando i campioni N. 1 - N. 7 ed il campione di confronto N. 1. La Tabella 2 mostra dati di percentuale di ritiro dopo lavaggio e maneggio misurati impiegando i campioni N. 8 - N. 14 ed il campione di confronto N. 2.

TABELLA 1

	N. 1	N. 2	N. 3	N. 4	N. 5	N. 6	N. 7	Confronto N. 1
Quantità di aggiunta (%)	0,5	1	3	5	10	15	20	0
Resistenza (cN/dtex)	3,89	3,76	3,58	3,51	3,50	3,73	3,22	3,81
Allungamento (%)	9,7	9,6	9,6	9,4	9,2	9,3	8,5	9,7
Grado di rigonfiamento (%)	68,0	66,5	65,3	64,2	60,0	59,2	58,0	68,1

TABELLA 2

	N. 8	N. 9	N. 10	N. 11	N. 12	N. 13	N. 14	Confronto N. 2
Quantità di aggiunta (%)	0,5	1	3	5	10	15	20	0
Percentuale di ri- tiro dopo lavaggio (%)	10,3	5,5	4,3	1,0	0,5	0,5	0,4	11,3
Maneggio (flessibilità)	O	O	O	O	O	O	Δ	O
Maneggio (rigidità)	X	Δ	O	O	O	O	Δ	X

Come mostrato chiaramente nelle Tabelle 1 e 2, il campione di confronto N. 1 con una più bassa quantità di aggiunta di un agente reticolante dà un grado equivalente di rigonfiamento al campione di confronto N. 1 di una fibra di polynosic convenzionale ed il campione N. 8, il tessuto a maglia fatto impiegando questo filato, non mostra un miglioramento nella percentuale di ritiro dopo lavaggio e nel maneggio a confronto con un tessuto a maglia del campione di confronto N. 2. Al contrario, il campione N. 7 con una quantità di aggiunta di agente reticolante di 20% dà una resistenza notevolmente più bassa ed una scarsa attitudine a filatura, dimostrandosi non pratico.

I campioni N. 2 - N. 6 della presente invenzione con quantità di aggiunta di agente reticolante di 1-15% mostrano miglioramenti nel grado di rigonfiamento all'incirca proporzionali alla quantità di agente reticolante aggiunto. Ed i campioni N. 9 - N. 13, di tessuti a maglia impiegando questi filati, danno percentuali di ritiro drasticamente migliorate dopo lavaggio e maneggi rigidi senza perdere la caratteristica di flessibilità per una fibra di cellulosa rigenerata.

Esempio 2

Etilenglicol diglicidil etere (nome commerciale: Denakol EX-810, un prodotto di Nagase Chemicals Ltd.), propilenglicol diglicidil etere (nome commerciale: denakol EX-911, un prodotto di Nagase Chemicals Ltd.), polipropilen-glicol diglicidil etere (nome commerciale: Denakol EX-931, un prodotto di Nagase Chemicals Ltd.), glicerol poliglicidil etere (nome commerciale: Denakol EX-314, un prodotto di Nagase Chemicals Ltd.) ed esameten
bis-(3-cloro-2-idrossipropildimetilammonio cloruro) (nome commerciale: Cationon-UK, un prodotto di Ipposha Oil Industry Co., Ltd.) sono stati aggiunti separatamente alle soluzioni viscoso polinosiche

preparate similmente come in Esempio 1, di modo che la concentrazione era 5% in peso rispetto alla cellulosa nella soluzione. Cinque tipi di soluzioni di deposito di filatura sono state così preparate agitando per 1 ora. Fibre ottenute mediante filatura di queste soluzioni di deposito sotto condizioni simili come nell'Esempio 1 sono state sottoposte a lavatura, candeggiate e lavate con acqua come usuale, seguito da un trattamento termico a 130°C per 15 minuti, lavando con acqua di nuovo ed essiccando. Cinque tipi di fibra di cellulosa rigenerata migliorata di polynosic, ciascuna essendo 1,39 dtex e circa 5 kg, sono state preparate senza rottura di fibre e denominate campioni N. 15 - N. 19.

Successivamente, tessuti a maglia dei campioni N. 20 - N. 24 sono stati preparati similmente come in Esempio 1 impiegando ciascuno dei campioni N. 15 - N. 19.

La Tabella 3 mostra dati di resistenza, allungamento e grado di rigonfiamento misurati impiegando i campioni N. 15 - N. 19. La Tabella 4 mostra dati di percentuale di ritiro dopo lavaggio e maneggio misurati impiegando i campioni N. 20 - N. 24.

