

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 376 179**

51 Int. Cl.:
D06M 11/74 (2006.01)
D06M 11/83 (2006.01)
A47G 9/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **08825869 .4**
96 Fecha de presentación: **12.09.2008**
97 Número de publicación de la solicitud: **2072666**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **24.06.2009**

54 Título: **FIBRA QUE CONTIENE DIAMANTE DE TAMAÑO NANOMÉTRICO Y NANOCOLOIDE DE PLATINO, Y PRODUCTO DE ROPA DE CAMA QUE COMPRENDE DICHA FIBRA.**

30 Prioridad:
28.09.2007 JP 2007256728

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
09.03.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
09.03.2012

73 Titular/es:
Venex Co., Ltd.
525-1 Kuno Odawara-shi
Kanagawa 250-0055, JP y
Vision Development Co., Ltd

72 Inventor/es:
FUJIMURA, Tadamasu;
NAKAMURA, Taichi y
SHIOZAKI, Shigeru

74 Agente/Representante:
Curell Aguilá, Mireia

ES 2 376 179 T3

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).

DESCRIPCIÓN

Fibra que contiene diamante de tamaño nanométrico y nanocoloide de platino, y producto de ropa de cama que comprende dicha fibra.

5

Campo de la invención

La presente invención se refiere a fibras que contienen diamante de tamaño nanométrico y nanocoloide de platino y ropa de cama.

10

Antecedentes de la invención

Los rayos en el infrarrojo lejano que presentan una longitud de onda de aproximadamente 3-1000 μm proporcionan energía (vibración de enlaces C-C, enlaces C-O, enlaces C-H, etc.) a moléculas de una sustancia para calentar la sustancia. Debido a que los rayos del infrarrojo lejano penetran de forma relativamente profunda en la sustancia, pueden elevar la temperatura en el interior de la sustancia sin elevar la temperatura de la superficie más de lo necesario. Se ha llevado a cabo de manera convencional un desarrollo para proporcionar fibras, prendas de vestir, ropa de cama, etc. que presentan excelentes propiedades de mantenimiento de la temperatura utilizando dicho efecto de calentamiento de los rayos del infrarrojo lejano. El efecto de calentamiento de los rayos del infrarrojo lejano puede obtenerse añadiendo componentes con radiación en el infrarrojo lejano a las fibras.

15

20

Como tecnología que presenta fibras que contienen un componente con propiedades de radiación en el infrarrojo lejano, el documento JP 3-51301 A da a conocer ropa interior que presenta una capa con radiación en el infrarrojo lejano que contiene partículas de alúmina, zircona, magnesia, etc. que presenta una emisividad en el infrarrojo lejano del 65% o más en promedio a 30°C. El documento JP 3-190990 A da a conocer fibras sintéticas que contienen partículas con radiación en el infrarrojo lejano que comprenden alúmina, titanio y platino. Sin embargo, estas partículas con radiación en el infrarrojo lejano no presentan propiedades suficientemente altas de radiación en el infrarrojo lejano, y es creciente la demanda de partículas con radiación en el infrarrojo lejano que presentan mayor eficiencia de irradiación.

25

30

El documento JP 2002-161429 A da a conocer fibras de rayón formadas mediante hilado en húmedo de una disolución en la que se dispersan partículas de al menos un óxido metálico seleccionado del grupo que consiste en partículas de alúmina, sílice, magnesia, óxido de calcio y dióxido de titanio y platino. Dado que las partículas están contenidas en las fibras sin probabilidad de desprenderse, el llevar puesta la ropa interior formada por tales fibras de rayón aumenta el flujo sanguíneo. Sin embargo, las partículas anteriores con radiación en el infrarrojo lejano no presentan propiedades satisfactorias de radiación en el infrarrojo lejano. Por consiguiente, se desea una mejora adicional en el efecto de calentamiento.

35

40

Objetivo de la invención

Por consiguiente, un objetivo de la presente invención es proporcionar fibras que presentan un efecto de radiación en el infrarrojo lejano excelente, y ropa de cama económica que comprende fibras de este tipo.

45

Descripción de la invención

Como resultado de una extensa investigación en vista del objetivo anterior, los inventores han descubierto que la adición de diamante de tamaño nanométrico y nanocoloide de platino proporciona fibras con propiedades extremadamente mejoradas de radiación en el infrarrojo lejano. La presente invención se ha completado basándose en dichos hallazgos y se define en las reivindicaciones.

50

Por tanto, las fibras de la presente invención contienen diamante de tamaño nanométrico y nanocoloide de platino.

En 1 kg de fibras, están contenidos preferentemente 0,01 mg o más del diamante de tamaño nanométrico y 0,0001 mg o más del nanocoloide de platino.

55

En 1 kg de fibras, están contenidos preferentemente 3 mg o más del diamante de tamaño nanométrico y 0,03 mg o más del nanocoloide de platino.

60

En 1 kg de fibras, están contenidos preferentemente 1,0 g o menos del diamante de tamaño nanométrico y 10 mg o menos del nanocoloide de platino.

En 1 kg de fibras, están contenidos preferentemente 0,1 g o menos del diamante de tamaño nanométrico y 1 mg o menos del nanocoloide de platino.

65

La cantidad del nanocoloide de platino es preferentemente de 1/1000 a 1/1 de la del diamante de tamaño nanométrico.

Las fibras de la presente invención se recubren con el diamante y el nanocoloide de platino.

El diamante de tamaño nanométrico presenta preferentemente una densidad de 2,63 a 3,38 g/cm³.

La ropa de cama de la presente invención comprende las fibras de la presente invención.

Breve descripción de los dibujos

La figura 1 es un gráfico que muestra la radiancia en el infrarrojo lejano de la muestra del ejemplo 1 y un cuerpo negro ideal.

La figura 2 es un gráfico que muestra la radiancia en el infrarrojo lejano de la muestra del ejemplo 2 y un cuerpo negro ideal.

La figura 3 es un gráfico que muestra la radiancia en el infrarrojo lejano de la muestra del ejemplo 3 y un cuerpo negro ideal.

La figura 4 es un gráfico que muestra la radiancia en el infrarrojo lejano de la muestra del ejemplo 4 y un cuerpo negro ideal.

La figura 5 es un gráfico que muestra la radiancia en el infrarrojo lejano de la muestra del ejemplo 5 y un cuerpo negro ideal.

