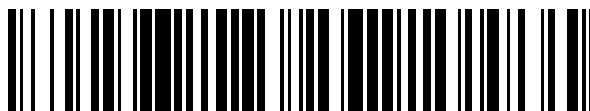


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 378 428**

51 Int. Cl.:

**D01F 6/00** (2006.01)

**D01F 8/00** (2006.01)

**D06M 11/00** (2006.01)

**D06M 13/00** (2006.01)

**C08L 101/00** (2006.01)

**D04H 1/00** (2006.01)

**D21H 15/00** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **03758770 .6**

96 Fecha de presentación: **22.10.2003**

97 Número de publicación de la solicitud: **1564315**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **17.08.2005**

54 Título: **Agregado de nanofibras, fibra de aleación de polímero, fibra híbrida, estructuras fibrosas y procedimientos para la producción de las mismas**

30 Prioridad:  
**23.10.2002 JP 2002308048**  
**30.10.2002 JP 2002315726**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**12.04.2012**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**12.04.2012**

73 Titular/es:  
**TORAY INDUSTRIES, INC.**  
**2-1, NIHONBASHI MUROMACHI 2-CHOME, CHUO-**  
**KU**  
**TOKYO 103-8666, JP**

72 Inventor/es:  
**OCHI, Takashi;**  
**KISHIRO, Akira y**  
**NONAKA, Shuichi**

74 Agente/Representante:  
**Zea Checa, Bernabé**

ES 2 378 428 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

Agregado de nanofibras, fibra de aleación de polímero, fibra híbrida, estructuras fibrosas y procedimientos para la producción de las mismas.

## Campo técnico

- 5 **[0001]** La presente invención se refiere a un agregado de nanofibras. Se refiere también a una fibra de aleación de polímero que sirve como precursor para el agregado de nanofibras. Adicionalmente, se refiere a una fibra híbrida y un material fibroso que incluye el agregado de nanofibras. La presente invención incluye también un procedimiento para fabricar los artículos mencionados anteriormente.

## Técnica anterior

- 10 **[0002]** Los polímeros fabricados por policondensación, tales como poliéster, tipificados por polietilentereftalato (en lo sucesivo en la presente memoria abreviado como PET) y polibutilentereftalato (en lo sucesivo en la presente memoria abreviado como PBT) y poliamida, tipificada por nylon 6 (en lo sucesivo en la presente memoria abreviado como N6) y nylon 66 (en lo sucesivo en la presente memoria abreviado como N66), se han usado preferentemente en aplicaciones tales como ropa y materiales industriales, debido a las propiedades mecánicas favorables y  
15 resistencia al calor de estas fibras. Los polímeros fabricados por polimerización por adición, tipificados por polietileno (en lo sucesivo en la presente memoria abreviado como PE) y polipropileno (en lo sucesivo en la presente memoria abreviado como PP), en contraste, se han usado preferentemente principalmente en aplicaciones industriales, debido a las propiedades mecánicas favorables, resistencia a compuestos químicos y ligereza de estas fibras.

- [0003]** La fibra de poliéster y la fibra de poliimida, en particular, se han usado en las aplicaciones para ropa y, por lo tanto, se han sometido a investigaciones exhaustivas no solo para modificar el polímero sino también para mejorar las propiedades, controlando la forma de la sección transversal de la fibra o usado una fibra extremadamente fina. Uno de dichos intentos dio como resultado fibras de poliéster ultrafinas fabricadas usando una fibra multicomponente de tipo isla en el mar, que se usó en una época de fabricación de nuevos productos de piel sintética, que tenían el tacto del ante. Estas fibras ultrafinas se han aplicado a la fabricación de telas ordinarias, y se usan en el desarrollo  
20 de telas que tienen una excelente sensación en las manos, como la piel de melocotón, que nunca habían podido obtenerse con las fibras ordinarias. Las fibras ultrafinas, aquellas que han encontrado aplicaciones no solo para telas sino también para artículos de uso doméstico, tales como paños de limpieza y materiales industriales, han asegurado su propia posición en el área de las fibras sintéticas hoy en día.

- [0004]** Recientemente, en particular, las aplicaciones de fibras ultrafinas se han expandido a telas con textura para la superficie de un disco duro de ordenador, como se describe en la Publicación de Patente No Examinada Japonesa N° 2001-1252, y suministros médicos, tales como material de adsorción celular, como se describe en la Publicación de Patente No Examinada Japonesa N° 2002-172163.  
30

- [0005]** Por consiguiente, ha habido una demanda de fibras finas adicionales para fabricar una piel sintética de mayor calidad y telas con un tacto excelente. Mientras tanto, para aumentar la capacidad de almacenamiento de un disco dura con una mayor densidad de grabación, es necesario hacer a la superficie del disco más suave, desde una rugosidad superficial media de 1 nm o mayor a la actual de 0,5 nm o menor. Para este fin, se han requerido nanofibras que tienen un espesor reducido adicionalmente para fabricar una tela con textura, para dar textura a la superficie del disco duro.  
35

- [0006]** En aplicaciones médicas, también se han demandado nanofibras que tienen el mismo tamaño que las fibras que constituyen órganos vivos, para mejorar la afinidad con las células vivas.  
40

- [0007]** Sin embargo, la presente tecnología de hilado multicomponente de islas en el mar tiene una limitación de 0,04 dtex (diámetro equivalente 2  $\mu\text{m}$ ) para mejorar la finura de la fibra individual, que no puede satisfacer completamente las necesidades para las nanofibras. Aunque los métodos para fabricar fibras ultrafinas a partir de fibras de combinación de polímeros se desvelan en la Publicación de Patente No Examinada Japonesa N° 3-113082 y en la Publicación de Patente No Examinada Japonesa N° 6-272114, una finura de fibra individual que puede conseguirse mediante estas tecnologías es de 0,01 dtex (equivalente a un diámetro de 0,4  $\mu\text{m}$ ) en el mejor de los casos, que tampoco puede satisfacer completamente las necesidades para las nanofibras.  
45

- [0008]** Un método de fabricación de una fibra ultrafina a partir de fibras de combinación de polímero usando una mezcladora estática se desvela en la Patente de Estados Unidos N° 4.686.074. Las fibras ultrafinas fabricadas mediante esta tecnología tampoco eran suficientemente finas para satisfacer las necesidades para las nanofibras.  
50

- [0009]** Mientras tanto, una tecnología denominada electrohilado ha estado en el punto de mira como una tecnología prometedora que puede fabricar fibras ultrafinas. El electrohilado es un procedimiento en el que un polímero se disuelve en una solución de electrolisis, y se extruye a través de una hilera mientras se aplica una alta tensión, en un intervalo de varios miles de voltios a treinta kilovoltios a la solución de polímero, para generar un chorro de alta velocidad de solución de polímero que posteriormente se desvía y expande, produciendo de esta  
55

manera las fibras ultrafinas. Esta tecnología puede producir, dependiendo de las circunstancias, hilos que tienen una finura de fibra individual del orden de  $10^{-5}$  dtex (equivalente a un diámetro de fibra individual de varios cientos de nanómetros), que es una centésima parte o menor en finura, y una décima parte o menor en diámetro, del hilo producido por la tecnología de combinación de polímero convencional. Aunque esta tecnología se aplica principalmente a un biopolímero, tal como colágeno, y un polímero soluble en agua, el electrohilado puede aplicarse también a un polímero termoplástico que está disuelto en un disolvente orgánico. Sin embargo, como se indica en Polymer, vol. 40, 4585 (1999), las cadenas que constituyen las fibras ultrafinas a menudo están conectadas mediante perlas (de aproximadamente  $0,5 \mu\text{m}$  de diámetro) que están formadas a partir de una gota de polímero estancada, dando como resultado de esta manera una gran dispersión de valores de finura de fibra individual en un agregado de fibras ultrafinas. Aunque se han hecho intentos para suprimir la generación de las perlas para generar una fibra de diámetro uniforme, aún sigue habiendo una dispersión significativa de los valores de finura de fibra individuales (Polymer, Vol. 43, 4403 (2002)). También, debido a que la forma del agregado de fibras obtenido por el electrohilado está limitada a un tejido no tejido, y los agregados de fibras obtenidos no están orientados ni cristalizados, en muchos casos, teniendo una resistencia mucho menor en comparación con los artículos fibrosos ordinarios, ha habido una limitación en la aplicación de la tecnología. Además, ha habido problemas tales como que los tamaños de los artículos fibrosos fabricados por el procedimiento de electrohilado están limitados a aproximadamente  $100 \text{ cm}^2$  como máximo y la productividad es tan baja como varios gramos por hora como mucho, que es bastante menor que con los procedimientos de hilado en estado fundido ordinarios. Adicionalmente, el requisito para la aplicación de una alta tensión y la tendencia de un disolvente orgánico y las fibras ultrafinas a quedar suspendidas en el aire eran problemas adicionales.

**[0010]** Un método atípico para fabricar nanofibras se desvela en Science, Vol. 285, 2113 (1999), de acuerdo con el cual un catalizador de polimerización está soportado sobre una sílice mesoporosa para polimerizar PE sobre el mismo, produciendo de esta manera virutas de nanofibras de PE que miden de 30 a 50 nm (equivalentes a  $5 \times 10^{-6}$  dtex a  $2 \times 10^{-5}$  dtex) de diámetro. Sin embargo, lo que puede obtenerse con este método es un mero agregado de tipo bola de nanofibras, que hace imposible estirar una fibra a partir del mismo. También, el polímero que puede procesarse con este método está limitado a PE fabricado por polimerización por adición. Los polímeros fabricados por policondensación, tales como poliéster y poliamida, requieren deshidratación en el procedimiento de polimerización, y hay una dificultad fundamental para aplicar el método a estas fibras. De esta manera, ha habido obstáculos significativos para la aplicación práctica de las nanofibras obtenidas por este método. El documento JP-A-1282390 desvela fibras de intercambio de iones ultrafinas con un diámetro de  $0,00001$  a  $0,1 \mu\text{m}$ .

#### Divulgación de la invención

**[0011]** La presente invención proporciona un agregado de nanofibras que tiene menor dispersión de los valores de finura de fibra individual que el que puede usarse en aplicaciones amplias, sin limitación a la forma y clase de polímero, y un método de fabricación de los mismos.