TABELLA 3

	N. 15	N. 16	N. 17	N. 18	N. 19
Quantità di aggiunta (%)	5	5	5	5	5
Resistenza (cN/dtex)	3,89	3,76	3,51	3,58	3,50
Allungamento (%)	9,7	9,6	9,4	9,4	9,2
Grado di rigonfiamento (%)	63,8	64,0	64,2	63,5	64,5

TABELLA 4

	N. 20	N. 21	N. 22	N. 23	N. 23
Quantità di aggiunta (%)	5	5	5	5	5
Percentuale di ritiro dopo lavaggio (%)	2,0	3,2	1,0	1,2	1,9
Maneggio (flessibilità)	0	0	0	0	0
Maneggio (rigidità)	0	0	0	0	Δ

Come mostrato chiaramente nelle Tabelle 3 e 4, anche con gli agenti reticolanti differenti da quello in Esempio 1, il metodo della presente invenzione migliora il grado di rigonfiamento senza perdere resistenza ed allungamento, pure impartisce una percentuale di ritiro notevolmente migliorata dopo lavaggio ed un maneggio rigido senza perdere

una flessibilità intrinseca nei campioni di tessuto a maglia fatti da questi filati.

Esempio 3

Una soluzione viscosa di rayon (cellulosa 9,0%, alcali totale 6,0% e zolfo totale 2,5%) è stata preparata mediante un metodo usuale e polipropilenglicol diglicidil etero (nome commerciale: Denakol EX-931, un prodotto di Nagase Chemicals Ltd.) è stato aggiunto alla soluzione di modo che la concentrazione diveniva 0,5, 1, 3, 5, 10, 15 e 20% in peso. Le soluzioni sono state miscelate omogeneamente per dare sette tipi di soluzioni di deposito di filatura. Le soluzioni di deposito di filatura così ottenute sono state quindi filate attraverso un ugello di 0,09 mm x 100 H alla velocità di filatura di 55 m/min in un bagno di filatura contenente acido solforico 110 g/L, solfato di sodio 30 g/L e solfato di zinco 15g/L a 50°C. Le fibre ottenute sono state quindi stirate mediante un metodo di filatura a trazione in due bagni, seguito da taglio ad una lunghezza di fibra di 38 mm, ed una usuale lavatura, candeggio e lavaggio con acqua, quindi mediante un trattamento termico a 130°C per 15 minuti, lavaggio con acqua di nuovo ed essiccamento. Sette fibre di cellulosa

rigenerate migliorate di rayon, ciascuna essendo circa 3,33 dtex e circa 5 kg, così preparate senza rottura della fibra sono state denominate campioni N. 25 - 31. Pure un esempio di confronto N. 3 di una fibra di cellulosa rigenerata convenzionale di rayon è stata preparato similmente, eccetto che senza aggiunta di agente reticolante.

Filati (filato di cotone numero 40) sono stati quindi preparati impiegando ciascuno del campione N. 25 - N. 31 da cui tessuti a maglia a punto semplice denominati campioni N. 32 - N. 38 sono stati ottenuti rispettivamente. Pure un tessuto a maglia è stato preparato similmente impiegando il campione di confronto N. 3 denominato campione di confronto N. 4.

La tabella 5 mostra dati di resistenza, allungamento e grado di rigonfiamento misurati impiegando i campioni N. 25 - N. 31 ed il campione di confronto N. 3. La tabella 6 mostra di percentuale di ritiro dopo lavaggio e di maneggio misurati impiegando i campioni N. 32- N. 38 ed il campione di confronto N. 4.

TABELLA 5

	N. 25	N. 26	N. 27	N. 28	N. 29	N. 30	N. 31	Confronto N. 3
Quantità di aggiunta (%)	0,5	1	3	5	10	15	20	0
Resistenza (cN/dtex)	2,45	2,46	2,55	2,50	2,46	2,53	2,20	2,42
Allungamento (%)	17,8	17,5	16,5	16,0	16,2	16,3	16,3	18,0
Grado di rigonfiamento (%)	88,2	85,3	82,3	80,3	80,2	79,6	78,0	90,4

TABELLA 6

	N. 32	N. 33	N. 34	N. 35	N. 36	N. 37	N. 38	Confronto N. 4
Quantità di aggiunta (%)	0,5	1	3	5	10	15	20	0
Percentuale di ri- tiro dopo lavaggio (%)	14,3	10,5	5,3	4,2	4,0	4,0	3,5	15,0
Maneggio (flessibilità)	O	O	O	O	O	O	Δ	O
Maneggio (rigidità)	X	Δ	O	O	O	O	O	X

Come mostrato chiaramente in tabelle 5 e 6, il campione N. 25 con una più bassa quantità di aggiunta di agente reticolante dava un grado di rigonfiamento equivalente al campione di confronto N. 3 di una fibra di rayon convenzionale, ed il campione N. 32, un tessuto a maglia fabbricato

impiegando questo filato, non mostrava un miglioramento nella percentuale di ritiro dopo lavaggio e nel maneggio a confronto con il campione di confronto N. 4. Al contrario, il campione N. 31 con una quantità di aggiunta di agente reticolante di 20% dava una resistenza notevolmente inferiore ed una scarsa attitudine alla filatura, mostrandosi non pratico.

