(19) OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 367 545**

(51) Int. Cl.:
D01F 1/02 (2006.01)
D01F 1/10 (2006.01)
D01F 2/00 (2006.01)

(12) TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA T3

(96) Número de solicitud europea: **08782856 .2**
(96) Fecha de presentación : **15.09.2008**
(97) Número de publicación de la solicitud: **2191046**
(97) Fecha de publicación de la solicitud: **02.06.2010**

(54) Título: **Fibra Lyocell.**

(30) Prioridad: **18.09.2007 AT A 1457/2007**

(45) Fecha de publicación de la mención BOPI:
04.11.2011

(45) Fecha de la publicación del folleto de la patente:
04.11.2011

(73) Titular/es: **LENZING AKTIENGESELLSCHAFT**
Werkstrasse 1
4860 Lenzing, AT

(72) Inventor/es: **Firgo, Heinrich y**
Fuchs, Heidrun

(74) Agente: **Ponti Sales, Adelaida**

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

Venta de fascículos: Oficina Española de Patentes y Marcas. Pº de la Castellana, 75 – 28071 Madrid

DESCRIPCIÓN

Fibra Lyocell

[0001] La presente invención se refiere a una fibra Lyocell.

[0002] Las fibras del género Lyocell se preparan mediante un procedimiento de hilado en disolvente en el que la celulosa se disuelve directamente en un disolvente orgánico sin formación de un derivado y la disolución se hila. Tales fibras también tienen el nombre fibras “hiladas en disolvente”. “Lyocell” es el nombre genérico concedido por la BISFA (Oficina internacional para la normalización de fibras artificiales) para fibras de celulosa que se preparan disolviendo celulosa sin formación de un derivado en un disolvente orgánico y extruyendo a partir de esta disolución fibras mediante un procedimiento de hilado en seco-húmedo o un procedimiento de fundido-soplado. Por disolvente orgánico se entiende a este respecto una mezcla de un producto químico orgánico y agua. Como disolvente orgánico se utiliza actualmente a escala comercial N-óxido de N-metil-morfolina.

[0003] La disolución de celulosa se extruye en este procedimiento normalmente mediante una herramienta de moldeo y a este respecto se moldea. La disolución moldeada llega por una rendija de aire a un baño de precipitación en el que se obtiene el cuerpo moldeado mediante precipitación de la disolución. El cuerpo moldeado se lava y dado el caso se seca después de otra etapa de tratamiento. Un procedimiento para la preparación de fibra Lyocell se describe, por ejemplo, en el documento US A 4.246.221. Las fibras Lyocell destacan por una alta resistencia, un alto módulo en húmedo y por una alta resistencia a la formación de bucles.

[0004] Se conoce modificar fibras de celulosa y también fibras Lyocell mediante la incorporación de variados aditivos.

[0005] En este contexto, el documento EP 1 259 564 B 1 describe fibras Lyocell que contienen un material de plantas marinas o conchas de animales marinos. Como animales marinos también se mencionan mejillones. Pero las conchas de los mejillones contienen especialmente todas las contaminaciones que se depositan en la cara externa de la concha, es decir, la cara orientada hacia el mar.

[0006] El documento CN 1772980 A describe una fibra de viscosa que contiene polvo de perlas.

[0007] El documento CN 1450212 A también describe fibras que contienen polvo de perlas. A este respecto se trata de fibras sintéticas no celulósicas.

[0008] El polvo de perlas (es decir, perlas molidas) se conoce desde hace tiempo de la medicina china como promotor de la salud y la belleza y, por tanto, se utiliza en productos cosméticos. Este material está constituido en su mayor parte por $CaCO_3$, así como por proteínas.