**[0012]** La presente invención abarca las siguientes constituciones.

- (1) Un agregado de nanofibras fabricado de un polímero termoplástico, en el que la finura de fibra individual promedio en número está en un intervalo de  $1 \times 10^{-7}$  a  $2 \times 10^{-4}$  dtex, y el 60% de las fibras individuales, en proporción de finura, o más de las fibras individuales están en un intervalo de  $1 \times 10^{-7}$  a  $2 \times 10^{-4}$  dtex en finura de fibra individual.
- (2) El agregado de nanofibras de acuerdo con (1), que tiene una morfología de tipo hilo filamentosos y/o una morfología de tipo hilo hilado.
- (3) El agregado de nanofibras de acuerdo con (1) o (2), en el que la finura de fibra individual promedio en número está en el intervalo de  $1 \times 10^{-7}$  a  $1 \times 10^{-4}$  dtex, y el 60% de las fibras individuales, en proporción de finura, o más de las fibras individuales están en un intervalo de  $1 \times 10^{-7}$  a  $2 \times 10^{-4}$  dtex en finura de fibra individual.
- (4) El agregado de nanofibras de acuerdo con uno cualquiera de (1) a (3), en el que 50% de las fibras individuales, en proporción de finura, o más de las fibras individuales que constituyen el agregado de nanofibras están en una sección que tiene una anchura de 30 nm de diámetro de las fibras individuales.
- (5) El agregado de nanofibras de acuerdo con uno cualquiera de (1) a (4), en el que el polímero termoplástico comprende un polímero preparado por policondensación.
- (6) El agregado de nanofibras de acuerdo con uno cualquiera de (1) a (5), en el que el polímero termoplástico tiene un punto de fusión de  $160 \text{ }^\circ\text{C}$  o mayor.
- (7) El agregado de nanofibras de acuerdo con uno cualquiera de (1) a (6), en el que el polímero termoplástico comprende uno seleccionado entre poliéster, poliamida y poliolefina.
- (8) El agregado de nanofibras de acuerdo con uno cualquiera de (1) a (7), que tiene una resistencia de 1

cN/dtex o mayor.

(9) El agregado de nanofibras de acuerdo con uno cualquiera de (1) a (8), que tiene una proporción de adsorción de humedad del 4% o mayor.

5 (10) El agregado de nanofibras de acuerdo con uno cualquiera de (1) a (9), que tiene una tasa de alargamiento al absorber agua del 5% o mayor en la dirección longitudinal del hilo.

(11) El agregado de nanofibras de acuerdo con uno cualquiera de (1) a (10), que contiene un agente químico funcional.

(12) Un material fibroso que incluye el agregado de nanofibras de acuerdo con uno cualquiera de (1) a (11).

10 (13) El material fibroso de acuerdo con (12), en el que la masa por área unitaria de la fibra está en el intervalo de 20 a 2000 g/m<sup>2</sup>.

(14) El material fibroso de acuerdo con (12) o (13), en el que el agregado de nanofibras está encapsulado en un espacio hueco de una fibra hueca.

(15) El material fibroso de acuerdo con (14), en el que la fibra hueca tiene una multitud de poros que miden 100 nm o menor de diámetro en la dirección longitudinal.

15 (16) El material fibroso de acuerdo con uno cualquiera de (12) a (15), que contiene un agente químico funcional.

(17) El material fibroso de acuerdo con uno cualquiera de (12) a (16), en el que el material fibroso se selecciona entre hilos, una bola de fibras cortadas, paquete, tejido tejido, tejido tricotado, fieltro, tejido no tejido, piel sintética y láminas.

20 (18) El material fibroso de acuerdo con (17), en el que el material fibroso es un tejido no tejido laminado, fabricado apilando una lámina de tejido no tejido que incluye el agregado de nanofibras y una lámina de otro tejido no tejido.

25 (19) El material fibroso de acuerdo con uno cualquiera de (12) a (18), en el que el material fibroso es un artículo fibroso seleccionado entre ropa, materiales para ropa, productos para interior, productos para interior de vehículo, artículos de uso doméstico, materiales relacionados con el medio ambiente, materiales industriales, componentes IT y dispositivos médicos.

(20) Un líquido que contienen el agregado de nanofibras de acuerdo con uno cualquiera de (1) a (11) dispersado en su interior.

30 (21) Una fibra de aleación de polímero adecuada para su uso como un precursor para un agregado de nanofibras de acuerdo con (1), que tiene una estructura de islas en el mar que consiste en dos o más clases de polímeros orgánicos de diferentes niveles de solubilidad, en el que el componente de isla está fabricado de un polímero de baja solubilidad, que es un polímero termoplástico, y el componente de mar está fabricado de un polímero de alta solubilidad, estando un diámetro de los dominios de isla promedio en número en el intervalo de 1 a 150 nm, el 60% o más los dominios de isla en proporción de área tienen tamaños en un intervalo de 1 a 35 150 nm de diámetro, y los componentes de isla están distribuidos en configuración lineal.

(22) La fibra de aleación de polímero de acuerdo con (21), en la que un diámetro de los dominios de isla promedio en número está en un intervalo de 1 a 100 nm y el 60%, en proporción de área, o más de los dominios de isla están en un intervalo de 1 a 100 nm de diámetro de los dominios de isla.

40 (23) La fibra de aleación de polímero de acuerdo con (21) o (22), en la que, entre los dominios de isla incluidos en la fibra de aleación de polímero, el 60% en proporción de área o más de los dominios de isla están en una sección que tiene un anchura de 30 nm de diámetro de los dominios de isla.

(24) La fibra de aleación de polímero de acuerdo con uno cualquiera de (21) a (23), en el que el contenido del componente de isla está en un intervalo del 10 al 30% en peso de toda la fibra.

45 (25) La fibra de aleación de polímero de acuerdo con uno cualquiera de (21) a (24), en el que el componente de mar está fabricado de un polímero que es altamente soluble en una solución alcalina acuosa o en agua caliente.

(26) La fibra de aleación de polímero de acuerdo con uno cualquiera de (21) a (25), en la que el componente de isla tiene un punto de fusión de 160 °C o mayor.

(27) Una fibra de aleación de polímero que es una fibra conjugada de la aleación de polímero de acuerdo con

uno cualquiera de (21) a (26) y otro polímero que están conjugados juntos.

(28) La fibra de aleación de polímero de acuerdo con uno cualquiera de (21) a (27), en la que el valor de CR, que es una medida de las características de rizado, es del 20% o mayor, y el número de ondulaciones es de cinco a 25 mm o mayor.

5 (29) La fibra de aleación de polímero de acuerdo con uno cualquiera de (21) a (28), en la que la irregularidad Uster es del 5% o menor.

(30) La fibra de aleación de polímero de acuerdo con uno cualquiera de (21) a (29), que tiene una resistencia de 1,0 cN/dtex o mayor.

10 (31) Un material fibroso que incluye la fibra de aleación de polímero de acuerdo con uno cualquiera de (21) a (30).

(32) El material fibroso de acuerdo con (31), en el que el material fibroso se selecciona entre hilos, una bola de fibras cortadas, paquete, tejido tejido, tejido tricotado, fieltro, tejido no tejido, piel sintética y láminas.

(33) El material fibroso de acuerdo con (31) o (32), que incluye las fibras de aleación de polímero y otras fibras.

15 (34) El material fibroso de acuerdo con uno cualquiera de (31) a (33), en el que el material fibroso es un artículo fibroso seleccionado entre ropas, materiales para ropa, productos para interior, productos para el interior de vehículo, artículos de uso doméstico, materiales relacionado con el medio ambiente, materiales industriales, componentes IT y dispositivos médicos.

20 (35) Un método de fabricación de una fibra de aleación de polímero de acuerdo con (21) anterior, por hilado en estado fundido de una aleación de polímero que se fabrica combinando, en estado fundido, un polímero de baja solubilidad y un polímero de alta solubilidad, en el que se satisfacen las siguientes condiciones (1) a (3):

(1) el polímero de baja solubilidad y el polímero de alta solubilidad, que se han pesado independientemente, se alimentan por separado en una amasadora y se combinan en condiciones de estado fundido;

25 (2) el contenido de polímero de baja solubilidad en la aleación de polímero está en un intervalo del 10 al 50% en peso; y

(3) la viscosidad en estado fundido del polímero de alta solubilidad es de 100 Pa.s o menor, o la diferencia del punto de fusión entre el polímero de alta solubilidad y el polímero de baja solubilidad está en un intervalo de -20 a +20 GRADOS C.

30 (36) El método de fabricación de una fibra de aleación de polímero de acuerdo con (35), en el que la mezcla en estado fundido se realiza en una amasadora de extrusión de doble tornillo, y la longitud de la sección de amasado de la amasadora de extrusión de doble tornillo es del 20 al 40% de la longitud eficaz de un tornillo.

(37) El método de fabricación de una fibra de aleación de polímero de acuerdo con (35), en el que la mezcla en estado fundido se realiza en una mezcladora estática, y el número de divisiones realizadas en la mezcladora estática es de  $1 \times 10^{<sup>6</sup>}$  o mayor.

35 (38) El método de fabricación de una fibra de aleación de polímero de acuerdo con uno cualquiera de (35) a (37), en el que las tensiones de cizalla generadas entre una pared del orificio de una hilera y el polímero mediante la operación de hilado en estado fundido es de 0,2 MPa o menor.

40 (39) Un método de fabricación de una fibra híbrida, en el que un agregado de nanofibras de acuerdo con uno cualquiera de (1) a (11) está impregnado con un monómero orgánico y, posteriormente, el monómero orgánico se polimeriza.

(40) Un método de fabricación de un material fibroso en el que el material fibroso de acuerdo con uno cualquiera de (12) a (19) anteriores está impregnado con un monómero orgánico y, posteriormente, el monómero orgánico se polimeriza.

#### Breve descripción de los dibujos

45 [0013]

La Figura 1 es una micrografía TEM que muestra una sección transversal de las fibras de un agregado de nanofibras de nylon de acuerdo con el Ejemplo 1 de la presente invención.

La Figura 2 es una micrografía TEM que muestra una sección transversal de las fibras de aleación de polímero de acuerdo con el Ejemplo 1 de la presente invención.

La Figura 3 es una micrografía SEM que muestra el estado de la vista lateral de las fibras de un agregado de nanofibras de acuerdo con el Ejemplo 1 de la presente invención.

La Figura 4 es una micrografía óptica que muestra el estado de una vista lateral de las fibras del agregado de nanofibras de acuerdo con el Ejemplo 1 de la presente invención.

5 La Figura 5 es un gráfico que muestra la dispersión de los valores de finura de fibra individual de las nanofibras de acuerdo con el Ejemplo 1 de la presente invención.

La Figura 6 es un gráfico que muestra la dispersión de los valores de finura de fibra individual de las nanofibras de acuerdo con el Ejemplo 1 de la presente invención.

10 La Figura 7 es un gráfico que muestra la dispersión de los valores de finura de fibra individual de las fibras ultrafinas de acuerdo con el Ejemplo Comparativo 4.

La Figura 8 es un gráfico que muestra la dispersión de los valores de finura de fibra individual de las fibras ultrafinas de acuerdo con el Ejemplo Comparativo 4.

La Figura 9 es un gráfico que muestra la dispersión de los valores de finura de fibra individual de fibras ultrafinas de acuerdo con el Ejemplo Comparativo 5.

15 La Figura 10 es un gráfico que muestra la dispersión de los valores de finura de fibra individual de las fibras ultrafinas de acuerdo con el Ejemplo Comparativo 5.

La Figura 11 es un gráfico que muestra un alargamiento/contracción reversible al absorber agua en el Ejemplo 1 de la presente invención.

La Figura 12 es un diagrama que muestra una máquina de hilado.

20 La Figura 13 es un diagrama que muestra una hilera.

La Figura 14 es un diagrama que muestra una máquina de estirado.

La Figura 15 es un diagrama que muestra una máquina de hilado.

La Figura 16 es un diagrama que muestra una máquina de hilado.

La Figura 17 es un diagrama que muestra una máquina de hilado.