I campioni N. 26 - N. 30 della presente invenzione con le quantità di aggiunta di agente reticolante di 1-15% mostravano un grado di rigonfiamento migliorato all'incirca proporzionale alla quantità di agente reticolante aggiunto ed una tendenza di resistenza crescente di qualche grado dovuta alla formazione di reticolazioni. Similmente, i campioni N. 33 - N. 37, tessuti a maglia impiegando questi filati, davano pure miglioramenti notevoli di percentuale di ritiro dopo lavaggio e maneggi rigidi senza perdere una flessibilità caratteristica per la fibra di cellulosa rigenerata.

Esempio 4

Chitosano con un grado di deacetilazione di 82% ed un peso molecolare medio di 42000 è stato sciolto in una soluzione acquosa di acido acetico,

quindi coagulato e rigenerato a granuli in una soluzione alcalina. Dopo lavaggio con acqua sufficientemente, i granuli sono stati polverizzati ed essiccati a spruzzamento in un'atmosfera a 180°C per dare chitosano rigenerato granulare fine con un diametro di particella non maggiore di 10 µm. Il chitosano rigenerato granulare così preparato è stato aggiunto ad una soluzione viscosa di polynosic preparata similmente come in Esempio 1, di modo che la concentrazione di chitosano rispetto alla cellulosa nella soluzione viscosa diveniva 1% in peso. Successivamente, polipropilenglicol diglicidil etere (nome commerciale: Denakol EX-931, un prodotto di Nagase Chemicals Ltd.) è stato aggiunto di modo che la concentrazione diveniva 5% in peso rispetto alla cellulosa nella soluzione viscosa. Una soluzione di deposito di filatura è stata preparata agitando la soluzione per 1 ora. La fibra ottenuta mediante filatura. La soluzione di deposito sotto condizioni simili come in Esempio 1, è stata sottoposta a lavatura, candeggiata e lavata con acqua come usuale, seguito da un trattamento termico a 130°C per 15 minuti, lavaggio con acqua di nuovo ed essiccamento. Una fibra di cellulosa rigenerata migliorata di polynosic di 5 kg e circa

1,30 dtex è stata così preparata senza rottura della fibra e denominata campione N. 39. Un tessuto a maglia del campione N. 40 è stato quindi preparato similmente come in Esempio 1 impiegando la fibra.

La Tabella 8 mostra dati di resistenza, allungamento e grado di rigonfiamento misurato impiegando il campione N. 39. La Tabella 8 mostra dati di percentuale di ritiro dopo lavaggio e maneggio misurati impiegando il campione N. 40.

TABELLA 7

	N. 39	Confronto N. 1
Quantità di aggiunta (%)	5	0
Resistenza (cN/dtex)	3,50	3,81
Allungamento (%)	9,8	9,7
Grado di rigonfiamento (%)	65,2	68,1

TABELLA 8

	N. 40	Confronto N. 2
Quantità di aggiunta (%)	5	0
Percentuale di ri- tiro dopo lavaggio (%)	1,3	11,3
Maneggio (flessibilità)	0	0
Maneggio (rigidità)	0	X

Come mostrato chiaramente in Tabelle 7 ed 8, un'aggiunta del chitosano granulare fine, un tipo differente di additivo, ad una soluzione viscosa di cellulosa nel preparare una fibra di cellulosa rigenerata migliorata in accordo con la presente invenzione migliora pure il grado di rigonfiamento senza diminuire la resistenza e l'allungamento. Il tessuto a maglia del campione N. 40 fabbricato impiegando questo filato procura un miglioramento drastico nella percentuale di ritiro dopo lavaggio ed un maneggio rigido senza perdere una flessibilità intrinseca. Una sufficiente attività antibatterica è stata osservata con il tessuto a maglia del campione N. 40 in una valutazione su una

attività antibatterica in accordo con JIS L 1902 81998).

Esempio 5

Fibre ottenute mediante filatura sotto le stesse condizioni come in Esempio 1 sono state sottoposte a lavatura candeggiate e lavate mediante un metodo usuale, e sono state trattate con una soluzione acquosa di 5% in peso di etilen glicol diglicidil etere (nome commerciale: Denakol EX-810, un prodotto di Nagase Chemicals Ltd). Le fibre sono state applicate con un trattamento termico a 130°C per 15 minuti, quindi lavate con acqua ed essiccate. Fibre di cellulosa rigenerate migliorate di polynosic, ciascuna con circa 1,39 dtex e circa 5 kg., sono state così preparate senza rottura di fibra e denominate campioni N. 41 - N. 47. Una fibra di cellulosa rigenerata di polynosic è stata pure preparata senza aggiunta dell'agente reticolante ma similmente applicata con un trattamento reticolante dopo filatura e denominata esempio di confronto N. 5. In aggiunta, una fibra di cellulosa rigenerata convenzionale di polynosic ottenuta similmente come descritto sopra senza l'aggiunta degli agenti reticolanti è stata denominata esempio di confronto N. 6.