[0009] La preparación de fibras de viscosa y especialmente de fibras sintéticas no celulósicas se diferencia claramente de las de las fibras Lyocell. En el procedimiento de viscosa, para la preparación de la disolución de hilado deben utilizarse especialmente distintos productos químicos contaminantes. Además, en el procedimiento de preparación de estos tipos de fibra se producen condiciones que son perjudiciales para los constituyentes del polvo de perlas y que, por tanto, reducen el rendimiento o empeoran las propiedades del producto. Así, en una incorporación de polvo de perlas en fibras sintéticas no celulósicas se produce una biodisponibilidad empeorada del polvo, ya que éste se encierra en el interior de las fibras y, debido a la hidrofobia de aquellas fibras, sólo puede realizarse un pequeño intercambio con el entorno. A su vez, en el procedimiento de viscosa, la precipitación allí realizada de las fibras en un baño de precipitación ácido que contiene H_2SO_4 daña el $CaCO_3$ presente en el polvo de perlas. En cualquier caso se produce una precipitación parcial del $CaCO_3$ contenido, y también es de esperar una precipitación parcial como $CaSO_4$.

[0010] Las propiedades de los distintos tipos de fibras se diferencian claramente entre sí.

[0011] La presente invención se pone como objetivo poner a disposición una fibra en la que esté presente material de perlas puro con alta biodisponibilidad y que pueda prepararse con un procedimiento lo más respetuoso posible para el material de perlas.

[0012] Este objetivo se alcanza con una fibra Lyocell que contiene un material seleccionado del grupo constituido por, respectivamente, polvo de perlas obtenido exclusivamente del hipostraco de mejillones, nácar molido

y mezclas de los mismos.

[0013] Por tanto, la fibra según la invención contiene un material de alta pureza de perlas o de nácar. En el caso del nácar y en el caso de las perlas se trata exclusivamente de la capa más interior orientada hacia el molusco, el hipostraco. Está constituida por 95% de plaquitas de carbonato cálcico pseudohexagonales de 500 nm de espesor en la forma cristalina de aragonita. Las plaquitas están incorporadas en una matriz orgánica de proteínas y quitina. Las perlas están constituidas esencialmente por nácar con 80-95% de $CaCO_3$ que está presente en la forma cristalina de aragonita, con posiblemente una baja proporción de calcita (http://de.wikipedia.org/wiki/Perle; http://de.wikipedia.org/wiki/Perlmutt). Formada encerrada en el interior de los (de la cáscara de los) mejillones, la perla se forma protegida de influencias medioambientales perjudiciales y, por tanto, (a diferencia de todas las conchas de mejillones completas) sin contaminación.

[0014] El material de perlas o nácar puede presentarse preferiblemente en una proporción del 0,07% en peso al 5% en peso, referido a fibra.

[0015] Con especial preferencia, en el caso del material se trata de un polvo muy fino que presenta un tamaño promedio de partícula de 0,04 a 1,5 µm, con especial preferencia de 0,4 a 1,0 µm. Tales polvos pueden obtenerse comercialmente con el nombre “Nano-Pearl-Powder” o pueden prepararse mediante molienda de perlas y/o nácar correspondiente.

[0016] Como es sabido el procedimiento para la preparación de fibras Lyocell se basa en comparación con el procedimiento para la preparación de fibra de viscosa en una disolución de celulosa sin derivatización previa y puede realizarse de forma muy respetuosa con el medioambiente.

[0017] Por tanto, el procedimiento para la preparación de la fibra Lyocell según la invención contiene de una forma en sí conocida las etapas de

- Preparación de una disolución de hilado de celulosa en un óxido de amina terciaria acuoso, preferiblemente N-óxido de N-metilmorfolina (NMMO)
- Hilado de la disolución de hilado dando fibras,

y se caracteriza porque un material seleccionado del grupo constituido por respectivamente polvo de perlas obtenido exclusivamente del hipostraco de mejillones, nácar molido y mezclas de los mismos se incorpora por mezclado en la disolución de hilado y/o en un precursor de la misma.

Por “precursor” de la disolución de hilado se entiende materiales de partida e intermedios de la preparación de la disolución de hilado, especialmente

- el material de celulosa de partida usado, por ejemplo, pasta química
- el disolvente usado (óxido de amina terciaria acuoso, a continuación se abrevia representativamente con “NMMO” para todos los óxido de amina que pueden usarse)
- una mezcla del material de partida-de celulosa con el disolvente NMMO, especialmente una suspensión del material de celulosa en un NMMO acuoso a partir de la cual puede prepararse la disolución.