La figura 6 es un gráfico que muestra la radiancia en el infrarrojo lejano de la muestra del ejemplo comparativo 1 y un cuerpo negro ideal.

La figura 7 es un gráfico que muestra la radiancia en el infrarrojo lejano de la muestra del ejemplo comparativo 2 y un cuerpo negro ideal.

La figura 8 es un gráfico que muestra la radiancia en el infrarrojo lejano de la muestra del ejemplo comparativo 3 y un cuerpo negro ideal.

La figura 9 es un gráfico que muestra la radiancia en el infrarrojo lejano de la muestra del ejemplo comparativo 4 y un cuerpo negro ideal.

La figura 10 es un gráfico que muestra la radiancia en el infrarrojo lejano de la muestra del ejemplo comparativo 5 y un cuerpo negro ideal.

Descripción del mejor modo de la invención

[1] Fibras que contienen diamante de tamaño nanométrico y nanocoloide de platino

Las fibras de la presente invención se obtienen uniendo una dispersión de diamante de tamaño nanométrico y nanocoloide de platino a las fibras mediante pulverización, impregnación en *foulard*, impresión, recubrimiento, inmersión, etc., y secándolas a temperatura ambiente o mediante calentamiento. Las concentraciones del diamante de tamaño nanométrico y el nanocoloide de platino en la dispersión no son particularmente restrictivas, pero cada concentración es preferentemente del 1% o menos, más preferentemente del 0,1 % o menos. La dispersión de diamante de tamaño nanométrico y nanocoloide de platino puede contener dispersantes, aglutinantes, espesantes, etc., si es necesario, pero sus cantidades son preferentemente lo más pequeñas posibles porque impiden la radiación en el infrarrojo lejano. Los aglutinantes pueden ser resinas acrílicas, resinas de uretano, resinas de silicona, resinas de aminoplasto, resinas epoxídicas, etc. Entre ellas, se prefieren las resinas acrílicas y las resinas de uretano desde el punto de vista de la durabilidad con el lavado. Los dispersantes pueden ser poli(ácido acrílico) y dispersantes inorgánicos. Los espesantes pueden ser poli(alcohol vinílico), metilcelulosa, carboximetilcelulosa, hidroxietilcelulosa, etc.

El diamante de tamaño nanométrico y el nanocoloide de platino pueden unirse a cualquier fibra, que se haya usado de manera convencional. Por ejemplo, incluyen fibras de celulosa tales como algodón; fibras sintéticas tales como nylon (marca registrada), poliésteres, materiales acrílicos, polietileno, polipropileno, etc.; fibras regeneradas tales como Bemberg, rayones; y fibras proteicas tales como lana, seda, etc. Estas fibras pueden utilizarse solas, o dos o más de ellas pueden hilarse, tejerse, retorcerse o tricotarse juntas. Estas fibras pueden utilizarse en cualquier forma de filamentos, fibras cortadas, tejidos de punto, materiales textiles, materiales textiles no tejidos, materiales textiles cosidos, etc.

El diamante de tamaño nanométrico y el nanocoloide de platino también pueden añadirse a fibras dispersándolos en una disolución de hilatura y luego hilando la disolución según un procedimiento habitual. Los materiales poliméricos

utilizables incluyen resinas termoplásticas tales como poliésteres, polietileno, polipropileno, poliestireno, policarbonatos, poliuretanos, resinas acrílicas, resinas termoendurecibles tales como resinas epoxídicas, resinas de melamina, resinas de urea, etc., cauchos tales como cauchos naturales, cauchos sintéticos, etc.; y resinas regeneradas tales como rayones, etc.

Las fibras de la presente invención puede producirse mediante un procedimiento de unión de la dispersión a las fibras, o mediante un procedimiento de mezcla de la misma en la disolución de hilatura, pero es preferible un procedimiento de unión a dispersión porque proporciona las fibras mejores propiedades de radiación en el infrarrojo lejano, y porque puede utilizarse para cualquier fibra.

Las cantidades del diamante de tamaño nanométrico y el nanocoloide de platino utilizadas no están particularmente limitadas, siempre que el efecto de radiación en el infrarrojo lejano se obtenga de manera suficiente. Aunque la adición únicamente de diamante de tamaño nanométrico proporciona un efecto de radiación en el infrarrojo lejano en cierto grado, la adición de una pequeña cantidad del nanocoloide de platino al diamante de tamaño nanométrico aumenta extremadamente el efecto de radiación en el infrarrojo lejano. Para obtener un efecto suficiente de radiación en el infrarrojo lejano, se añaden 0,01 mg o más del diamante de tamaño nanométrico a 1 kg de las fibras, y se añaden 0,0001 mg o más del nanocoloide de platino a 1 kg de las fibras. La cantidad del diamante de tamaño nanométrico añadida a 1 kg de fibras es preferentemente de 0,1 mg o más, más preferentemente de 1 mg o más, lo más preferentemente de 3 mg o más. La cantidad del nanocoloide de platino añadida a 1 kg de fibras es preferentemente de 0,001 mg o más, más preferentemente de 0,01 mg o más, lo más preferentemente de 0,03 mg o más. Dado que la adición de diamante de tamaño nanométrico y nanocoloide de platino excesivos no da como resultado el deterioro de la radiación en el infrarrojo lejano, sus límites superiores no están particularmente limitados. Sin embargo, la cantidad de diamante de tamaño nanométrico añadida es preferentemente de 1 g o menos, más preferentemente de 0,1 g o menos, lo más preferentemente de 0,01 g o menos, y la cantidad de nanocoloide de platino añadida es preferentemente de 10 mg o menos, más preferentemente de 1 mg o menos, lo más preferentemente de 0,1 mg o menos, desde el punto de vista del coste y la coloración. La cantidad de nanocoloide de platino que puede aumentar eficazmente la radiación en el infrarrojo lejano de diamante de tamaño nanométrico es preferentemente de 1/1000 a 1/1, más preferentemente de 1/1000 a 1/5, lo más preferentemente de 1/500 a 1/10, particularmente de 1/200 a 1/20, de la cantidad del diamante de tamaño nanométrico.