Filati (filato di cotone numero 40) sono stati quindi preparati impiegando ciascuno dei campioni N. 41 - N. 47, da cui sono stati ottenuti tessuti a maglia a punto semplice e denominati campioni N. 48 - N. 54. In aggiunta, tessuti a maglia a punto semplice sono stati pure preparati impiegando i campioni di confronto N. 5 e N. 6 e denominati campioni di confronto N. 7 e N. 8 rispettivamente.

La Tabella 9 mostra dati di resistenza, allungamento e grado di rigonfiamento misurati impiegando i campioni N. 41 - N. 47 ed i campioni di confronto N. 5 e N. 6. La tabella 10 mostra dati di percentuale di ritiro dopo lavaggio, maneggio e grado di sfibrillatura misurati impiegando i campioni N. 48 - N. 54 ed i campioni di confronto N. 7 e N. 8.

TABELLA 9

	N. 41	N. 42	N. 43	N. 44	N. 45	N. 46	N. 47	Confronto N. 5	Confronto N. 6
Resistenza (cN/dtex)	3,91	3,80	3,60	3,55	3,43	3,70	3,250	3,85	3,92
Allungamento (%)	9,8	9,5	9,5	9,3	9,0	9,2	9,0	9,7	9,8
Grado di rigonfiamento (%)	67,8	66,3	65,0	63,8	60,2	58,9	57,8	68,1	70,0

TABELLA 10

	N. 48	N. 49	N. 50	N. 51	N. 52	N. 53	N. 54	Confronto N. 7	Confronto N. 8
Percentuale diritiro dopo lavaggio (%)	10,1	5,3	4,2	1,0	0,6	0,5	0,5	8,5	10,3
Maneggio (flessibi- lità)	O	O	O	O	O	O	O	Δ	O
Maneggio (rigidità)	X	O	O	O	O	O	O	X	X
Grado di sfibrillatura	Δ	O	O	O	O	O	O	O	X

Come mostrato chiaramente in tabelle 9 e 10, il campione N. 41 con una più bassa quantità di aggiunta di agente reticolante ad una soluzione viscosa di cellulosa dava un grado equivalente di rigonfiamento al campione di confronto N. 6 del polynosic convenzionale, ed il campione N. 48, un tessuto a maglia a punto semplice fabbricato impiegando questo filato, non dava un maneggio rigido né una ostacolata sfibrillatura. Al contrario, il campione N. 47 con la quantità di aggiunta di un agente reticolante di 20% dava una resistenza notevolmente più bassa ed una scarsa attitudine alla filatura, dimostrandosi non pratico. Il campione di confronto N. 5 senza l'aggiunta dell'agente reticolante nella filatura e

reticolato solamente dopo filatura mostra un effetto poco ostacolato del grado di rigonfiamento, ed il campione di confronto N. 7, il tessuto a maglia a punto semplice impiegando questo filato, perde una flessibilità ed un maneggio rigido, benché mostrasse pure una fibrillatura ostacolata.

D'altro canto, i campioni N. 42 - N. 46 con le quantità di aggiunta di un agente reticolante di 1-15% mostravano eliminazioni del grado di rigonfiamento pressoché proporzionali alla quantità di agente reticolante aggiunto ed un abbassamento della resistenza entro un livello praticamente accettabile. I campioni N. 49 - 53, tessuti a maglia a punto semplice impiegando questi filati, davano notevoli miglioramenti della percentuale di ritiro, e presentano maneggi rigidi ed una fibrillatura sufficientemente ostacolata.

Esempio 6

Una soluzione viscosa di rayon (cellulosa 9,0%, alcali totale 6,0% e zolfo totale 2,5%) è stata preparata mediante un metodo usuale, e polipropilenglicol diglicidil etere (nome commerciale: Denakol EX-931, un prodotto di Nagase Chemicals Ltd.) è stato aggiunto separatamente alla soluzione viscosa di rayon di modo che le

concentrazioni divenivano 0,5, 1, 3, 5, 10, 15 e 20% in peso rispetto alla cellulosa nella soluzione rispettivamente ed agitate omogeneamente per dare sette tipi di soluzioni di deposito di filatura. Le soluzioni di deposito di filatura così ottenute sono state quindi filate attraverso un ugello di 0,09 mm x 100 H alla velocità di filatura di 55 m/min. in un bagno di filatura contenente acido solforico 110/L, solfato di sodio 30 g/L e solfato di zinco 15g/L a 50°C. Le fibre ottenute sono state quindi stirate mediante un metodo usuale di filatura a trazione a due bagni seguito da taglio a lunghezza di fibra di 38 mm, quindi usuale lavatura, candeggio e lavaggio con acqua, e quindi trattamento con una soluzione acquosa di 5% in peso di etilenglicol diglicidil etere (nome commerciale: Denakol Ex-810, un prodotto di Nagase Chemicals Ltd.). Successivamente le fibre sono state applicate con un trattamento termico a 130°C per 15 minuti, quindi lavate con acqua ed essiccate. Sette fibre di cellulosa rigenerate migliorate di rayon, ciascuna con circa 3,33 dtex e circa 5 kg, così preparate sono state denominate campioni N. 55 - N. 61. In aggiunta, una fibra di cellulosa rigenerata di rayon è stata preparata filando similmente come

descritto sopra senza l'aggiunta dell'agente reticolante ma mediante reticolazione dopo filatura similmente come descritto sopra, e denominato campione di confronto N. 9. Inoltre, una fibra di cellulosa rigenerata convenzionale di rayon è stata pure preparata semilmente come descritto sopra senza impiego di un agente reticolante ed è stata denominata campione di confronto N. 10.