25 La Figura 18 es un diagrama que muestra una máquina de hilado por enlace hilado.

La Figura 19 es un gráfico que muestra una proporción de eliminación de amoníaco.

La Figura 20 es un gráfico que muestra una proporción de eliminación de formaldehído.

La Figura 21 es un gráfico que muestra una proporción de eliminación de tolueno.

La Figura 22 es un gráfico que muestra una proporción de eliminación de sulfuro de hidrógeno.

30 <Descripción de los Números de Referencia>

**[0014]**

1: tolva

2: sección de fusión

3: bloque de hilado

35 4: paquete de hilado

5: hilera

6: equipo de enfriamiento

7: línea de formación de hebras

8: guía de acabado y recogida de hebras

40 9: primer rodillo de recogida

- 10: segundo rodillo de recogida
- 11: hilo enrollado
- 12: sección de pesado
- 13: longitud del orificio
- 5 14: diámetro del orificio
- 15: hilo desenrollado
- 16: rodillo de alimentación
- 17: primer rodillo caliente
- 18: segundo rodillo caliente
- 10 19: tercer rodillo (temperatura ambiente)
- 20: hilo estirado
- 21: amasadora de extrusión de un solo tornillo
- 22: mezcladora estática
- 23: amasadora de extrusión de doble tornillo
- 15 24: máquina de pesado de virutas
- 25: tanque de mezclado
- 26: eyector
- 27: placa de separación de fibra
- 28: línea separada de hebras
- 20 29: colector

#### Mejor modo para realizar la invención

**[0015]** Los polímeros termoplásticos que pueden usarse preferentemente para la fabricación del agregado de nanofibras de la presente invención incluyen poliéster, poliamida, poliolefina, sulfuro de polifenileno y similares. Entre estos, los polímeros de policondensación tipificados por poliéster y poliamida son preferibles porque muchos de los mismos tienen altos puntos de fusión. El polímero tiene un punto de fusión preferentemente de 160 °C o mayor, que hace a la nanofibra satisfactoria respecto a resistencia al calor. Por ejemplo, el punto de fusión de ácido poliláctico (en lo sucesivo en la presente memoria abreviado como PLA) es 170 °C, el de PET es 255 °C y el de N6 es 220 °C. El polímero puede incluir partículas, agentes retardantes de llama, agentes antiestáticos o similares añadidos al mismo. El polímero puede estar copolimerizado también con otro componente en una extensión tal que las propiedades del polímero no se vean comprometidas.

**[0016]** La nanofibra mencionada en la presente invención es una fibra que tiene un diámetro de fibra individual en el intervalo de 1 a 250 nm. Un agregado de dichas fibras se denomina el agregado de nanofibras.

**[0017]** De acuerdo con la presente invención, un valor medio y dispersión de los valores de finura de fibra individual en el agregado de nanofibras son factores importantes. Un diámetro de fibra individual se mide para 300 o más fibras individuales, que se han muestreado aleatoriamente en la misma sección transversal, por observación de la sección transversal del agregado de nanofibras con un microscopio electrónico de transmisión (TEM). Un ejemplo de la micrografía de la sección transversal de la nanofibra de la presente invención se muestra en la Figura 1. Esta medición se realiza en al menos cinco sitios, para medir los diámetros de 1500 o más fibras individuales en total, determinando de esta manera el valor medio y la dispersión de los valores de finura de fibra individual en el agregado de nanofibras. Las posiciones para realizar estas mediciones preferentemente están separadas por una distancia de 10 m o más entre sí, para asegurar la uniformidad del artículo fibroso a fabricar a partir del agregado de nanofibras.

**[0018]** El valor medio de la finura de fibra individual se determina de la siguiente manera. La finura se calcula a partir del diámetro medido de la fibra individual y la densidad del polímero que constituye la fibra individual, y estos valores se promedian. Este valor medio se denomina "la finura de fibra individual promedio en número" en la

presente invención. El valor de densidad usado habitualmente para el polímero se usa en el cálculo. De acuerdo con la presente invención, es importante que la finura de fibra individual promedio en número esté en un intervalo de  $1 \times 10^{-7}$  a  $2 \times 10^{-4}$  dtex (equivalente a un diámetro de fibra individual de 1 a 150 nm). Esto es tan fino como 1/100 a 1/100000 el de la fibra ultrafina fabricada a partir de la fibra multicomponente de islas en el mar convencional, y permite fabricar un tejido para ropa que tiene una sensación al tacto completamente diferente de la de las fibras ultrafinas de la técnica anterior. Cuando se usa como una tela para dar textura para disco duro, puede hacer a la superficie del disco duro mucho más suave que en la técnica anterior. La finura de fibra individual promedio en número está preferentemente en un intervalo de  $1 \times 10^{-7}$  a  $1 \times 10^{-4}$  dtex (equivalente a un diámetro de fibra individual de 1 a 100 nm) y, más preferentemente, en un intervalo de  $0,8 \times 10^{-5}$  a  $6 \times 10^{-5}$  dtex (equivalente a un diámetro de fibra individual de 30 a 80 nm).

**[0019]** La dispersión de los valores de finura de fibra individual de las nanofibras se evalúa de la siguiente manera. Se totaliza la finura de fibra individual  $dt_i$  de cada fibra individual para obtener la finura total ( $dt_1 + dt_2 + \dots + dt_n$ ). El producto de un valor de finura de fibra individual y el número de nanofibras que tienen este mismo valor de finura, dividido por la finura total se denomina proporción de finura de este valor de finura de fibra individual. La proporción de finura corresponde a la proporción en peso (proporción en volumen) de cada componente de finura de fibra individual a la población (agregado de nanofibras). Cuando mayor es la proporción de finura, mayor es la contribución que el componente de finura de fibra individual tiene a la propiedad del agregado de nanofibras. De acuerdo con la presente invención, es importante que el 60% de las fibras individuales %, en proporción de finura, o más de las fibras individuales estén en un intervalo de  $1 \times 10^{-7}$  a  $2 \times 10^{-4}$  dtex en finura de fibra individual (equivalente a un diámetro de fibra individual de 1 a 150 nm). Esto significa que las nanofibras mayores de  $2 \times 10^{-4}$  dtex (equivalente a un diámetro de fibra individual de 150 nm) son sustancialmente no existentes.

**[0020]** El documento mencionado anteriormente de Patente de Estados Unidos N° 4.686.074 desvela un método de fabricación de fibras ultrafinas a partir de fibras de combinación de polímero usando una mezcladora estática. Se supone que una nanofibra que tiene una finura de fibra individual teórica de  $1 \times 10^{-4}$  dtex (diámetro equivalente 100 nm) podría obtenerse a partir del cálculo usando el número de divisiones de la mezcladora estática. Sin embargo, se describe que la medición real de las fibras ultrafinas mostraba finuras de fibra individual que estaban en un intervalo de  $1 \times 10^{-4}$  a  $1 \times 10^{-2}$  dtex (equivalente a un diámetro de aproximadamente 1  $\mu\text{m}$ ), indicando que las nanofibras de diámetros de fibra individual uniforme no podían obtenerse. Se supone que esto ocurre porque las islas de polímero unidas en la fibra de mezcla de combinación de polímero y las islas de polímero del orden de nanómetros no podían distribuirse uniformemente. De esta manera, esta tecnología da como resultado solo fibras ultrafinas que tenían una gran dispersión de los valores de finura de fibra individual. Cuando la dispersión de los valores de finura de fibra individual es grande, el rendimiento del producto está gobernado por el espesor de las fibras individuales y, por lo tanto, el mérito de la fibra ultrafina no puede alcanzar su máxima expresión. También hay un problema en la estabilidad de la calidad debido a la gran dispersión de los valores de finura de fibra individual. Cuando estas fibras se usan para fabricar la tela con textura para disco duro, la gran dispersión de valores de finura hace imposible llevar partículas abrasivas uniformemente sobre la tela con textura, dando como resultado de esta manera un problema tal que la suavidad de la superficie del disco duro se ve comprometida, lo contrario de la intención inicial.

**[0021]** El agregado de nanofibras de la presente invención, en contraste, puede demostrar en gran medida las funciones de la nanofibra debido a la pequeña dispersión de los valores de finura de fibra individual y permite fabricar artículos que tienen una alta estabilidad de calidad. Cuando se usa para fabricar la tela con textura para superficie de disco duro, la pequeña dispersión de los valores de finura del agregado de nanofibras le permite llevar partículas abrasivas uniformemente sobre la tela con textura, dando como resultado de esta manera una mejora drástica en la suavidad de la superficie del disco duro. El 60% de las fibras individuales, en proporción de finura, o más, están preferentemente en un intervalo de  $1 \times 10^{-7}$  a  $1 \times 10^{-4}$  dtex (equivalente a un diámetro de fibra individual de 1 a 100 nm), más preferentemente en un intervalo de  $1 \times 10^{-7}$  a  $6 \times 10^{-5}$  dtex (equivalente a un diámetro de fibra individual de 1 a 80 nm). Adicionalmente más preferentemente, el 75% de las fibras individuales, en proporción de finura, o más, están preferentemente en un intervalo de  $1 \times 10^{-7}$  a  $6 \times 10^{-5}$  dtex (equivalente a un diámetro de fibra individual de 1 a 80 nm).

**[0022]** Otra medida de la dispersión de los valores de finura es la proporción de finura en las fibras individuales que están dentro de una sección que tiene una anchura de 30 nm de diámetro de la fibra individual. Como se ha descrito anteriormente, el número de fibras individuales se cuenta para cada diámetro de la fibra individual, y la proporción de finura total de las fibras individuales que está dentro de la sección que tiene una anchura de 30 nm de la mayor frecuencia se define como la proporción de finura de las fibras individuales que están en la sección que tiene una anchura de 30 nm. La proporción de finura representa la concentración de valores de finura alrededor de la finura media. Cuanto mayor sea la proporción de finura de la sección, menor será la dispersión. De acuerdo con la presente invención, la proporción de finura de las fibras individuales que están dentro de la sección que tiene una anchura de 30 nm es preferentemente del 50% o mayor, más preferentemente el 70% o mayor.

**[0023]** De acuerdo con la presente invención, es preferible que el agregado de nanofibras comprenda una morfología de tipo hilo filamentosos y/o una morfología de tipo hilo hilado. La expresión morfología de tipo hilo filamentosos y/o morfología de tipo de tipo hilado significa un estado tal de un agregado de una pluralidad de nanofibras que están orientadas unidimensionalmente, que continúa a lo largo de una longitud definida, tal como en



un multifilamento o hilo hilado. Una fotografía de la vista lateral del agregado de nanofibras de la presente invención se muestra en la Figura 3. Un tejido no tejido fabricado por electrohilado tiene una forma totalmente diferente del agregado bidimensional donde las nanofibras están dispuestas sin ninguna orientación. La presente invención tiene novedad en que el agregado de nanofibras tiene orientación unidimensional. La longitud del agregado de nanofibras de la presente invención es preferentemente de varios metros o mayor, en el caso de los multifilamentos convencionales. Esta constitución posibilita fabricar diversos materiales fibrosos, tales como fibras cortas, tejidos no tejidos y artículos formados por compresión térmica, así como tejido tejido y tejido tricotado.