[0018] El material de perlas y/o nácar puede incorporarse por mezclado preferiblemente en una proporción del 0,1% en peso al 5% en peso (referido a celulosa). Pérdidas de rendimiento típicas se encuentran en el intervalo del 5 al 30%, especialmente en sólo aproximadamente el 10%.

[0019] El material se utiliza preferiblemente en forma de polvo. El tamaño promedio de partícula del polvo se encuentra preferiblemente de 0,04 a 1,5 µm, con especial preferencia de 0,4 a 1,0 µm.

[0020] Antes de la adición a la disolución de hilado o al precursor de la misma, el polvo puede aplicarse preferiblemente en forma de suspensión acuosa. Esta suspensión se mezcla luego.

[0021] La presente invención también se refiere al uso de la fibra Lyocell según la invención como producto con efecto cosmético en un tejido y/o en un producto cosmético no tejido.

[0022] Al polvo de perlas se le atribuye un efecto suavizante de la piel, regenerador de células de la piel, inhibidor de la síntesis de melanina y, por tanto, de la formación de manchas de la edad y en parte también un efecto antioxidante. El espectro de acción se atribuye a la aplicación tópica de aminoácidos esenciales biodisponibles y elementos traza.

[0023] Para la aplicación como cosmético se ha detectado que tamaños de partícula en el intervalo nanométrico (40-80 nm) elevan la velocidad de absorción del Ca y aminoácidos por la piel en comparación con partículas en el tamaño de micrómetros (http://www.karipearl.com/medicine.html).

[0024] La pureza y la composición especial de aminoácidos esenciales, sustancias minerales, elementos traza y la alta proporción de Ca hacen que las perlas o el nácar sean especialmente valiosos para la piel.

[0025] El material de perlas y/o nácar incorporado en la fibra Lyocell puede liberar continuamente a la piel en pequeñas dosis mediante un efecto de liberación lenta sustancias minerales, aminoácidos esenciales y calcio. Así, la piel se provee continuamente de estos micronutrientes.

Ejemplos:

[0026] Procedimiento fundamental:

La preparación de la fibra según la invención puede realizarse mediante la incorporación por mezclado del 0,5-5% de un polvo de perlas molidas (llamado a continuación “Nano Pearl Powder”) en la masa de hilado de Lyocell e hilarse ajustando los parámetros de hilado habituales. Se ha mostrado que la incorporación por hilado no tiene una influencia significativa sobre la estabilidad de la masa de hilado.

Ejemplo 1: Incorporación por hilado en un aparato Davenport

[0027] Preparación de la masa de hilado:

Se entremezclaron 3% en peso (referido a la masa de la celulosa) de Nano Pearl Powder en una masa de hilado del siguiente modo: se suspendieron 0,78 g de Nano Pearl Powder (fabricante: Fenix, tamaño de partícula según datos del fabricante: 40 nm a 80 nm) en 5 ml de agua completamente desmineralizada en un baño de ultrasonidos.

[0028] En la preparación de la disolución se mezclaron primero aproximadamente 50% de NMMO acuoso de un modo en sí conocido con un estabilizador (0,1%), luego se añadió la suspensión de Nano-Pearl Powder y a continuación la pasta química. La masa se suspendió 1 h a temperatura ambiente y 250 mbar (25 kPA), se calentó a 70ºC y después la disolución se preparó de un modo en sí conocido mediante separación por evaporación de agua y se calentó posteriormente. La disolución preparada de esta manera es ópticamente clara y está libre de partículas > 3 µm.

[0029] La disolución preparada contuvo 77% de NMMO, 13% de celulosa, 10% de agua, 0,1% de estabilizador (todos referidos a la masa de la disolución) y 3% en peso de Nano-Pearl-Powder (referido a la masa de la celulosa).