Filati (filato di cotone numero 40) sono stati quindi preparati impiegando ciascuno dei campioni N. 55 - N. 61 da cui sono stati preparati tessuti a maglia a punto semplice e denominati campioni N. 62 - N. 68. In aggiunta, tessuti a maglia sono stati pure preparati impiegando gli esempi di confronto N. 9 e N. 10 e denominati campioni di confronto N. 11 e N. 12.

La Tabella 11 mostra dati di resistenza, allungamento e grado di rigonfiamento misurati impiegando i campioni N. 55 - N. 61 ed il campione di confronto N. 10. La Tabella 12 mostra dati di percentuale di ritiro dopo lavaggio, maneggio e gradi di sfibrillatura misurati impiegando i campioni N. 62 - N. 68 e i campioni di confronto N. 11 - N. 12

TABELLA 11

	N. 55	N. 56	N. 57	N. 58	N. 59	N. 60	N. 61	Confronto N.9	Confronto N. 10
Resistenza (cN/dtex)	2,46	2,48	2,56	2,60	2,54	2,50	2,10	2,38	2,42
Allungamento (%)	17,6	17,4	16,3	15,8	16,0	16,1	16,1	17,6	18,0
Grado di rigonfiamento (%)	88,1	84,8	81,3	80,0	79,8	76,0	74,3	89,8	90,5

TABELLA 12

	N. 62	N. 63	N. 64	N. 65	N. 66	N. 67	N. 58	Confronto N. 11	Confronto N. 12
Percentuale di ritiro dopo lavaggio (%)	14,1	9,9	5,0	3,2	3,3	3,0	2,5	12,3	15,0
Maneggio (flessibi- lità)	O	O	O	O	O	O	O	Δ	O
Maneggio (rigidità)	X	Δ	O	O	O	O	O	X	X
Grado di sfibrillatura	O	O	O	O	O	O	O	O	X

Come mostrato chiaramente in Tabelle 11 e 12, anche fibre di cellulosa rigenerate di rayon differenti dalle fibre di cellulosa rigenerate di polynosic nell'Esempio 5 presentano effetti superiori simili.

Più concretamente, il campione N. 55 con una più bassa quantità di aggiunta di un agente

reticolante alla soluzione viscosa dà un equivalente grado di rigonfiamento al campione di confronto N. 10 del rayon convenzionale, ed il campione N. 62 del tessuto a maglia a punto semplice fabbricato impiegando questo filato non mostra un maneggio rigido. Al contrario, il campione N. 61 con la quantità di aggiunta di un agente reticolante di 20%, dà una resistenza notevolmente inferiore ed una scarsa attitudine a filatura, dimostrandosi non pratico. Il campione di confronto N. 9, senza l'aggiunta di un agente reticolante nel processo di filatura ma reticolato solamente dopo filatura, mostra un piccolo effetto sulla eliminazione del grado di rigonfiamento ed il campione di confronto N. 11, il tessuto maglia punto semplice impiegando questo filato, perde flessibilità e maneggio rigido, benché venga ostacolata la sfibrillatura.

I campioni N. 56 - N. 60 con una quantità di agente reticolante di 1-15% aggiunto alla soluzione viscosa mostrano una eliminazione del grado di rigonfiamento pressoché proporzionale alla quantità dell'agente reticolante aggiunto ed un abbassamento di resistenza è entro un livello praticamente accettabile. I campioni N. 63 - N. 67, i tessuti a

maglia punto semplice impiegando questi filati, danno notevoli miglioramenti di percentuale di ritiro dopo lavaggio e maneggi rigidi insieme con una generazione di sfibrillatura sufficientemente ostacolata.

Esempio 7

Una soluzione viscosa di polynosic (cellulosa 5,0%, alcali totali 3,5% e zolfo totale 3,0%) è stata preparata mediante un metodo usuale e polipropilenglicol diglicidil etere (nome commerciale: Denakol EX-931, un prodotto di Nagase Chemicals Ltd.) è stato aggiunto alla soluzione in modo che la concentrazione diveniva 5% in peso rispetto alla cellulosa nella soluzione viscosa, seguito da miscelazione della soluzione omogeneamente. Una filatura è stata effettuata sotto condizioni simili come in Esempio 6 e lavata con acqua. E continuamente, le fibre ottenute sono state separatamente trattate con soluzioni acquose di 0,5, 1, 3, 5, 10 e 15% in peso di etilenglicol diglicidil etere (nome commerciale: Denakol EX-810, un prodotto di Nagase Chemicals Ltd). Successivamente le fibre sono state applicate con un trattamento termico a 130°C per 15 minuti, quindi lavate con acqua ed essiccate di nuovo per

dare sei tipi di fibre di cellulosa rigenerate migliorate, ciascuna con 1,39 di dtex e circa 5 kg., e denominati campioni N. 69 - N. 74. In aggiunta, un campione di confronto N. 13 di fibra di cellulosa rigenerata è stato preparato similmente senza un trattamento di reticolazione dopo filatura.