Además del diamante de tamaño nanométrico y el nanocoloide de platino, pueden añadirse opcionalmente alúmina, sílice, dióxido de titanio, magnesia, óxido de calcio, zircona, óxido de cromo, ferrita, espinela, [cerio, bario], carburo de boro, carburo de silicio, carburo de titanio, carburo de molibdeno, carburo de tungsteno, nitruro de boro, nitruro de aluminio, nitruro de silicio, nitruro de zirconio, carbono, grafito, tungsteno, molibdeno, vanadio, tántalo, manganeso, níquel, óxido de hierro, etc. como compuestos con radiación en el infrarrojo lejano. La cantidad del componente opcional no está particularmente limitada, pero preferentemente del 1-15% en peso, más preferentemente del 2-10% en peso, basado en la cantidad total de partículas con radiación en el infrarrojo lejano. Sus tamaños de partícula no están particularmente limitados tampoco, pero preferentemente de 0,1-15 μm , más preferentemente de 0,1-5 μm , lo más preferentemente de 0,2-1,5 μm .

Las fibras que contienen diamante de tamaño nanométrico y nanocoloide de platino pueden utilizarse no sólo como artículos de mantenimiento de la temperatura para ropa de cama (futon, sábanas, etc.), etc., sino también para prendas de vestir (guantes, calcetines, ropa interior, gorros, bandas estomacales, abrigos, suelas internas, etc.), productos de interior (alfombras, etc.), aparatos eléctricos y otros materiales industriales, etc.

[2] Diamante de tamaño nanométrico

(1) Diamante de grano grueso

Pueden utilizarse como el diamante de tamaño nanométrico diamante de grano grueso (denominado "diamante combinado" o "BD" a continuación) sintetizado mediante un procedimiento de explosión, y diamante ultradisperso (UDD) obtenido mediante la purificación de BD. Se describe el procedimiento de explosión en Science, Vol. 133, n.º 3467 (1961), págs. 1821-1822, documento JP 1-234311 A, documento JP 2-141414 A, Bull. Soc. Chem. Fr. Vol. 134(1997), págs. 875-890, Diamond and Related Materials Vol. 9 (2000), págs. 861-865, Chemical Physics Letters, 222 (1994), págs. 343-346, Carbon, Vol. 33, n.º 12 (1995), págs. 1663-1671, Physics of the Solid State, Vol. 42, n.º 8 (2000), págs. 1575-1578, K. Xu. Z. Jin, F. Wei y T. Jiang, Energetic Materials, 1, 19 (1993), documento JP 63-303806 A, documento JP 56-26711 A, patente británica 1154633, documento JP 3-271109 A, documento JP 6-505694 A (documento WO 93/13016 A), Carbon, Vol. 22, n.º 2, págs.189-191 (1984), Van Thiei. M. & Rec., F. H., J. Appl. Phys. 62, págs. 1761-1767 (1987), documento JP 7-505831 A (documento WO 94/18123 A), y patente estadounidense 5861349, etc.

El diamante de grano grueso (diamante combinado, BD) producido mediante el procedimiento de explosión se compone de diamante y grafito desde tan grande como varias decenas de nanómetros hasta varios cientos de nanómetros, que es un fuerte agregado de unidades de diamante de tamaño de nanoclúster (diamante de tamaño nanométrico) tan extremadamente pequeñas como de 1,7-7 nm de diámetro. Es un fuerte agregado de al menos 4 diamantes de tamaño nanométrico, habitualmente de unos diez a varios cientos de diamantes de tamaño

nanométrico, y varios miles de diamantes de tamaño nanométrico en algunos casos. Se considera que una partícula de BD presenta una estructura de núcleo/cubierta en la que el diamante se cubre con grafito. Dado que la superficie del grafito presenta muchos grupos funcionales hidrófilos tales como -COOH, -OH, etc., presenta una afinidad extremadamente alta por disolventes que contienen grupos -OH tales como agua, alcoholes, etilenglicol, etc., dispersándose de ese modo fácilmente en tales disolventes. Entre ellos, presenta la mayor dispersabilidad en agua. El BD contiene cantidades traza de partículas de diamante amorfo, partículas de grafito y partículas ultrafinas de carbono distinto a grafito, de tan sólo 1,5 nm o menos.

La densidad las partículas de diamante de tamaño nanométrico es preferentemente de 2,50-3,45 g/cm³, más preferentemente de 2,63 a 3,38 g/cm³, lo más preferentemente de 2,75-3,25 g/cm³. La densidad del diamante de tamaño nanométrico está determinada por una razón de grafito con respecto a diamante. Calculando la razón de diamante con respecto a grafito suponiendo que el diamante presenta una densidad de 3,50 g/cm³, y el grafito presenta una densidad de 2,25 g/cm³, la densidad de 2,63 g/cm³ corresponde a una composición del 30% en volumen de diamante y el 70% en volumen de grafito, y la densidad de 3,38 g/cm³ corresponde a una composición del 90% en volumen de diamante y el 10% en volumen de grafito. De manera similar, la densidad de 2,75 g/cm³ corresponde a una composición del 40% en volumen de diamante y el 60% en volumen de grafito, y la densidad de 3,25 g/cm³ corresponde a una composición del 80% en volumen de diamante y el 20% en volumen de grafito. La densidad de 2,87 g/cm³ corresponde a una composición del 50% en volumen de diamante y el 50% en volumen de grafito. Cuando la densidad es inferior a 2,63 g/cm³, la coloración debida al grafito es probablemente intensa, y cuando la densidad supera 3,38 g/cm³, el efecto de radiación en el infrarrojo lejano se satura, dando como resultado una desventaja en el coste.

Las impurezas en BD incluyen (i) electrolitos solubles en agua (ionizados), (ii) grupos hidrolizables y materiales iónicos (sales de grupos funcionales de superficie, etc.) unidos químicamente a la superficie del diamante, (iii) materiales insolubles en agua (impurezas, sales insolubles y óxidos insolubles unidos a la superficie), (iv) materiales volátiles, (v) materiales contenidos en una red cristalina de diamante, o materiales encapsulados.

Los materiales (i) y (ii) se forman en el proceso de purificación de UDD. Los electrolitos solubles en agua (i) pueden eliminarse por lavado con agua, pero es preferible tratarlos con resinas de intercambio iónico para una eliminación más eficaz. Las impurezas insolubles en agua (iii) son partículas finas separadas de metales, óxidos metálicos, carburos metálicos o sales metálicas (sulfatos, silicatos o carbonatos), o sales u óxidos metálicos inseparables en la superficie. Para eliminarlos, es preferible hacerlos solubles mediante ácidos. Las impurezas volátiles (iv) pueden eliminarse habitualmente mediante un tratamiento térmico a 250-400°C en un vacío de aproximadamente 0,01 Pa.