**[0024]** El agregado de nanofibras de la presente invención, debido a que el diámetro de la fibra individual es tan pequeño como 1/10 a 1/100 de el de la fibra ultrafina de la técnica anterior, ha aumentado drásticamente el área superficial específica. Como resultado, demuestra propiedades características de nanofibra que las fibras ultrafinas convencionales no mostraban.

**[0025]** Por ejemplo, el agregado de nanofibras muestra una capacidad de adsorción muy mejorada. En una comparación de la capacidad de absorción de vapor de agua, en concreto la capacidad de absorción de humedad entre el agregado de poliamida de nanofibras de la presente invención y el hilo de poliamida ultrafino convencional, el agregado de poliamida de nanofibras de la presente invención mostró una proporción de adsorción de humedad tan alta como 6%, mientras que el hilo de poliamida ultrafino convencional tiene la proporción de adsorción de humedad de aproximadamente 2%. De acuerdo con la presente invención, la proporción de adsorción de humedad es preferentemente del 4% o mayor. El método para medir la proporción de adsorción de humedad ( $\Delta MR$ ) se describirá posteriormente.

**[0026]** El agregado de nanofibras de la presente invención también tiene una gran capacidad para adsorber materiales olorosos, tales como ácido acético, amoniaco y sulfuro de hidrógeno, y es superior tanto en la proporción de adsorción de olor como en la tasa de adsorción de olor. Aparte de los materiales olorosos, el agregado de nanofibras puede adsorber también materiales peligrosos, tales como formaldehído, que es uno de los materiales que provoca síndrome de casa enferma, compuestos químicos de alteración hormonal y compuestos metálicos pesados.

**[0027]** Además, puesto que el agregado de nanofibras de la presente invención tiene numerosos huecos que miden varios nanómetros a varios cientos de nanómetros entre las fibras individuales, el agregado de nanofibras puede demostrar una propiedad única tal como un material ultraporoso.

**[0028]** Por ejemplo, el agregado de nanofibras muestra una capacidad de absorción del líquido muy mejorada. En una comparación de la capacidad de absorción de agua entre las nanofibras de poliamida de la presente invención y la fibra de poliamida convencional, aunque la fibra de poliamida convencional tiene una proporción de absorción de agua de aproximadamente 26%, las nanofibras de poliamida de la presente invención mostraban una proporción de absorción de agua tan alta como el 83% en algunos casos, más de tres veces la de la primera. Adicionalmente, aunque las fibras ultrafinas de poliamida convencionales muestran una tasa de alargamiento al absorber agua de aproximadamente 3% en la dirección longitudinal del hilo, el agregado de nanofibras de poliamida de la presente invención puede mostrar una tasa de alargamiento de absorción de agua del 7%. Además, el agregado de nanofibras vuelve a la longitud original cuando se seca después del alargamiento al absorber agua, siendo reversible el cambio de tamaño. El alargamiento reversible en la dirección longitudinal del hilo tras la absorción de agua/secado es una propiedad importante en vista de la capacidad de liberación de manchas de la tela. De acuerdo con la presente invención, la proporción de alargamiento es preferentemente del 5% o mayor. La capacidad de liberación de manchas se refiere a la capacidad de la tela para expulsar una mancha cuando se lava. Puesto que el agregado de nanofibras se alarga en la dirección longitudinal del hilo después de absorber agua con los huecos entre las fibras (espacio entre las fibras) en el tejido tejido o el tejido tricotado que se expande, las manchas pegadas a las fibras pueden eliminarse fácilmente.

**[0029]** El agregado de nanofibras de la presente invención, cuando se usa en aplicaciones para ropa, puede producir artículos fibrosos que tienen un tacto excelente, tal como el lustre de la seda o la sensación seca del rayón. Adicionalmente, los artículos fibrosos que tienen un tacto ultrasuave como la piel de melocotón o un tacto suave y húmedo como la piel humana, que nunca se habían realizado, pueden proporcionarse separando las nanofibras del agregado de nanofibras por pulido u otro procedimiento.

**[0030]** El agregado de nanofibras de la presente invención preferentemente se ha cristalizado con un orden de orientación. El grado de cristalización con orden de orientación puede evaluarse mediante difracción de rayos X de ángulo ancho (WAXD). Es preferible que el grado de cristalización sea del 25% o mayor, según se mide por el método de Rouland, para suprimir la proporción de contracción térmica de la fibra y mejorar la estabilidad dimensional. El grado de cristalización es preferentemente de 0,8 o mayor, lo que indica moléculas bien orientadas y permite mejorar la resistencia de las fibras.

**[0031]** La resistencia del agregado de nanofibras de la presente invención preferentemente es de 1 cN/dtex o mayor, que hace posible mejorar las propiedades mecánicas de los artículos fibrosos. La resistencia del agregado de nanofibras es más preferentemente de 2 cN/dtex o mayor. Aunque la proporción de contracción térmica del

agregado de nanofibras de la presente invención puede variarse de acuerdo con la aplicación, la contracción térmica en el secado a 140 °C, preferentemente, es del 10% o menor cuando se aplica a aplicaciones para ropa.

- [0032]** Pueden formarse diversos materiales fibrosos a partir del agregado de nanofibras de la presente invención. El término material fibroso se refiere a los materiales fibrosos en general con estructura unidimensional, bidimensional o tridimensional. Los ejemplos del material fibroso unidimensional incluyen fibra larga, fibra corta, hilo hilado y varillas y similares. Los ejemplos del material fibroso bidimensional incluyen telas, tal como un tejido tejido o tricotado, tejido no tejido, láminas y similares. Los ejemplos del material fibroso tridimensional incluyen telas, redes, artículos formados térmicamente y una bolita de fibras cortadas y similares. Un módulo o un producto final fabricado combinando cualquiera de estos con otro material se incluye también en esta categoría.
- 10 **[0033]** Es preferible que el material de la presente invención incluya 10% en peso o más de agregado de nanofibras, que posibilita hacer un uso total de las excelentes funciones de la nanofibra, tal como la capacidad de adsorción. El contenido del agregado de nanofibras es más preferentemente 50% en peso o mayor.
- [0034]** Cuando el agregado de nanofibras se usa en una aplicación tal que requiere la capacidad de retener la forma del artículo y la durabilidad después del lavado, en particular, la masa por área unitaria de la fibra está preferentemente en un intervalo de 20 a 2000 g/m<sup>2</sup>. La masa por área unitaria de la fibra es el peso de fibra dividido por el área de la porción de fibra. El tejido puede ser de peso más ligero cuando la masa por área unitaria de la fibra se hace menor, aunque da como resultado una estructura suelta que tiene una menor estabilidad dimensional y durabilidad. Un valor mayor de masa por área unitaria de la fibra significa un peso más pesado, aunque la estructura se hace más robusta cuanto mayor sea la estabilidad dimensional y mayor la durabilidad. De acuerdo con la presente invención, puesto que el uso de la nanofibra es probable que de como resultado una menor estabilidad dimensional y una menor durabilidad, es preferible ajustar la masa por área unitaria de la fibra a 20 g/m<sup>2</sup> o mayor para mantener la estabilidad dimensional y durabilidad a niveles satisfactorios. Puede mantenerse también un cierto nivel de ligereza, ajustando la masa por área unitaria de la fibra a 2000 g/m<sup>2</sup> o menor. Aunque el valor óptimo de la masa por área unitaria de la fibra varía dependiendo del tipo del producto, es preferible que el tejido no tejido o similar usado en el envasado sea tan ligero como 25 a 40 g/m<sup>2</sup>, el tejido para ropa sea de 50 a 200 g/m<sup>2</sup>, el tejido para cortinas o similar sea de 100 a 250 g/m<sup>2</sup>, el tejido para asientos de coche sea de 100 a 350 g/m<sup>2</sup> y un artículo pesado, tal como una alfombra, de 1000 a 1500 g/m<sup>2</sup>. La masa por área unitaria de la fibra de un artículo que requiere lavado, en particular, es preferentemente 50 g/m<sup>2</sup> o mayor, para evitar que el artículo se deforme durante el lavado.
- 20 **[0035]** El material fibroso que incluye el agregado de nanofibras de la presente invención puede ser un artículo intermedio, tal como un hilo, una bola de fibras cortadas, paquete, tejido tejido, tejido tricotado, fieltro, tejido no tejido, piel sintética o lámina. Puede usarse también preferentemente como un artículo fibroso, tal como una ropa, materiales para ropa, productos para interior, productos para interior de vehículo, artículos de uso doméstico (paños de limpieza, cosméticos y artículos para el tratamiento de belleza, productos higiénicos, juguetes, etc.), materiales relacionados con el medio ambiente e industriales (material de construcción, tela para dar textura, filtros, dispositivos para eliminar materiales peligrosos, etc.), componentes IT (componente detector, componente de batería, componentes de robots, etc.) y dispositivos médicos (filtro para sangre, columna de circulación extrasomática, andamiaje, vendajes para heridas, vasos sanguíneos artificiales, dispositivos de administración de fármacos, etc.).
- 30 **[0036]** La mayoría de las aplicaciones descritas anteriormente no pueden atenderse mediante el tejido no tejido que se fabrica a partir de las nanofibras fabricadas por el procedimiento de electrohilado, debido a una resistencia insuficiente, baja estabilidad dimensional o tamaño insuficiente, pero pueden atenderse únicamente por el agregado de nanofibras de la presente invención. Por ejemplo, la ropa, productos para el interior, productos para el interior de vehículo, tela con textura, filtro y diversos componentes IT requieren potencia y, por lo tanto, pueden tener requisitos de los mismos satisfechos solo por el agregado de nanofibras de la presente invención que tiene una alta resistencia del hilo.
- 40 **[0037]** También, los requisitos de la mayoría de aplicaciones descritas anteriormente no pueden satisfacerse por las microfibras de la técnica anterior debido a que tienen una adsorción o una capacidad de absorción de líquido insuficientes, o un tamaño insuficiente que conduce a una baja potencia para dar textura o rendimiento de limpieza.
- 45 **[0038]** Resumiendo, diversos problemas de las microfibras de la técnica anterior y el tejido no tejido fabricado por electrohilado pueden resolverse mediante el uso del agregado de nanofibras de la presente invención, o artículos fabricados como derivados del mismo.
- [0039]** También es preferible encapsular los agregados de nanofibras de la presente invención en el espacio hueco de una fibra hueca, lo que mejora la estabilidad de forma de la fibra y el rendimiento de desarrollo de color de un artículo teñido. Esto se debe a que la encapsulación evita que ocurra la agregación excesiva de las nanofibras, evitando de esta manera que se reduzcan las buenas propiedades que son intrínsecas a la nanofibra. Adicionalmente, en la estructura encapsulada, las nanofibras en el espacio hueco absorben una fuerza de torsión de la fibra y una presión aplicada a la cara lateral de la fibra como una almohadilla, para desarrollar un tacto suave único como el de la esponja dulce. De esta manera el agregado de nanofibras en la presente invención es muy útil
- 55

para dichas aplicaciones tales como ropa, productos para interior, productos para interior de vehículo, materiales para ropa y artículos de uso doméstico.