Filati (filato di cotone numero 40) sono stati quindi preparati impiegando ciascuno dei campioni N. 69 - N. 74 da cui sono stati preparati tessuti a maglia a punto semplice e denominati campioni N. 75 - N. 80. Inoltre, un tessuto a maglia punto semplice è stato pure preparato impiegando il campione di confronto N. 13 e denominato campione di confronto N. 14.

La Tabella 13 mostra dati di resistenza, allungamento e grado di rigonfiamento misurati impiegando i campioni N. 69 - N. 74 ed il campione di confronto N. 13. La Tabella 14 mostra dati di percentuale di ritiro dopo lavaggio, maneggio e grado di sfibrillatura misurati impiegando i campioni N. 75 - N. 80 ed il campione di confronto N. 14.

TABELLA 13

	N. 69	N. 70	N. 71	N. 72	N. 73	N. 74	Confronto N. 13
Resistenza (cN/dtex)	3,55	3,60	3,65	3,55	3,43	3,40	3,58
Allungamento (%)	9,7	9,5	9,4	9,3	9,0	9,2	9,5
Grado di rigonfiamento (%)	64,0	63,9	63,8	63,8	63,5	63,0	63,9

TABELLA 14

	N. 75	N. 76	N. 77	N. 78	N. 79	N. 80	Confronto N. 14
Percentuale di ri- tiro dopo lavaggio (%)	2,0	2,0	1,5	1,0	1,0	0,8	1,2
Maneggio (flessibilità)	O	O	O	O	O	Δ	O
Maneggio (rigidità)	O	O	O	O	O	O	O
Grado di sfibrillatura	X	O	O	O	O	X	X

Come mostrato chiaramente nelle Tabelle 13 e 14, tutti i campioni sono superiori in entrambi la soppressione di rigonfiamento e la resistenza dovuto alla filatura con un'aggiunta di un agente reticolante in una soluzione viscosa. Tuttavia, l'esempio di confronto N. 14 ed il campione N. 75, che sono tessuti a maglia a punto semplice

fabbricati impiegando il campione di confronto N. 13 preparato senza il trattamento reticolante dopo la filatura ed il campione N. 69 preparato con una concentrazione inferiore di agente reticolante dopo filatura, rispettivamente, mostrano sfibrillature notevoli. In aggiunta, un tessuto a maglia a punto semplice del campione N. 80 preparato impiegando il campione N. 74 con un'elevata concentrazione di agente reticolante nel trattamento di reticolazione dopo filatura pure causa sfibrillatura mediante indurimento della fibra stessa dovuta ad un'eccessiva reticolazione nella superficie di fibra.

D'altro canto, tessuti a maglia a punto semplice dei campioni N. 76 - N. 79 preparati impiegando i campioni N. 70 - N. 73 della presente invenzione ostacolano la fibrillatura e danno maneggi rigidi.

Esempio 8

Una soluzione viscosa di polynosic (cellulosa 5,0%, alcali totali 3,5% e zolfo totale 3,0%) è stata preparata mediante un metodo usuale ed etilenglicol diglicidil etere (nome commerciale: Denakol EX-810, un prodotto di Nagase Chemicals Ltd.), propilenglicol diglicidil etere (nome

commerciale: Denakol EX-911, un prodotto di Nagase Chemicals Ltd.), polipropilenglicol diglicidil etere (nome commerciale: Denakol EX-931, un prodotto di Nagase Chemicals Ltd.), glicerol poliglicidil etere (nome commerciale: Denakol EX-314, un prodotto di Nagase Chemicals Ltd.) e esametilen bis-(3-cloro-2-idrossipropildimetilammonio cloruro) (nome commerciale: Cationon-UK, un prodotto di Ipposha Oil Industry Co., Ltd) sono stati aggiunti separatamente alla soluzione di modo che ciascuna concentrazione diveniva 5% in peso rispetto alla cellulosa nella soluzione viscosa, ed agitata alla soluzione per 1 ora. Una filatura è stata effettuata sotto condizioni di filatura simili all'Esempio 5 per dare cinque tipi di fibra di cellulosa rigenerata. Dopo usuale candeggio e lavaggio con acqua, ciascuna fibra è stata trattata con una soluzione acquosa di 5% in peso di etilenglicol diglicidil etere (nome commerciale: Denakol EX-810, un prodotto di Nagase Chemicals Ltd.). Successivamente, le fibre sono state applicate con un trattamento termico a 130°C per 15 minuti, lavate con acqua e quindi essiccate di nuovo, e cinque tipi di fibre di cellulosa

rigenerate migliorate di polynosic sono state ottenute e denominate campioni N. 81 - N. 85. Filati (filato di cotone numero 40) sono stati quindi preparati impiegando questi filati da cui sono stati preparati tessuti a maglia a punto semplice e denominati campioni N. 86 - N. 90.