Aunque no es necesario que se eliminen necesariamente las impurezas completamente del diamante de tamaño nanométrico utilizado en la presente invención, es preferible eliminar el 40-95% de las impurezas (i) a (iii). Puede ajustarse la razón de grafito con respecto a diamante cambiando las condiciones de explosión y/o cambiando las condiciones de purificación de BD.

(2) Purificación de diamante de tamaño nanométrico

Se produce una dispersión de diamante de tamaño nanométrico sometiendo BD de etapa inicial (mezcla de diamante y material distinto a diamante recién obtenido mediante la explosión de un explosivo) a un tratamiento de oxidación, y neutralizándolo con un material básico, que es volátil o cuyo producto de descomposición es volátil, para aislar una fase que contiene diamante.

El tratamiento de oxidación comprende un tratamiento de descomposición oxidativa con ácido nítrico, y un tratamiento de ataque químico oxidativo posterior con ácido nítrico. El tratamiento de ataque químico oxidativo comprende un primer tratamiento de ataque químico oxidativo y un segundo tratamiento de ataque químico oxidativo. El primer tratamiento de ataque químico oxidativo se lleva a cabo preferentemente a mayor presión y temperatura que las del tratamiento de descomposición oxidativa, y el segundo tratamiento de ataque químico oxidativo se lleva a cabo preferentemente a mayor presión y temperatura que las del primer tratamiento de ataque químico oxidativo. El tratamiento de oxidación se lleva a cabo preferentemente varias veces cada uno a 150-250°C y 14-25 atm durante al menos 10-30 minutos.

Tras el tratamiento de ataque químico oxidativo, se lleva a cabo un tratamiento de neutralización para descomponer y eliminar el ácido nítrico. La dispersión neutralizada con un material básico se somete a decantación para separar una fase que contiene diamante de una fase que no contiene diamante.

La fase de dispersión que contiene diamante separada se lava adicionalmente con ácido nítrico para separar una fase de dispersión menor que contiene las partículas finas de diamante resultantes de una fase de sobrenadante. Este tratamiento de separación se lleva a cabo dejando en reposo la dispersión lavada con ácido nítrico.

Se ajusta el pH de la fase de dispersión menor que contiene partículas finas de diamante preferentemente a 4-10, más preferentemente a 5-8, lo más preferentemente a 6-7,5, y se ajusta la concentración de partículas finas de

diamante preferentemente al 0,05-16% en masa, más preferentemente al 0,1-12% en masa, lo más preferentemente al 1-10% en masa.

5 El UDD así obtenido presenta una composición elemental que comprende el 72-89,5% de carbono, el 0,8-1,5% de hidrógeno, el 1,5-2,5% de nitrógeno y el 10,5-25% de oxígeno. El 90-97% de todo el carbono está en forma de un cristal de diamante, siendo el 10-3% carbono distinto a diamante. El tamaño de partícula promedio de las partículas primarias es de 2-50 nm. Su espectro de difracción de rayos X (XD) con una línea Ka de Cu presenta el pico más intenso a un ángulo de Bragg ($20 \pm 0,2^\circ$) de $43,9^\circ$, intensos picos característicos a $73,5^\circ$ y 95° , un halo a 17° , y sustancialmente ningún pico a $26,5^\circ$. El UDD presenta un área superficial específica de $1,5 \times 10^5 \text{ m}^2/\text{kg}$ o más, estando unidos sustancialmente todos los átomos de carbono en la superficie a heteroátomos. La dispersión contiene 0,05-16 partes en masa de partículas de diamante que presentan un volumen total de poros de $0,5 \text{ m}^3/\text{kg}$ o más. El tamaño de partícula de las partículas de UDD se mide mediante dispersión dinámica de utilizando un fotómetro electroforético, de dispersión de luz ELS-8000.

15 El tamaño de partícula del diamante de tamaño nanométrico utilizado preferentemente en la presente invención es de 4-7 nm para las partículas primarias, y de 50-200 nm para las partículas secundarias.

[3] Nanocoloide de platino

20 El nanocoloide de platino puede producirse mediante el procedimiento descrito en el documento WO 2005/023468. Está disponible comercialmente, por ejemplo, como WRPT de Wineredchemical Co., Ltd. Aunque no está particularmente limitado, el tamaño de partícula de platino es preferentemente de 10 a 20 nm.

[4] Evaluación de la radiación en el infrarrojo lejano

25 Se evalúa la radiación en el infrarrojo lejano midiendo la cantidad de rayos del infrarrojo lejano emitidos desde una muestra mediante un medidor de infrarrojo tal como FT-IR, un medidor de radiancia, etc., y determinando su valor relativo con respecto a la radiación en el infrarrojo lejano de un cuerpo negro ideal que presenta una radiación del 100% y absorción en toda la longitud de onda. Puede llevarse a cabo la medición a temperatura ambiente, pero para impedir que se deteriore la razón S/N por CO_2 y H_2O que absorben rayos del infrarrojo lejano, la muestra se calienta preferentemente a $40\text{-}50^\circ\text{C}$. La medición a alta temperatura mejora la razón S/N debido al aumento de la radiación en el infrarrojo lejano. Un aparato de medición de infrarrojo puede ser, por ejemplo, un medidor de radiación infrarroja SA-200 disponible de Minarad System, Inc.

35 La presente invención se describirá en detalle con referencia a los ejemplos a continuación sin intención de limitación.

Ejemplo 1

40 Tras explosionarse 0,65 kg de un explosivo que comprende trinitrotolueno (TNT) y ciclotrimetilentrinitroamina (RDX) a una razón de 60/40 en una cámara de explosión de 3 m^3 para proporcionar una atmósfera para mantener el BD resultante, se llevó a cabo una segunda explosión en las mismas condiciones para sintetizar el BD. Tras alcanzar el producto de explosión expandido un equilibrio térmico, se hizo que fluyera una mezcla gaseosa hacia fuera de la cámara durante 35 segundos a través de una boquilla Laval ultrasónica que presentaba una sección transversal de 15 mm. Debido al intercambio de calor con una pared de la cámara y el trabajo realizado por el gas (expansión adiabática y vaporización), la velocidad de enfriamiento del producto era de $280^\circ\text{C}/\text{minuto}$. El producto (polvo de color negro, BD) recogido por un ciclón presentaba una densidad de $2,58 \text{ g}/\text{cm}^3$. Se calculó a partir de la densidad que este BD se componía del 74% en volumen de grafito y el 26% en volumen de diamante.