**[0040]** La densidad del polímero para la fibra hueca usada como la cápsula preferentemente es de 1,25 g/cm<sup>3</sup> o menor, lo que permite que las nanofibras encapsuladas en el espacio hueco demuestren totalmente la capacidad de adsorción y capacidad de absorción de líquido. Esto se debe a la baja densidad de la fibra hueca significa un mayor espacio entre las cadenas moleculares de polímero, lo que hace más fácil que diversos líquidos pasen a través de las mismas. Los polímeros que se usan preferentemente incluyen PLA (1,25 g/cm<sup>3</sup>), N6 (1,14 g/cm<sup>3</sup>), N66 (1,14 g/cm<sup>3</sup>), PP (0,94 g/cm<sup>3</sup>), PE (0,95 g/cm<sup>3</sup>) y polimetilpenteno (PMP, 0,84 g/cm<sup>3</sup>). Las cifras entre paréntesis son las densidades de los polímeros. La densidad de la fibra hueca es más preferentemente 1,20 g/cm<sup>3</sup> o menor. La densidad de la fibra hueca puede estimarse midiendo la densidad de una muestra formada por la fibra hueca únicamente.

**[0041]** La fibra hueca también está constituida preferentemente por un polímero hidrófilo, que permite que las moléculas hidrófilas, tales como moléculas de agua y alcohol, pasen a través del mismo. El polímero de la fibra hueca se considera hidrófilo si la fibra hueca incluye un contenido de agua de 2% o mayor, cuando se mide en condiciones convencionales de 20 °C y una humedad relativa del 65%. El polímero de fibra hueca es más preferentemente una poliamida, tal como N6 o N66.

**[0042]** También es preferible que la fibra hueca tenga numerosos poros finos que tengan un diámetro de 100 nm o menor, dispuestos en la dirección longitudinal, que hace más fácil a las diversas moléculas pasar a través de las mismas, y provoca que las nanofibras que están dispuestas en el espacio hueco demuestren completamente la capacidad de adsorción y la capacidad de absorción de líquido. El diámetro el poro puede determinarse por observación de una sección transversal de la fibra con el microscopio electrónico, o por disminución del punto de congelación del agua en el polímero. El diámetro del poro es preferentemente 50 nm o menor y, más preferentemente, 10 nm o menor. Puede evitarse que la capacidad de desarrollo de color disminuya cuando la fibra está teñida, ajustando el tamaño de poro como se ha descrito anteriormente. Este tamaño de poro es particularmente preferible, puesto que la adsorción de humedad se mejora, en tal caso puesto que la fibra hueca está hecha de un polímero hidrófilo, tal como poliamida y tiene una multitud de poros finos.

**[0043]** Aunque no hay restricción sobre el método de fabricación del agregado de nanofibras de la presente invención, puede emplearse, por ejemplo, un método que usa una aleación de polímero como precursor, como sigue.

**[0044]** Dos o más clases de polímero que tienen diferentes niveles de solubilidad para un disolvente están aleados, de manera que forman una aleación de polímero fundido que está hilada y que se enfría para solidificarla, formando así fibras. Las fibras se someten a estirado y tratamiento térmico según se requiera, para obtener de esta manera fibras de aleación de polímero que tengan una estructura de islas en el mar. Después, el agregado de nanofibras de la presente invención puede prepararse eliminando el polímero de alta solubilidad mediante el disolvente. La fibra de aleación de polímero que puede usarse preferentemente como el precursor para el agregado de nanofibras es como se describe a continuación.

**[0045]** La fibra de aleación de polímero tiene una estructura de islas en el mar que consiste en dos o más clases de polímeros orgánicos de diferentes niveles de solubilidad, en la que el componente de isla está fabricado de un polímero de baja solubilidad y el componente de mar está fabricado de un polímero de alta solubilidad, estando un diámetro medio de los dominios de isla en el intervalo de 1 a 150 nm, estando un 60% en proporción de área o mayor de los dominios de isla en un intervalo de 1 a 150 nm de diámetro de los dominios de isla, y los componentes de isla están distribuidos en configuración lineal.

**[0046]** De acuerdo con la presente invención, es importante formar la estructura de islas en el mar que consiste en dos clases de polímeros orgánicos de diferentes niveles de solubilidad. El término "solubilidad" se refiere a la diferencia en la solubilidad respecto al disolvente. El disolvente puede ser una solución alcalina, una solución ácida, una solución orgánica o un líquido supercrítico.

**[0047]** También de acuerdo con la presente invención, es importante usar el polímero de baja solubilidad para el componente de isla, y usar el polímero de alta solubilidad para el componente de mar. Usando un polímero que sea altamente soluble para una solución alcalina como el polímero de alta solubilidad, se hace necesario instalar un equipo a prueba de explosiones en la instalación de disolución, que es preferible en vista del coste y aplicaciones más amplias. El polímero que es altamente soluble para una solución alcalina puede ser poliéster, policarbonato (en lo sucesivo en la presente memoria abreviado como PC) o similares, mientras que PET o PLA polimerizado es particularmente preferible. También es preferible usar un polímero que sea soluble en agua caliente o un polímero biodegradable como el polímero de alta solubilidad, puesto que alivia la carga de tratamiento del líquido residual. Como el polímero que es soluble en agua caliente, se usa polialquilenglicol, alcohol polivinílico o un derivado de los mismos, poliéster copolimerizado que tiene un gran contenido de ácido 5-sulfoisoftálico sódico o similares. Particularmente preferentemente es un polímero que tiene una resistencia al calor mejorado por alargamiento de la cadena molecular a través del enlace éster del polialquilenglicol o PET, fabricado copolimerizando un 10% en moles

o mayor de ácido 5-sulfoisoftálico sódico. Para el polímero biodegradable, pueden usarse PLA o similares.

**[0048]** En consideración de la facilidad de procesamiento de la fibra de aleación de polímero para formar un hilo, el tricotado o tejido y procesamiento de alto nivel, es preferible que el polímero que constituye el componente de mar tenga un punto de fusión de 160 °C o mayor. En el caso de un polímero amorfo cuyo punto de fusión no pueda observarse, sin embargo, es preferible que una temperatura de transición vítrea ( $T_g$ ), una temperatura de reblandecimiento Vicat o una temperatura de deformación térmica sea de 160 °C o superior.

**[0049]** Para el polímero que constituye el componente de isla, se usa un polímero termoplástico que puede usarse adecuadamente para el agregado de nanofibras descrito anteriormente.

**[0050]** También es importante que el componente de isla se forme en una estructura lineal en vista de la función como el precursor de nanofibra. Puesto que los componentes de isla distribuidos en la estructura lineal soportan el adelgazamiento de la aleación de polímero de tal manera como una barra de refuerzo, también estabilizan el comportamiento de adelgazamiento del hilado. La expresión "estructura lineal" se refiere al estado de una fibra que tiene una longitud, en la dirección axial de la fibra, al menos cuatro veces el diámetro de la fibra. La longitud de una fibra en la dirección axial normalmente es diez veces el diámetro o mayor, y a menudo se extiende más allá del alcance de observación TEM.

**[0051]** Aunque no hay restricción sobre el contenido del componente de isla en la fibra de aleación de polímero, el contenido del componente de isla es preferentemente 10% en peso o mayor de la fibra de aleación de polímero, para formar la nanofibra disolviendo el componente de mar. El contenido del componente de isla es más preferentemente 20% en peso o mayor. El contenido del componente de isla preferentemente es 50% en peso o mayor, puesto que un contenido excesivo del componente de isla invierte la relación entre las islas y el mar, y provoca que el componente de isla no funcione como una isla. En el caso de que un tejido no tejido se forme por un procedimiento en húmedo de recogida de fibras en una lámina, por ejemplo, puede conseguirse una distribución satisfactoria cuando el contenido del componente de fibra es menor y, por lo tanto, el componente de isla está preferentemente dentro del 30% en peso.

**[0052]** De acuerdo con la presente invención, el número medio y la dispersión de los diámetros del dominio de isla en la fibra de aleación de polímero de aleación de polímeros son factores importantes. Estos parámetros pueden evaluarse análogamente a la dispersión de los valores de finura de fibra individual de las nanofibras descrita anteriormente. Es decir, una sección transversal de la fibra de aleación de polímero se observa por TEM y se miden diámetros de 300 o más dominios de isla, que están muestreados aleatoriamente en la misma sección transversal. Un ejemplo de la micrografía que muestra la sección transversal de la fibra de aleación de polímero de acuerdo con la presente invención se muestra en la Figura 2. Esta medición se realiza al menos en cinco lugares, para medir los diámetros de 1500 o más dominios de islas en total. Las posiciones para realizar estas mediciones preferentemente están separadas por una distancia de 10 m o mayor entre sí, en la dirección longitudinal del hilo.

**[0053]** El número medio de diámetros es la media más sencilla de los diámetros de los dominios de isla que se han medido. Es importante que el número medio de diámetros de los dominios de isla esté en el intervalo de 1 a 150 nm, lo que hace posible obtener una nanofibra que tiene un nivel de finura que nunca antes había podido conseguirse en la técnica anterior, después de eliminar el polímero del componente de mar. El número medio de diámetros de los dominios de isla es preferentemente de 1 a 100 nm, más preferentemente de 20 a 80 nm.

**[0054]** La dispersión de los diámetros de los dominios de isla se evalúa como se describe a continuación. La frecuencia (número) de dominios de isla se cuenta para cada diámetro. El área  $S_i$  de cada dominio de isla se totaliza para obtener el área total ( $S_1 + S_2 + \dots + S_n$ ). El producto del área de la frecuencia (número) de la misma área  $S$  y la frecuencia se divide por el área total, para dar el valor de proporción de área de dominios de isla. Por ejemplo, en el caso de que haya 350 dominios de isla que tienen un diámetro de 60 nm y el área total sea de  $3,64 \times 10^6 \text{ nm}^2$ , entonces la proporción de área resulta ser de  $(3,14 \times 30 \text{ nm} \times 30 \text{ nm} \times 350) / (3,64 \times 10^6 \text{ nm}^2) \times 100\% = 27,2\%$ . La proporción de área corresponde a la proporción en volumen de los dominios de isla de cada tamaño para todos los componentes de isla incluidos en la fibra de aleación de polímero. El componente de dominio de isla que tiene un gran valor de proporción de área tiene una mayor contribución a la propiedad de la nanofibra que se ha formado. Es importante que los dominios de isla incluidos en la fibra de aleación de polímero de la presente invención, ese 60%, en proporción de área o mayor de los dominios de isla, esté en un intervalo de 1 a 150 nm de diámetro de los dominios de isla. Esto significa que pueden prepararse nanofibras que tienen dicho nivel de finura que nunca antes habían podido conseguirse en la técnica anterior, y la mayor parte de las fibras individuales son de 150 nm o menor de diámetro de los dominios de isla. Es preferible que las proporciones de alta proporción de área de los dominios de isla estén concentradas en un componente del dominio de isla que tenga menores diámetros, es preferible que el 60%, en proporción de área o mayor de los dominios de isla esté en un intervalo de 1 a 100 nm de los diámetros de isla. La proporción de área de los dominios de isla que están en un intervalo de 1 a 100 nm de diámetro es preferentemente 75% o mayor, más preferentemente 90%, aún más preferentemente 95% y más preferentemente aún 98% o mayor. Análogamente, es preferible que el 60% en la proporción de área o mayor de los dominios de isla esté en el intervalo de 1 a 80 nm de diámetro y, más preferentemente, 75% en una proporción de área o mayor de los dominios de isla está en el intervalo de 1 a 80 nm de diámetro.