La Tabella 15 mostra dati di resistenza, allungamento e grado di rigonfiamento misurati impiegando i campioni N. 81 - N. 85. La Tabella 16 mostra dati di percentuale di ritiro dopo lavaggio, maneggio e grado di sfibrillatura misurato impiegando i campioni N. 86 - N. 90.

TABELLA 15

	N. 81	N. 82	N. 83	N. 84	N. 85
Resistenza (cN/dtex)	3,89	3,77	3,55	3,58	3,52
Allungamento (%)	9,7	9,6	9,3	9,4	9,2
Grado di rigonfiamento (%)	63,5	63,8	63,8	64,5	64,2

TABELLA 16

	N. 86	N. 87	N. 88	N. 89	N. 90
Percentuale di ritiro dopo lavaggio (%)	2,0	3,0	1,0	1,2	3,0
Maneggio (flessibilità)	0	0	0	0	0
Maneggio (rigidità)	0	0	0	0	0
Grado di sfibrillatura	0	0	0	0	0

Come mostrato chiaramente nelle Tabelle 15 e 16, anche se altri tipi di agenti reticolanti vengono aggiunti ad una soluzione viscosa di cellulosa, purché essi siano agenti reticolanti a base epossidica, essi pure forniscono una eliminazione superiore del grado di rigonfiamento senza diminuire le proprietà fisiche della fibra come resistenza, insieme con un drastico miglioramento della percentuale di ritiro dopo lavaggio ed una ostacolata sfibrillatura in aggiunta ad un maneggio rigido nel tessuto a maglia. I campioni N. 85 e N. 90 impiegando cloridrina come agente reticolante procurano effetti molto simili poiché cloridrina ciclizza mediante alcali nella soluzione viscosa e reagisce come un composto epossidico.

Esempio 9

Chitosano con un grado di deacetilazione di 82% e un peso molecolare medio di 42.000 è stato sciolto in una soluzione acquosa di acido acetico, seguito da coagulazione e rigenerazione a granuli in una soluzione alcalina. Dopo sufficiente lavaggio, i granuli sono stati polverizzati ed essiccati a spruzzamento in un'atmosfera a 180°C per dare chitosano rigenerato granulare fine con un diametro di particella non maggiore di 10 µm. Il chitosano rigenerato granulare fine così preparato è stato aggiunto ad una soluzione viscosa di polynosic preparata similmente come nell'Esempio 5 di modo che la concentrazione di chitosano rispetto a cellulosa nella soluzione viscosa diveniva 1% in peso, e polipropilenglicol diglicidil etere (nome commerciale: Denacol EX-931, un prodotto di Nagase Chemicals Ltd.) è stato pure aggiunto alla soluzione di modo che la concentrazione diveniva 5% in peso rispetto alla cellulosa nella soluzione viscosa, seguito da agitazione per 1 ora per dare una soluzione di deposito di filatura. Fibre ottenute filando sotto condizioni simili come in Esempio 1 sono state sottoposte a lavatura, candeggiate e lavate con usuale, seguito da

trattamento con una soluzione acquosa di 5% in peso di etilenglicol diglicidil etere (nome commerciale: Denakol EX-810, un prodotto di Nagase Chemicals Ltd.). Successivamente, la fibra è stata applicata con un trattamento termico a 130°C per 15 minuti, lavata con acqua di nuovo ed essiccata. Una fibra di cellulosa rigenerata migliorata di polynosic di circa 1,39 dtex e 5 kg è stata così preparata senza rottura delle fibre e denominata campione N. 91. Un tessuto a maglia a punto semplice del campione N. 92 è stato preparato similmente come in esempio 5 impiegando questo filato.

La Tabella 17 mostra dati di resistenza, allungamento e grado di rigonfiamento misurati impiegando il campione N. 91. La Tabella di sotto mostra dati di percentuale di ritiro dopo lavaggio, maneggio e grado di sfibrillatura misurati impiegando il campione N. 92.

TABELLA 17

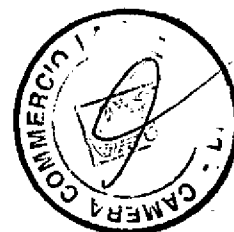
	N. 91
Resistenza (cN/dtex)	3,48
Allungamento (%)	10,2
Grado di rigonfiamento (%)	66,0

TABELLA 18

	N. 92
Percentuale di ritiro dopo lavaggio (%)	1,5
Maneggio (flessibilità)	0
Maneggio (rigidità)	0
Grado di sfibrillatura	0

Come mostrato chiaramente nelle Tabelle 17 e 18, anche se chitosano rigenerato granulare fine di un altro additivo viene impiegato nella fabbricazione di fibre di cellulosa rigenerate migliorate secondo la presente invenzione, un miglioramento nel grado di rigonfiamento viene pure osservato senza diminuire la resistenza nell'allungamento. In aggiunta, il tessuto a maglia del campione N. 92 fabbricato impiegando il filato procura un drastico miglioramento nella percentuale di ritiro dopo lavaggio ed un maneggio rigido senza perdere una flessibilità. Il tessuto a maglia del campione 92, presenta pure una sufficiente attività antibatterica in una valutazione in accordo con JIS L 1902 (1998).