50 Este BD se mezcló con una disolución acuosa de ácido nítrico al 60% en masa, se sometió a descomposición oxidativa a 160°C y 14 atm durante 20 minutos, y luego se sometió a ataque químico oxidativo a 240°C y 18 atm durante 30 minutos. Se neutralizó la muestra sometida a ataque químico por oxidación mediante reflujo a 210°C y 20 atm durante 20 minutos, se decantó, se lavó con ácido nítrico al 35% en masa, se separó por centrifugación y se sometió a ajuste de la concentración para obtener una dispersión purificada que contenía el 0,05% en masa de diamante de tamaño nanométrico. Este diamante de tamaño nanométrico presentaba un tamaño de partícula (mediana del diámetro medida mediante dispersión dinámica de luz) de 160 nm y un peso específico de 3,41.

60 El nanocoloide de platino utilizado era WRPT (dispersión al 0,0025% en masa de nanocoloide de platino) disponible gracias a Wineredchemical Co., Ltd. Este nanocoloide de platino presentaba un tamaño de partícula (mediana del diámetro) de 20 nm cuando se midió mediante dispersión dinámica de luz.

65 Se mezclaron la dispersión de diamante de tamaño nanométrico y la dispersión de nanocoloide de platino y se diluyeron para preparar una dispersión de mezcla dispersión que contenía 0,1 mg de diamante de tamaño nanométrico y 0,001 mg de nanocoloide de platino por 20 ml. Se unieron uniformemente 20 ml de esta dispersión de mezcla a 30 g de una guata de fibra de poliéster mediante un procedimiento de pulverización, y se secó espontáneamente. Se fijó la guata secada en un soporte, y se mantuvo a una temperatura de superficie de 46°C

mientras que se calentaba su lado posterior en una secadora. En este estado, se midió la radiación en el infrarrojo lejano desde una superficie delantera de la guata mediante un medidor de radiación infrarroja SA-200 disponible de Minarad System, Inc. Se determinó la emisividad [intensidad relativa por radiación (1,0) desde un cuerpo negro ideal] de la guata a una longitud de onda de 3-15 μm a partir de la radiación medida en el infrarrojo lejano. Se muestran los resultados en la tabla 1. Se muestra la radiancia en el infrarrojo lejano (la cantidad de radiación en el infrarrojo lejano) de la muestra del ejemplo 1 en la figura 1. La figura 1 muestra los datos 2 medidos de la muestra (línea con ruido) junto con la radiación 1 (curva suave) del cuerpo negro ideal, lo que indica que cuanto más cerca se esté del cuerpo negro ideal, más rayos del infrarrojo lejano se irradian. Sin embargo, la radiancia en el infrarrojo lejano de la muestra nunca supera la del cuerpo negro ideal.

Ejemplos 2 a 5 y ejemplos comparativos 1 a 5

Se produjeron muestras de la misma manera que en el ejemplo 1 excepto porque se cambiaron las cantidades del diamante de tamaño nanométrico y/o el nanocoloide de platino en 20 ml de la dispersión de mezcla tal como se muestra en la tabla 1, y se midió su radiación en el infrarrojo lejano para determinar la emisividad a una longitud de onda de 3-15 μm . El ejemplo comparativo 1 utilizó una guata de fibra de poliéster a la que no se unieron el diamante de tamaño nanométrico y/o el nanocoloide de platino. Se muestran los resultados en la tabla 1. Las figuras 2 a 10 muestran la radiancia en el infrarrojo lejano medida (la cantidad de radiación en el infrarrojo lejano) de los ejemplos 2 a 5 y los ejemplos comparativos 1 a 5. Las notas de los datos son las mismas que en la figura 1.

Tabla 1

N.º	Cantidad (mg) por 20 ml de dispersión de mezcla		Cantidad (mg) por 1 kg de guata		Emisividad en el infrarrojo lejano ⁽¹⁾
	Diamante de tamaño nanométrico	Nanocoloide de platino	Diamante de tamaño nanométrico	Nanocoloide de platino	
Ejemplo 1	0,1	0,001	3,3	0,033	0,83
Ejemplo 2	0,1	0,005	3,3	0,17	0,85
Ejemplo 3	0,5	0,015	17	0,50	0,95
Ejemplo 4	0,5	0,025	17	0,83	0,93
Ejemplo 5	10	0,5	330	17	0,84
Ejemplo comparativo 1	No ⁽²⁾	No ⁽²⁾	No ⁽²⁾	No ⁽²⁾	0,61
Ejemplo comparativo 2	0	0,001	0	0,033	0,68
Ejemplo comparativo 3	0	0,015	0	0,500	0,69
Ejemplo comparativo 4	0,1	0	3,3	0	0,78
Ejemplo comparativo 5	0,5	0	17	0	0,77

Nota: (1) Radiación a una longitud de onda de 3-15 μm con relación a la de un cuerpo negro ideal.

(2) Se utilizó guata de fibra de poliéster antes de unir diamante de tamaño nanométrico y/o nanocoloide de platino.

Queda claro a partir de la tabla 1 que las guatas de poliéster que presentaban diamante de tamaño nanométrico y nanocoloide de platino unidos, que correspondían a las fibras de la presente invención, presentaban una emisividad en el infrarrojo lejano de 0,83 o más, mucho mayor que 0,61 de la muestra que no presentaba diamante de tamaño nanométrico ni nanocoloide de platino unidos (ejemplo comparativo 1). Cuando sólo se unió el nanocoloide de platino (ejemplos comparativos 2 y 3), y cuando sólo se unió el diamante de tamaño nanométrico (ejemplos comparativos 4 y 5), se mejoró la emisividad en el infrarrojo lejano en cierto grado que en la muestra que no presentaba nada unido (ejemplo comparativo 1), pero se encontró que la unión tanto de diamante de tamaño nanométrico como de nanocoloide de platino mejoraba notablemente la emisividad en el infrarrojo lejano. Particularmente las muestras de los ejemplos 3 y 4 presentaban una emisividad en el infrarrojo lejano que supera 0,9, lo que indica excelente radiación en el infrarrojo lejano.