- [0055]** Otra medida de la dispersión de diámetros de los dominios de islas es la proporción de área de dominios de isla que están en una sección que tienen una anchura de 30 nm de diámetro de dominios de isla. Como se ha descrito anteriormente, la frecuencia se cuenta para cada diámetro del dominio de isla y la proporción de área total de los dominios de isla y, la proporción de área total de los dominios de isla que están dentro de la sección que tiene una anchura de 30 nm de la mayor frecuencia se define como la proporción de área de los dominios de isla que están en la sección que tiene una anchura de 30 nm. Esto significa que cuanto mayor sea la proporción de área en la sección, menor será la dispersión. De acuerdo con la presente invención, la proporción de área de los dominios de isla que están en la sección que tiene una anchura de 30 nm es preferentemente del 60% o mayor, más preferentemente de 70% o mayor y, aún más preferentemente, de 75% o mayor.
- 10 **[0056]** Aunque se ha descrito que los tamaños, y la dispersión de los mismos, de los dominios de isla en la sección transversal de la fibra de aleación de polímero son factores importantes, es también preferible que la irregularidad grueso-fino en la dirección longitudinal de hilo sea menor, para asegurar la estabilidad de la calidad del artículo fibroso fabricado a partir de las nanofibras. En el caso de que las nanofibras se usen en una tela para dar textura, por ejemplo la irregularidad grueso-fino de la dirección longitudinal del hilo a menudo tiene una influencia significativa sobre el tamaño y número de arañazos (imperfecciones sobre la superficie del artículo con textura). Por 15 consiguiente, es preferible controlar la irregularidad Uster de la fibra de aleación de polímero de la presente invención al 15% o menor, más preferentemente al 5% o menos y, lo más preferentemente, al 3% o menor.
- [0057]** Es preferible que la fibra de aleación de polímero de la presente invención tenga una resistencia de 1,0 cN/dtex o mayor y un alargamiento de 25% o mayor, para minimizar problemas tales como la aparición de 20 deshilachado y rotura del hilo en el procedimiento de rizado, retorcido, tricotado, ondulado o similares. La resistencia es más preferentemente de 2,5 cN/dtex o mayor y, lo más preferentemente, 3 cN/dtex o mayor. Es preferible que la fibra de aleación de polímero tenga una contracción en agua en ebullición de 25% o menor, lo que suprime el cambio dimensional de la tela durante la disolución del componente de mar. La contracción en agua en ebullición es más preferentemente de 15% o menor.
- 25 **[0058]** La fibra de aleación de polímero de la presente invención puede ser también una fibra conjugada fabricada combinando la aleación de polímero usada como el precursor de las nanofibras y otro polímero.
- [0059]** Por ejemplo, una fibra única, que comprende una fibra hueca y nanofibras encapsuladas en el espacio hueco de la primera, puede fabricarse formando una fibra conjugada de núcleo en vaina constituida a partir de la aleación de polímero dispuesta en el núcleo como el precursor de nanofibras, y otros polímero dispuesto en la vaina, 30 y después disolviendo el componente de mar de la aleación de polímero. Cuando la relación de núcleo y vaina se invierte, puede fabricarse fácilmente un hilo mixto constituido por una fibra ordinaria rodeada por las nanofibras. También un hilo mixto de nanofibras y microfibras puede fabricarse fácilmente formando un hilo con una estructura de islas en el mar que consiste en la aleación de polímero usada como el precursor de nanofibras como el componente de mar, y otro polímero como el componente de isla. De esta manera, el hilo mixto de las nanofibras y 35 las microfibras o fibras ordinarias puede fabricarse fácilmente. Esta constitución mejora en gran medida la estabilidad de forma del material fibroso. En el caso de que el polímero usado como las nanofibras y el otro polímero tengan tendencias de electrificación que sean significativamente diferentes entre sí, la propiedad de dispersión de las nanofibras puede mejorarse mediante repulsión electrostática debido a la diferencia en el potencial de la superficie de la fibra.
- 40 **[0060]** La fibra de aleación de polímero de la presente invención puede hacerse más voluminosa mediante el procedimiento de rizado. En el caso de un hilo de falsa torsión, el valor de rigidez de rizo (valor CR), que es una medida de la capacidad de rizado, es preferentemente de 20% o mayor. En el caso de un hilo rizado mecánicamente, un hilo formado por chorro de aire o similar, el número de rizos, que es una medida del rizado, es preferentemente de cinco por 25 mm o mayor. El rizado puede darse también mediante una constitución lado a lado 45 o formando una fibra conjugada de núcleo en vaina excéntrica. En este caso, el número de rizos es preferentemente de diez por 25 mm o mayor. El valor de CR generalmente puede controlarse mediante las condiciones de falsa torsión, tal como el método de rizado, el tipo de máquina de rizado, la velocidad en revoluciones de la máquina de torsión y la temperatura del calentador. Puede conseguirse un valor de CR de 20% o mayor ajustando la temperatura del calentador al punto de fusión del polímero menos 70 °C o mayor. Para mejorar el valor de CR 50 adicionalmente, es eficaz ajustar más alta la temperatura del calentador.
- [0061]** El número de rizos del hilo rizado mecánicamente, o un hilo formado por chorro de aire o similar, puede hacerse de cinco por 25 mm o mayor, seleccionando apropiadamente la máquina de rizado y ajustando la velocidad de suministro.
- [0062]** En el caso de una constitución lado a lado o una fibra conjugada de núcleo en vaina excéntrica, el número de rizos de diez por 25 mm o mayor puede conseguirse mediante polímeros conjugados que tienen valores de viscosidad en estado fundido que son diferentes en dos veces o mayor, ajustando la diferencia en la proporción de contracción térmica durante el hilado individual al 5% o mayor, u otros medios.
- [0063]** Para obtener una fibra de aleación de polímero que apenas incluya un componente de isla grueso, y que

tenga el componente de isla del orden de nanómetros distribuido uniformemente, es importante seleccionar dicha combinación que está basada en la consideración apropiada de la afinidad y el equilibrio de viscosidad entre los polímeros, un método que consiste un alto nivel de mezcla y amasado, y un método para alimentar el polímero.

5 **[0064]** La fibra de aleación de polímero de la presente invención puede ser una fibra larga fabricada por hilado en estado fundido y estirado, o una fibra corta fabricada por rizado mecánico. La fibra corta puede estar hilada o formada en un tejido no tejido mediante perforación con aguja o un procedimiento en húmedo de formación de una lámina a partir de fibras dispersas. Además, un tejido no tejido de fibras largas puede formarse también mediante enlace por hilado o soplado en estado fundido.

10 **[0065]** La fibra de aleación de polímero puede convertirse fácilmente en un material compuesto mezclándola con otra fibra, mezclando fibras cortas, hilando la mezcla de fibras cortadas, combinado con ondulación, combinado con tricotado, apilado o enlazado. Esto posibilita mejorar en gran medida la estabilidad de su forma cuando se forman en nanofibras. También se permite crear una función superior adicional creando funciones compuestas.

15 **[0066]** Cuando las nanofibras se forman eliminando el componente de mar de la fibra de aleación de polímero que tiene un bajo contenido del componente de isla, se forma un material de muy baja densidad, en cuyo caso puede que no se obtengan los niveles prácticos de estabilidad morfológica y propiedades mecánicas. Estos problemas pueden resolverse mezclando otra fibra como un material de soporte que sea estable contra el disolvente usado en el procedimiento de disolución del componente de mar. Aunque no hay restricción sobre la clase de fibra de soporte, pueden usarse nylon, poliolefina o similares, que sean estables frente al tratamiento con la solución alcalina, preferentemente en el caso de la fibra de aleación de polímero que consiste en nylon/poliéster.

20 **[0067]** Por ejemplo, cuando las fibras de aleación de polímero que consisten en nylon/poliéster y unas fibras de nylon ordinarias se mezclan para formar un tejido o tejido tricotado, que se somete después a un procedimiento de disolución para fabricar un producto de nanofibra de nylon, la estabilidad morfológica y las propiedades mecánicas de este producto pueden mejorarse en gran medida respecto a un producto fabricado a partir de las fibras de nylon únicamente, dando como resultado una facilidad de manipulación significativamente mejorada de la tela de  
25 nanofibra.

**[0068]** Un tejido no tejido de las fibras de aleación de polímero puede combinarse también con un tejido no tejido de otras fibras apiladas sobre la misma para formar un tejido no tejido laminado, que se somete después a un procedimiento de disolución, para obtener de esta manera el tejido no tejido laminado, que consiste en el tejido no tejido de las fibras de aleación de polímero y el tejido no tejido de otras fibras. Cuando un tejido no tejido de PP se  
30 enlaza sobre el tejido no tejido de las fibras de aleación de polímero fabricado de nylon/poliéster, por ejemplo, la estabilidad morfológica de las nanofibras de nylon puede mejorarse drásticamente durante la disolución de poliéster con un álcali. Cuando la fibra de aleación de polímero tiene un bajo contenido de nylon (componente de isla), un artículo fabricado a partir de la fibra de aleación de polímero solo tiene una densidad muy baja, que puede no ser suficientemente práctica en la estabilidad morfológica y propiedades mecánicas. Enlazar el PP que no es soluble en  
35 álcali como material de soporte resuelve estos problemas. El tejido no tejido laminado de nanofibra de nylon/PP obtenido de esta manera tiene propiedades contradictorias de alta hidrofiliidad y alta capacidad de enlace en el lado del nylon, e hidrofobicidad y baja capacidad de enlace en el lado de PP, que lo hace útil no solo como un material industrial, sino también como un material para ropa. Un aglutinante, tal como una fibra térmicamente adhesiva, o similares, pueden usarse para el laminado. Aunque la técnica de fabricación de un tejido no tejido mezclando fibras  
40 cortadas puede emplearse simplemente para mejorar la estabilidad morfológica y las propiedades mecánicas, el tejido no tejido laminado es más preferible cuando se desea una alta funcionalidad.

**[0069]** La fibra de aleación de polímero de la presente invención es útil no solo como el precursor de las nanofibras, sino también como la fibra de aleación de polímero, porque los polímeros que tienen diferentes propiedades están distribuidos uniformemente en su interior del orden de nanómetros. Por ejemplo, una resistencia  
45 al calor insuficiente, que es el inconveniente de PLA, puede mejorarse dispersando nylon y/o poliéster en PLA del orden de nanómetros. Una estabilidad dimensional insuficiente tras absorber agua, que es el inconveniente del nylon, puede mejorarse dispersando poliéster en el nylon del orden de nanómetros. La fragilidad, que es el inconveniente de PS, puede mejorarse dispersando nylon y/o poliéster en el poliestireno (en lo sucesivo en la presente memoria abreviado como PS) del orden de nanómetros. La capacidad de tinción insuficiente, que es el  
50 inconveniente de PP, puede mejorarse dispersando nylon y/o poliéster en el PP del orden de nanómetros.