Gilberto Tonon
(Iscri. Albo n. 83 BM)



S.I.B.
ROMA

RM2000 A 000660

RIVENDICAZIONI.

1. Metodo per la fabbricazione di una fibra di cellulosa rigenerata migliorata caratterizzato dall'aggiunta e miscelazione di un agente di reticolazione avente due o più gruppi funzionali reattivi in una molecola ad una soluzione viscosa di cellulosa, quindi filando detta soluzione di cellulosa mediante estrusione in un bagno di coagulazione e rigenerazione, seguito da applicazione di un trattamento termico.

2. Metodo per la fabbricazione di una fibra di cellulosa rigenerata migliorata caratterizzato dall'aggiunta e miscelazione di un agente di reticolazione avente due o più gruppi funzionali reattivi in una molecola ad una soluzione viscosa di cellulosa, quindi filando detta soluzione viscosa mediante estrusione in un bagno di coagulazione e rigenerazione, e successivamente trattamento della fibra di cellulosa rigenerata ottenuta con una soluzione acquosa di un agente reticolante, seguito da applicazione di un trattamento termico.

3. Metodo per la fabbricazione di una fibra di cellulosa rigenerata migliorata secondo la rivendicazione 1 o rivendicazione 2, in cui

l'agente reticolante è un agente di reticolazione a base epossidica avente un gruppo di glicidil etere o un gruppo di cloridrina come gruppo funzionale reattivo.

4. Metodo per la fabbricazione di una fibra di cellulosa rigenerata migliorata secondo qualsiasi delle rivendicazioni 1 fino a rivendicazione 3, in cui la quantità di un agente reticolante da aggiungere e miscelare ad una soluzione viscosa di cellulosa è 1-15% in peso rispetto alla cellulosa in detta soluzione viscosa di cellulosa.

5. Metodo per la fabbricazione di una fibra di cellulosa rigenerata migliorata secondo qualsiasi delle rivendicazioni 2 fino a rivendicazione 4, in cui la concentrazione della soluzione acquosa di un agente reticolante da trattare con la fibra di cellulosa rigenerata ottenuta mediante filatura, è 1-10% in peso.

6. Metodo per la fabbricazione di una fibra di cellulosa rigenerata migliorata secondo qualsiasi delle rivendicazioni 1 fino a 5, in cui le particelle fini di additivi miscelate in essa vengono aggiunte e miscelate insieme con un agente reticolante avente due o più gruppi funzionali

reattivi in una molecola ad una soluzione viscosa di cellulosa.

7. Metodo per la fabbricazione di una fibra di cellulosa rigenerata migliorata secondo la rivendicazione 6, in cui le particelle fini di additivi miscelate in essa comprendono chitosano granulare fine che presenta una attività antibatterica.

8. Fibra di cellulosa rigenerata migliorata in cui una fibra di cellulosa include nella sua parte interna alcune molecole di cellulosa reticolate tra esse mediante un agente di reticolazione avente due o più gruppi funzionali reattivi in una molecola.

9. Fibra di cellulosa rigenerata migliorata in cui una fibra di cellulosa include in una sua parte interna alcune molecole di cellulosa reticolate tra esse mediante un agente di reticolazione avente due o più gruppi funzionali reattivi in una molecola ed una parte esterna di fibra di cellulosa è reticolata da un agente reticolante avente due o più gruppi funzionali in una molecola.

10. Fibra di cellulosa rigenerata migliorata secondo la rivendicazione 8 o 9, in cui detto

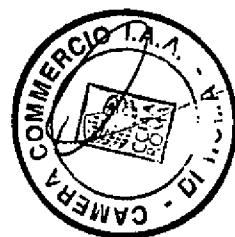
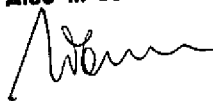
agente reticolante è un agente reticolante a base epossidica avente un gruppo di glicidil etere o un gruppo di cloroidrina come gruppo funzionale reattivo.

11. Fibra di cellulosa rigenerata migliorata secondo qualsiasi delle rivendicazioni 8 fino a 10, in cui particelle fini di additivi miscelate in essa sono ulteriormente miscelate entro la parte interna della fibra di cellulosa.

12. Fibra di cellulosa rigenerata migliorata secondo la rivendicazione 11, in cui le particelle fini di additivi miscelati comprendono chitosano granulare fine e presenta un'attività antibatterica.

p.p. FUJI SPINNING CO., LTD.

Giulberto Tonon
(Iscr. Albo n. 83 BM)



S.I.B.
ROMA