Ejemplo 6

Se añadió la dispersión de mezcla producida en el ejemplo 1, que contenía 0,1 mg de diamante de tamaño nanométrico y 0,001 mg de nanocoloide de platino por 20 ml, a 20°C a una disolución viscosa que comprendía el 8,5% en masa de celulosa, el 5,8% en masa de hidróxido de sodio y el 32% en masa de disulfuro de carbono por la celulosa, en una cantidad de 66,7 ml por 100 g de la celulosa. Se hiló esta disolución viscosa que contenía diamante de tamaño nanométrico y nanocoloide de platino en un baño de hilatura (60°C) que contenía 110 g/l de ácido

sulfúrico, 15 g/l de sulfato de zinc y 350 g/l de sulfato de sodio a una velocidad de hilatura de 50 m/minuto y una razón de estirado del 50%, para obtener una cinta de filamentos continuos de fibras de rayón viscosa que presentaba una finura de 1,7 dtex. Se cortaron las fibras hasta 52 mm, se desulfuraron y se blanquearon.

5 **Ejemplos 7 a 10**

Se produjeron las cintas de filamentos continuos de fibras de rayón viscosa de los ejemplos 7 a 10 de la misma manera que en el ejemplo 6, excepto porque se cambiaron las cantidades de diamante de tamaño nanométrico y nanocoloide de platino añadidas. Las cantidades de diamante de tamaño nanométrico y nanocoloide de platino para las fibras de los ejemplos 7 a 10 fueron las mismas que aquéllas para las fibras de guata en los ejemplos 2 a 5.

La misma medición de emisividad en el infrarrojo lejano que en el ejemplo 1 reveló que las fibras de rayón viscosa de los ejemplos 6 a 10 mostraron una excelente radiación en el infrarrojo lejano como en los ejemplos 1 a 5.

15 **Ejemplos 11-15**

Se produjeron diversos diamantes de tamaño nanométrico con diferentes densidades de la misma manera que en el ejemplo 1 excepto porque se cambiaron sólo las condiciones de ataque químico oxidativo en la purificación de BD tal como se muestra en la tabla 2, y se obtuvieron guatas de fibra de poliéster a las que se unieron diamante de tamaño nanométrico y nanocoloide de platino. La misma medición de emisividad en el infrarrojo lejano que en el ejemplo 1 reveló que estas guatas de fibra de poliéster mostraron una excelente radiación en el infrarrojo lejano como en los ejemplos 1 a 5.

Tabla 2

N.º	Condiciones de ataque químico por oxidación	Densidad (g/cm ³)
Ejemplo 1	240°C, 18 atm, 30 minutos	3,41
Ejemplo 11	130°C, 13 atm, 1 hora	2,63
Ejemplo 12	130°C, 13 atm, 2 horas	2,75
Ejemplo 13	150°C, 13 atm, 1 hora	2,87
Ejemplo 14	150°C, 13 atm, 2 horas	3,25
Ejemplo 15	240°C, 18 atm, 20 minutos	3,38

Ejemplo 16

Se produjo una guata de fibra de poliéster a la que se unieron diamante de tamaño nanométrico y nanocoloide de platino mediante el mismo procedimiento que en el ejemplo 3, para producir ropa de cama. Utilizando esta ropa de cama, 20 examinadores (hombres: 10 y mujeres: 10) durmieron una noche en una habitación a una temperatura, y humedad de 15°C y HR del 60%, para evaluar el efecto de calentamiento. Para la comparación, se llevó a cabo la misma prueba con ropa de cama producida utilizando una guata de fibra de poliéster a la que no se unieron diamante de tamaño nanométrico y nanocoloide de platino. Como resultado, 17 examinadores (hombres: 8 y mujeres: 9) de entre los 20 disfrutaron de un sueño más confortable con un mayor efecto de calentamiento, en el caso de la ropa de cama producida mediante la guata de fibra de poliéster de la presente invención a la que se unieron diamante de tamaño nanométrico y nanocoloide de platino.

Efecto de la invención

Dado que las fibras de la presente invención que contienen diamante de tamaño nanométrico y nanocoloide de platino presentan una excelente radiación en el infrarrojo lejano, son adecuadas para artículos de mantenimiento de la temperatura tales como ropa de cama, prendas de vestir de invierno, sostenes, etc.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Fibras que comprenden diamante de tamaño nanométrico y nanocoloide de platino, en las que dicho diamante y dicho nanocoloide de platino está unidos a dichas fibras.
2. Fibras según la reivindicación 1, que contienen 0,01 mg o más de dicho diamante de tamaño nanométrico y 0,0001 mg o más de dicho nanocoloide de platino por 1 kg de dichas fibras.
- 10 3. Fibras según la reivindicación 1 ó 2, que contienen 3 mg o más de dicho diamante de tamaño nanométrico y 0,03 mg o más de dicho nanocoloide de platino por 1 kg de dichas fibras.
4. Fibras según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, que contienen 1 g o menos de dicho diamante de tamaño nanométrico y 10 mg o menos de dicho nanocoloide de platino por 1 kg de dichas fibras.
- 15 5. Fibras según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, que contienen 0,1 g o menos de dicho diamante de tamaño nanométrico y 1 mg o menos de dicho nanocoloide de platino por 1 kg de dichas fibras.
- 20 6. Fibras según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en las que el contenido en nanocoloide de platino es de 1/1000 a 1/1 del contenido en diamante de tamaño nanométrico.
7. Fibras según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en las que dicho diamante de tamaño nanométrico presenta una densidad de 2,63 a 3,38 g/cm³.
8. Ropa de cama formada por las fibras según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7.