[0030] La masa de hilado preparada de esta manera se hiló en un aparato de hilado Davenport mediante una boquilla de hilado de un modo en sí conocido a 115ºC mediante una rendija de aire. La boquilla de hilado usada tiene un diámetro de orificio de 100 µm.

[0031] Las fibras preparadas se lavaron y se cortaron del modo en sí conocido.

[0032] Las fibras preparadas presentaron un título de 1,35 dtex y tuvieron propiedades de resistencia satisfactorias.

[0033] La materia prima (Nano Pearl Powder) y la fibra generada a partir de la misma tuvieron los siguientes datos analíticos:

Muestra	Al [mg/kg]	Ca [mg/kg]	Fe [mg/kg]	Mg [mg/kg]	Mn [mg/kg]	Na [mg/kg]	Ni [mg/kg]	P [mg/kg]	S [mg/kg]	Si [mg/kg]	Zn [mg/kg]
Nano-Powder	290	400000	450	43	740	3100	48	140	240	4000	3,9
Fibra	4,4	7100	17	9,2	12	47	1,3	3,4	44	82	4,4

Ejemplo 2: Incorporación por hilado en la técnica de hilado

[0034] Se preparó una disolución de hilado con la siguiente composición:

13% de pasta química
10,5% de H_2O
76,5% de NMMO
3% de Nano Pearl Powder (referido a la masa de celulosa)

[0035] La masa de hilado contuvo además un estabilizador, como se conoce en sí.

[0036] Nano Pearl Powder se dispersó primero en 78% de NMMO con Ultra Turrax T 50. Luego se añadió a la pasta química, se preparó una suspensión y a partir de ésta se preparó una disolución de un modo en sí conocido.

[0037] La disolución preparada se hiló a una temperatura de hilado de 120ºC.

[0038] La fibra preparada presentó un título de 1,35 dtex y tuvo propiedades de resistencia satisfactorias.

Balance del rendimiento de calcio:

[0039] En el Nano-Pearl-Powder usado se encuentra 40% de calcio. Se constató una pérdida de calcio en las aguas de lavado del 12,7%.

REIVINDICACIONES

1. Fibra Lyocell que contiene un material seleccionado del grupo constituido por, respectivamente, polvo de perlas obtenido exclusivamente del hipostraco de mejillones, nácar molido y mezclas de los mismos.

2. Fibra Lyocell según la reivindicación 1, caracterizada porque el material está presente en una proporción del 0,07% en peso al 5% en peso referido a fibra.

3. Fibra Lyocell según la reivindicación 1 ó 2, caracterizada porque el material presenta un tamaño promedio de partícula de 0,04 a 1,5 µm, preferiblemente de 0,4 a 1,0 µm.

4. Procedimiento para la preparación de una fibra Lyocell según una de las reivindicaciones precedentes que contiene las etapas de

- Preparación de una disolución de hilado de celulosa en un óxido de amina terciaria acuoso, preferiblemente N-oxido de N-metilmorfolina (NMMO)
- Hilado de la disolución de hilado dando fibras,

caracterizado porque un material seleccionado del grupo constituido por, respectivamente, polvo de perlas obtenido exclusivamente del hipostraco de mejillones, nácar molido y mezclas de los mismos se incorpora por mezclado en la disolución de hilado y/o en un precursor de la misma.

5. Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado porque el material se incorpora por mezclado en una proporción del 0,1% en peso al 5% en peso (referido a celulosa).

6. Procedimiento según la reivindicación 4 ó 5, caracterizado porque el material se utiliza en forma de polvo con un tamaño promedio de partícula de 0,04 a 1,5 µm, preferiblemente de 0,4 a 1,0 µm.

7. Procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado porque el polvo se incorpora en forma de suspensión acuosa antes de la adición a la disolución de hilado o al precursor de la misma.

8. Uso de una fibra Lyocell según una de las reivindicaciones 1 a 3 como producto con efecto cosmético en un tejido y/o en un producto cosmético no tejido.