**[0070]** La fibra de aleación de polímero de la presente invención puede usarse, como el agregado de nanofibras descrito anteriormente, para formar diversos materiales fibrosos. El material fibroso que incluye la fibra de aleación de polímero de la presente invención puede usarse como artículos intermedios, tales como hilo, una bola de fibras cortadas, paquete, tejido tejido, tejido tricotado, fieltro, tejido no tejido, piel sintética y lámina. Puede usarse también  
55 preferentemente como ropa, materiales para ropa, productos para interior, productos para interior de vehículo, artículos de uso doméstico, materiales relacionados con el entorno, materiales industriales, componentes IT, dispositivos médicos y otros artículos fibrosos.

**[0071]** Es importante controlar el tamaño del componente de isla en la fibra de aleación de polímero, que es el

precursor para el agregado de nanofibras. El tamaño de componente de isla se evalúa como el diámetro equivalente basado en la observación de una sección transversal de la fibra de aleación de polímero bajo un microscopio electrónico de transmisión (TEM). Puesto que el diámetro de la nanofibra se determina sustancialmente por el tamaño de isla en el precursor, la distribución de los tamaños de isla está diseñada de acuerdo con la distribución de los diámetros de las nanofibras de la presente invención. Por lo tanto, es muy importante mezclar y amasar los polímeros que se van a alear y, de acuerdo con la presente invención, es preferible realizar un alto nivel de mezcla y amasado mediante una amasadora de extrusión o una mezcladora estática. En el caso de una combinación de virutas simple (combinación en seco) empleada en los ejemplos de la técnica anterior, tal como el desvelado en la Publicación de Patente No Examinada Japonesa N° 6-272114, los materiales no se mezclan y amasan suficientemente y, por lo tanto, es difícil dispersar las islas de varias decenas de nanómetros como en la presente invención.

**[0072]** Por esta razón, es preferible realizar un alto nivel de mezcla y amasado usando una amasadora de extrusión de doble tornillo, o una mezcladora estática, que tenga un número de rendijas de  $100 \times 10^4$  o mayor. También es preferible pesar los polímeros individuales por separado, y alimentar los polímeros por separado en una mezcladora, para evitar que ocurra la combinación no uniforme y evitar que la proporción de combinación cambie con el tiempo. En este caso, los polímeros pueden alimentarse por separado en forma de microgránulos, o pueden cargarse por separado en estado fundido. Además, pueden alimentarse dos o más clases de polímeros a una porción inferior de la amasadora de extrusión, o uno de estos componentes puede alimentarse a medio camino en la amasadora de extrusión en un lado de la operación de alimentación.

**[0073]** En el caso de que se use una amasadora de extrusión de doble tornillo como la amasadora, es preferible que los polímeros se amasen en gran medida mientras se reduce el tiempo de residencia de los polímeros. El tornillo comprende una sección de alimentación y una sección de amasado. La longitud de la sección de amasado se ajusta preferentemente al 20% o mayor de la longitud eficaz del tornillo, para un elevado amasado de los polímeros. La longitud de la sección de amasado se ajusta preferentemente al 40% o menor de la longitud eficaz del tornillo. Esto evita tensiones de cizalla excesivamente altas, y acorta el tiempo de residencia, evitando de esta manera la degradación térmica de los polímeros y/o la gelificación del componente de poliamida. La sección de amasado está dispuesta preferentemente en una posición cerca del puerto de descarga de la extrusora de doble tornillo, para acortar de esta manera el tiempo de residencia después del amasado y evitar el re-agregado del polímero de la parte de las islas. Además, un tornillo que tiene una función de flujo de retorno para alimentar los polímeros en una dirección inversa puede disponerse en la amasadora de extrusión, para un amasado superior adicional.

**[0074]** Usando una amasadora de tipo en ángulo para aspirar un gas descompuesto durante el amasado y/o reducir la humedad en los polímeros, se evita que los polímeros se hidrolicen, y la cantidad de grupos aminotermiales en una poliamida o grupos ácido carboxílicos terminales en un poliéster puede reducirse.

**[0075]** El valor  $b^*$  como un indicador de la coloración de los microgránulos de adhesión de polímero es preferentemente 10 o menor, puesto que la fibra resultante puede tener una tonalidad homogénea. Dicho polímero soluble en agua caliente generalmente tiene una mala estabilidad térmica, y es susceptible de coloración debido a su estructura molecular. Sin embargo, la coloración puede evitarse acortando el tiempo de residencia.

**[0076]** La amasadora puede disponerse por separado de una máquina de hilado, de manera que los microgránulos de aleación de polímero producidos en la amasadora se alimentan a la máquina de hilado. Alternativamente, la amasadora puede estar conectada directamente a una máquina de hilado, de manera que los polímeros amasados y fundidos se hilan directamente. Cuando la mezcladora estática se usa como la amasadora, puede ponerse en una tubería de la máquina de hilado o en un paquete de hilado.

**[0077]** La combinación de virutas (combinación en seco) puede realizarse de la siguiente manera, para reducir el coste del procedimiento de hilado.

**[0078]** Inicialmente, los microgránulos de polímero a combinar se pesan independientemente y se alimentan a un tanque de mezclado, y se mezclan como virutas en su interior. El tanque de mezclado, preferentemente, tiene una capacidad de 5 a 20 kg para un mezclado eficaz mientras que evita el mezclado no uniforme. Los microgránulos combinados se alimentan desde el tanque de mezclado a una amasadora de extrusión para obtener un polímero fundido. El amasado puede realizarse usando una amasadora de extrusión de doble tornillo, o alimentando el polímero fundido en una mezcladora estática dispuesta en una tubería o un paquete. Pueden usarse microgránulos maestros, que contienen una mayor cantidad del polímero más soluble.

**[0079]** El tiempo de residencia desde la formación y fusión de la aleación de polímero para descargar desde una hilera es un factor clave para inhibir el re-agregado de la parte de islas del polímero durante el hilado, para reducir de esta manera las partículas de polímero agregadas de forma gruesa. De esta manera, el tiempo de residencia para la aleación de polímero desde la punta de una sección de fusión a la hilera se ajusta preferentemente a 30 minutos.

**[0080]** La combinación de polímeros es un factor importante para dispersar la parte de islas del polímero del orden

de nanómetros. Específicamente, una combinación de un polímero menos soluble y un polímero más soluble, con una mayor afinidad, permite que un polímero más soluble se disperse como islas de nano-dimensiones más fácilmente. Para formar los dominios de isla que tienen secciones transversales sustancialmente circulares, el componente de isla y el componente de mar son preferentemente incompatibles entre sí. Sin embargo, es difícil dispersar las islas con nano-dimensiones simplemente usando una combinación de polímeros mutuamente incompatibles. De esta manera, es preferible optimizar la compatibilidad de los polímeros a combinar, que puede estar indicada por el parámetro de solubilidad (valor SP). El valor SP es un parámetro que representa la fuerza de cohesión de un material y está definido como (energía de vaporización/volumen molar)<sup>1/2</sup>. Los materiales que tienen valores próximos de SP es probable que formen una aleación de polímero de buena compatibilidad. Los valores SP de diversos polímeros se conocen y se dan, por ejemplo, en "Plastic Data Book", coeditado por Asahi Kasei AMIDAS Co., Ltd. y el equipo editorial de Plastics, p189. Es preferible que la diferencia en el valor SP entre dos polímeros esté en el intervalo de 1 a 9 (MJ/m<sup>3</sup>)<sup>1/2</sup>, que hace más fácil conseguir tanto una sección transversal circular del dominio de isla como la dispersión de islas de nano-dimensiones, mediante el uso de polímeros incompatibles. Un ejemplo preferible de combinación es N6 y PET, cuyos valores SP tienen una diferencia de aproximadamente 6 (MJ/m<sup>3</sup>)<sup>1/2</sup>. Un ejemplo de combinación que no es preferible es N6 y PE, cuyos valores SP tienen una diferencia de aproximadamente 11 (MJ/m<sup>3</sup>)<sup>1/2</sup>. No es necesario decir que la afinidad entre los diferentes polímeros puede controlarse en algún grado combinando diversos métodos de copolimerización y agente de compatibilidad.

**[0081]** Para mezclar y amasar con alta eficacia, es preferible que los puntos de fusión del componente de isla del polímero y el componente de mar del polímero tengan una diferencia no mayor de 20 °C, en cuyo caso no ocurre una diferencia significativa en la fusión de los polímeros en la amasadora de extrusión. Aunque es necesario controlar la temperatura de mezcla y la temperatura de hilado a bajos niveles cuando un polímero que es susceptible de descomposición térmica y/o degradación térmica se usa como uno de los polímeros, el uso de los polímeros que tienen menor diferencia en el punto de fusión es ventajoso también para resolver este problema.

**[0082]** La viscosidad en estado fundido también es un factor importante. El componente de isla tiende a dispersarse del orden de nanómetros debido a la mayor tendencia del componente de isla a deformarse bajo la fuerza de cizalla, cuando el polímero de baja solubilidad que constituye el componente de isla tiene una menor viscosidad en estado fundido, lo que es indeseable para fabricar nanofibras. Sin embargo, una viscosidad excesivamente baja puede convertir el componente de isla en un componente de mar, haciendo difícil conseguir una alta proporción de combinación de toda la fibra. Por lo tanto, es preferible que la viscosidad en estado fundido del polímero que constituye el componente de isla sea de 0,1 veces la viscosidad en estado fundido del polímero que constituye el componente de mar, y esta proporción está más preferentemente en un intervalo de 0,5 a 1,5.

**[0083]** Un valor absoluto de la viscosidad en estado fundido del polímero de alta solubilidad que constituye el componente de mar es también un factor importante. El polímero de alta solubilidad, preferentemente, tiene una baja viscosidad de 100 Pa·s o menor. Esto no solo hace más fácil dispersar el polímero de isla, sino que también permite que la aleación del polímero se deforme de forma suave durante el procedimiento de hilado, mejorando de esta manera significativamente la capacidad de hilado en comparación con el caso de usar un polímero con un valor de viscosidad ordinario. La viscosidad en estado fundido del polímero mencionado aquí es el valor medido a la temperatura de la superficie de la hilera, con una tasa de cizalla de 1216 s<sup>-1</sup>.

**[0084]** Puesto que el componente de isla y el componente de mar son incompatibles entre sí en la aleación de polímero, los componentes de isla son más estables termodinámicamente cuando están cohesionados. Sin embargo, para dispersar de forma forzada el polímero como islas de nano-dimensiones, la aleación de polímero tiene más interfaces de polímero que son más inestables que una combinación de polímero convencional que tenga mayores tamaños de dispersión. Como resultado, cuando esta aleación de polímero se hila de forma sencilla, la existencia de un número de interfaces de polímero conduce a problemas tales como el "fenómeno Barus", en el que el flujo de polímero se hincha inmediatamente después de que el polímero se descarga a través de la hilera, y una tirantez insuficiente, debido a la desestabilización de la superficie de la aleación de polímero. Esto no solo provoca una irregularidad grueso-fino excesiva del hilo, sino que también hace imposible el hilado. Para evitar dichos problemas, es preferible controlar la tensión de cizalla entre la pared del orificio de la hilera y el polímero que se descarga a través de la hilera a 0,2 MPa o menor. La tensión de cizalla entre la pared del orificio de la hilera y el polímero se calcula mediante la ley de Hagen-Poiseuille, que dicta que la tensión de cizalla (dina/cm<sup>2</sup>) se da como  $R \times P/2L$ , donde R es el radio del orificio de la hilera (cm), P es la pérdida de presión en el orificio de la hilera (MPa) y L es la longitud del orificio de la hilera (cm). La pérdida de presión se calcula como  $P = 8L\eta Q/\pi R^4$ , donde  $\eta$  es la viscosidad del polímero (poise), Q es el caudal de descarga (cm<sup>3</sup>/s) y  $\pi$  es la constante circular. 1 dina/cm<sup>2</sup> en el sistema de unidades CGS corresponde a 0,1 Pa en el sistema de unidades SI.