Fig. 1

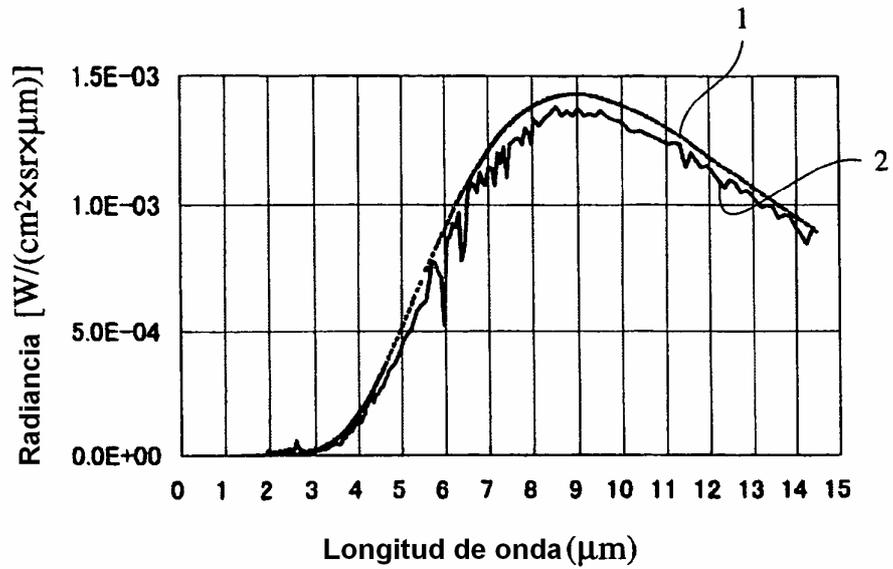


Fig. 2

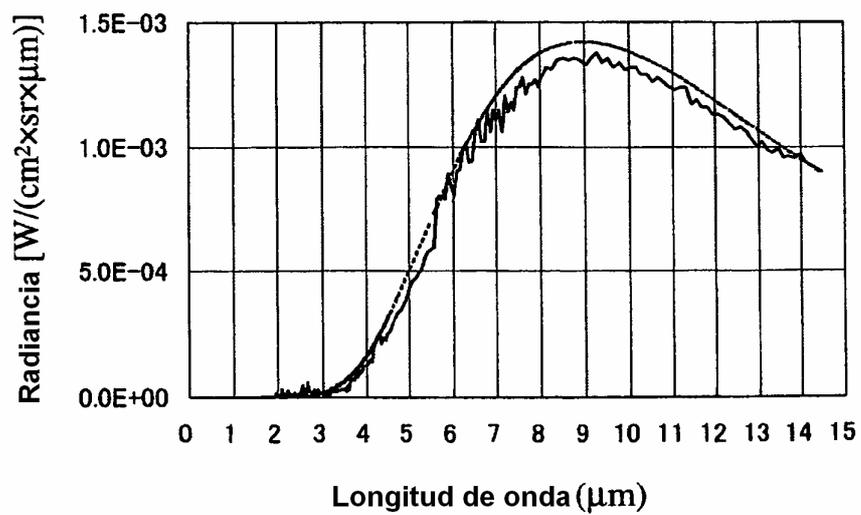


Fig. 3

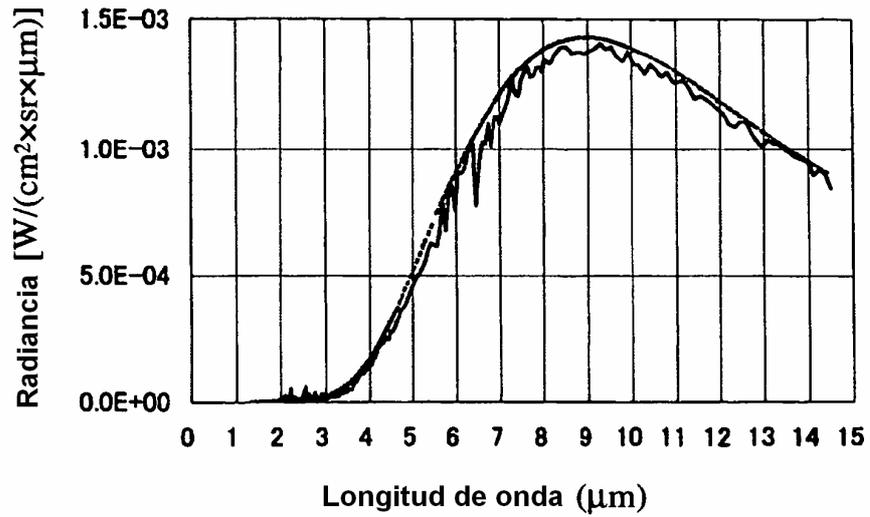


Fig. 4

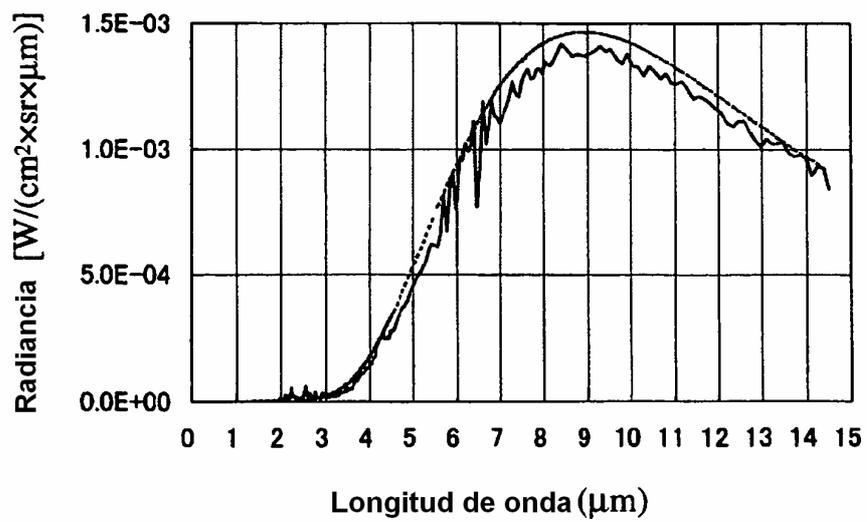


Fig. 5

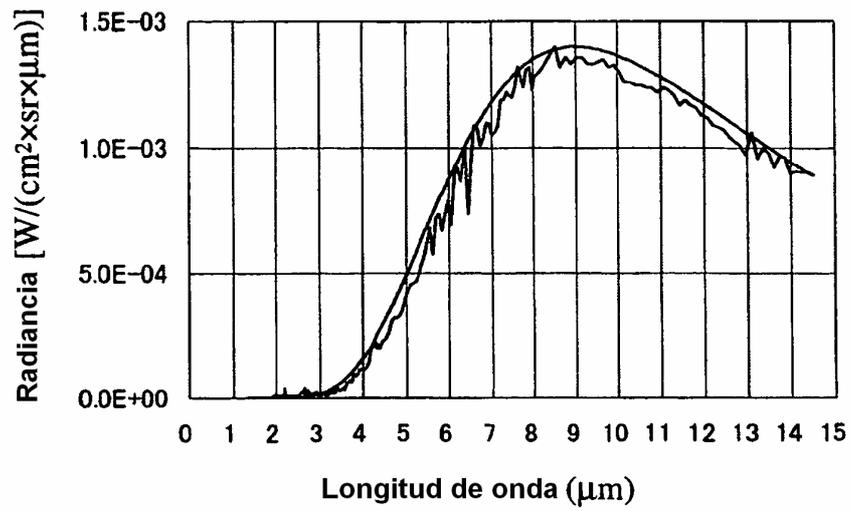


Fig. 6

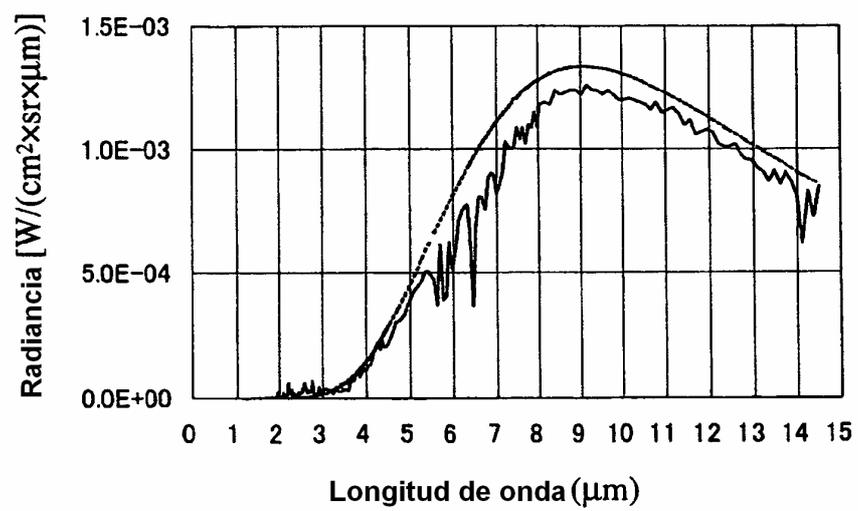


Fig. 7

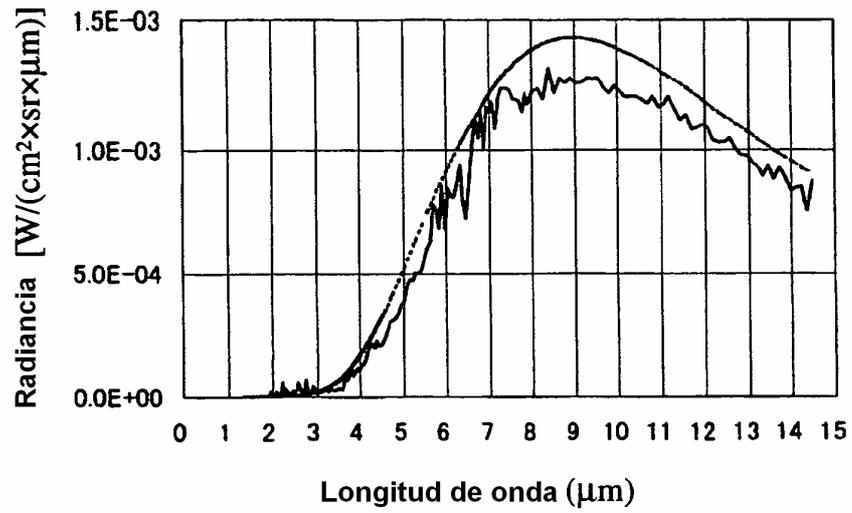


Fig. 8

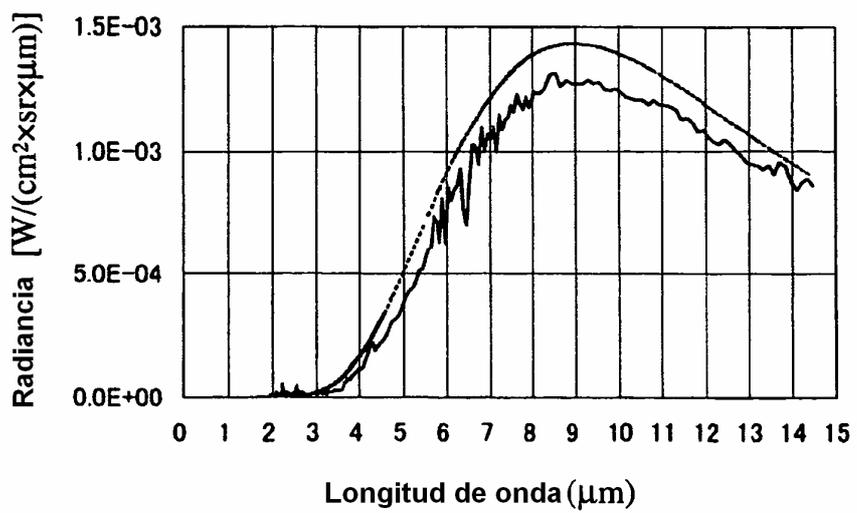


Fig. 9

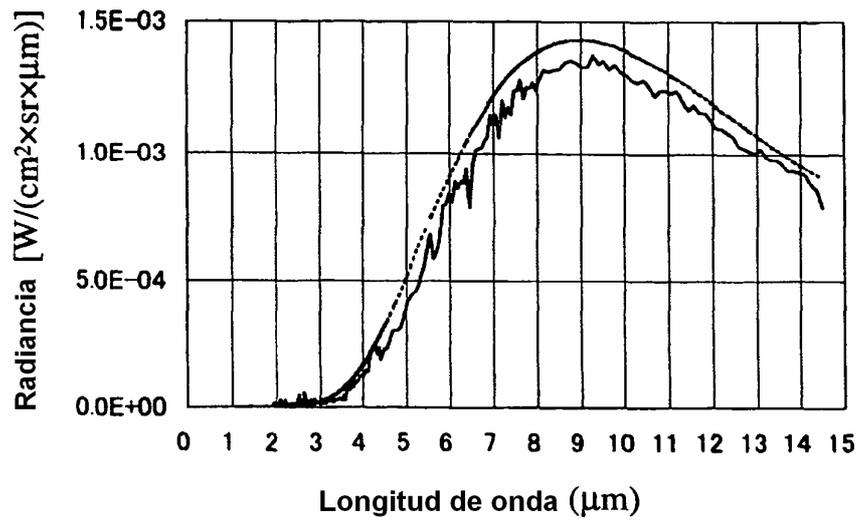


Fig. 10