**[0085]** En el hilado en estado fundido de un solo componente del poliéster ordinario, la ponderación y tirantez pueden mantenerse incluso cuando las tasas de cizalla entre la pared del orificio de la hilera y el polímero son de 1 MPa o mayor. Sin embargo, a diferencia del poliéster ordinario, la aleación de polímero de la presente invención tiende a perder el equilibrio de viscoelasticidad con la aleación de polímero cuando la tensión de cizalla entre la pared del orificio de la hilera y el polímero es alta y, por lo tanto, requiere una menor tensión de cizalla que en el caso de un hilado en estado fundido del poliéster ordinario. La tensión de cizalla es preferentemente de 0,2 MPa o menor, puesto que esto hace que el flujo del lado del orificio de la hilera y la velocidad de flujo del polímero en el



centro del orificio de la hilera sean uniformes, de manera que una disminución en la tensión de cizalla conduce a la mitigación del fenómeno Barus, dando como resultado de esta manera una tirantez satisfactoria. La tensión de cizalla es más preferentemente de 0,1 MPa o menor. La tensión de cizalla puede disminuirse generalmente aumentando el diámetro del orificio de la hilera y/o disminuyendo la longitud del orificio de la hilera. Sin embargo, cuando el diámetro aumenta y/o la longitud disminuye excesivamente, la ponderación del polímero en el orificio de la hilera disminuye y tiende a aparecer una irregularidad de la finura entre los orificios. Por lo tanto, es preferible usar dicha hilera que tenga una selección de ponderación de polímero que tenga un orificio de un diámetro menor que el del orificio de la hilera, proporcionado por encima del orificio de la hilera. Es preferible controlar la tensión de cizalla entre la pared del orificio de la hilera y el polímero a 0,01 MPa o mayor, puesto que esto permite un hilado en estado fundido estable de la fibra de aleación de polímero y disminuye la irregularidad Uster (U%) que representa la irregularidad grueso-fino del hilo al 15% o menor.

**[0086]** Como se ha descrito anteriormente, es importante reducir la tensión de cizalla durante la descarga desde el orificio de la hilera, cuando se realiza el hilado en estado fundido de la aleación de polímero de constitución dispersada uniformemente de tamaños de nanómetro, usado en la presente invención, mientras que también es preferible ajustar apropiadamente las condiciones de enfriamiento del hilo. En el hilado en estado fundido del poliéster ordinario, es una práctica común enfriar gradualmente para evitar la vibración elástica. De acuerdo con la presente invención, sin embargo, puesto que la aleación de polímero de constitución dispersada uniformemente de tamaño de nanómetros es un fluido fundido muy inestable, se enfría preferentemente y solidifica inmediatamente después de descargarlo de la hilera. La distancia entre el fondo de la hilera y el punto donde empieza el enfriamiento preferentemente está en un intervalo de 1 a 15 cm. Ajustando la distancia entre el fondo de la hilera y el punto donde comienza el enfriamiento a 1 cm o mayor, la irregularidad de temperatura sobre la superficie de la hilera se suprime, de manera que se obtiene un hilo con una irregularidad grueso-fino suprimida. Ajustando la distancia a 15 cm o menor, de manera que la aleación de polímero solidifique rápidamente, puede evitarse que el hilo sea afinado aleatoriamente de una manera inestable y la tirantez mejora, de manera que se obtiene un hilo con irregularidad grueso-fino suprimida. El punto donde comienza el enfriamiento es la posición donde comienza el enfriamiento positivo del hilo, y está localizado en el extremo superior del equipo de enfriamiento en una máquina de hilado en estado fundido real.

**[0087]** Para asegurar la tirantez y estabilidad del hilado durante la operación de hilado en estado fundido, la temperatura en la superficie de la hilera (temperatura superficial en el centro de la cara de descarga de la hilera) es preferentemente el punto de fusión ( $T_m$ ) del componente mayoritario del polímero, más 20 °C o mayor. Es más preferible ajustar la temperatura en la superficie de la hilera al punto de fusión ( $T_m$ ) del componente mayoritario del polímero, más 80 °C o menor, en cuyo caso la descomposición térmica del polímero se suprime.

**[0088]** Para disminuir el diámetro medio en número de los dominios de isla en la fibra de aleación de polímero, la succión durante el procedimiento de hilado debería ser tan alta como fuera posible, preferentemente de 100 o mayor. Por esta razón, es preferible realizar un hilado a alta velocidad.

**[0089]** La fibra de aleación de polímero que se ha hilado se somete preferentemente a procedimientos de estirado y tratamiento térmico. La temperatura de precalentamiento durante el estirado se ajusta preferentemente a la temperatura de transición vítrea ( $T_g$ ) del polímero que constituye el componente de isla, para suprimir la aparición de irregularidades en el hilo. Un tratamiento de procesamiento de hilo, tal como rizado, puede aplicarse también a la fibra de aleación de polímero. Es preferible ajustar la temperatura de tratamiento térmico durante el procedimiento de rizado para que no supere el punto de fusión del polímero que constituye el componente de mar, menos 30 °C, para suprimir la fusión, rotura de hilo y formación de pelusas.

**[0090]** El método preferible de hilado en estado fundido de la fibra de aleación de polímero de acuerdo con la presente invención puede resumirse de la siguiente manera.

**[0091]** Un método de fabricación de una fibra de aleación de polímero por hilado en estado fundido de la aleación de polímero, que se fabrica por mezclado en estado fundido de un polímero de baja solubilidad y un polímero de alta solubilidad, en el que se satisfacen las siguientes condiciones (1) a (3):

(1) el polímero de baja solubilidad y el polímero de alta solubilidad, que se han pesado independientemente, se alimentan por separado a una amasadora y se combinan en el estado fundido;

(2) el contenido del polímero de baja solubilidad en la aleación de polímero está en un intervalo de 10 a 50% en peso; y

(3) la viscosidad en estado fundido del polímero de alta solubilidad es de 100 Pa·s o menor, o la diferencia en el punto de fusión entre el polímero de alta solubilidad y el polímero de baja solubilidad está en el intervalo de -20 a +20 °C.

**[0092]** Cuando el mezclado en estado fundido se realiza en una amasadora de extrusión de doble tornillo, la longitud de la porción de amasadora de la amasadora de extrusión de doble tornillo es preferentemente de 20 a 40% de la longitud eficaz de un tornillo.

**[0093]** Cuando el mezclado en estado fundido se realiza en una mezcladora estática, el número de divisiones realizadas en la mezcladora estática es preferentemente de  $100 \times 10^4$  o mayor.

**[0094]** Un método para hilar en estado fundido la fibra de aleación de polímero en el que, en el caso de se emplee combinación de virutas cuando se realiza el mezclado, y el hilado en estado fundido del polímero de baja solubilidad y el polímero de alta solubilidad, se proporciona un tanque de mezclado antes de la fusión de los microgránulos para almacenar temporalmente dos o más clases de microgránulos, y realizar el mezclado en seco, después los microgránulos combinados en seco se alimentan a la sección de fusión, en la que se satisfacen las siguientes condiciones (4) a (6):

(4) la proporción de mezclado del polímero de baja viscosidad en la fibra es de 10 a 50% en peso;

10 (5) la viscosidad en estado fundido del polímero de alta solubilidad es de 100 Pa·s o menor, o la diferencia en el punto de fusión entre el polímero de alta solubilidad y el polímero de baja solubilidad está en el intervalo de -20 a +20 °C, y

(6) la capacidad del tanque de mezclado de microgránulos es de 5 a 20 kg.

**[0095]** El método de fabricación de la presente invención posibilita fabricar la fibra de aleación de polímero en la que el componente de isla está distribuido uniformemente en tamaños de varias decenas de nanómetros de diámetro, y la irregularidad del hilo es insignificante, optimizando el mezclado de los polímeros en las condiciones de hilado y estirado. Usando la fibra de aleación de polímero, que tiene menor irregularidad en la dirección longitudinal del hilo, como el precursor como se ha descrito anteriormente, se hace posible proporcionar el agregado de nanofibras que tiene una pequeña dispersión de los valores de finura de fibra individual en cualquiera de las secciones en la dirección longitudinal. También de acuerdo con el método de fabricación de el agregado de nanofibras de la presente invención, a diferencia de las nanofibras fabricadas por electrohilado, se hace posible por primera vez aplicar procedimientos de estirado y tratamiento térmico a las nanofibras aplicando procedimientos de estirado y tratamiento térmico a la fibra de aleación de polímero que es el precursor. Esto hace posible controlar la resistencia de tracción y la porción de contracción según se desee. Como resultado, se hace posible obtener las nanofibras que tienen buenas propiedades mecánicas y el rendimiento de contracción como se ha descrito anteriormente.

**[0096]** El agregado de nanofibras se obtiene disolviendo el polímero de alta solubilidad, que es componente de mar, mediante un disolvente a partir de la fibra de aleación de polímero obtenida como se ha descrito anteriormente. En este procedimiento, es preferible usar un disolvente soluble en agua para mitigar la carga sobre el entorno. Específicamente, una solución alcalina acuosa o agua caliente se usa preferentemente como el disolvente. Por consiguiente, el polímero de alta solubilidad es preferentemente un polímero tal como poliéster, que se hidroliza mediante álcali o un polímero que es soluble en agua caliente, tal como polialquilenglicol, alcohol polivinílico o un derivado de los mismos.

**[0097]** La disolución de la disolución del polímero de alta solubilidad puede realizarse en una fase de hilo o una bola de fibras cortadas, en la fase de tela, tal como un tejido tejido, tejido tricotado o tejido no tejido, o en la fase de artículo formado térmicamente. El agregado de nanofibras puede fabricarse con una alta productividad, ajustando la velocidad de disolución de la fibra de aleación de polímero al 20% en peso por hora.

**[0098]** El agregado de nanofibras puede dividirse en una morfología de tipo hilo filamentosos y/o una morfología de tipo hilo hilado y, adicionalmente, dispersado en forma de nanofibras individuales mediante un tejido no tejido formado mediante el procedimiento en húmedo de formación de la lámina a partir de fibras dispersadas, como se describe más adelante. Después de cortar las fibras de aleación de polímero a una longitud de 10 mm o menor, el polímero de alta solubilidad se disuelve y las nanofibras obtenidas de esta manera se ensamblan en una lámina sin secarlas, fabricando de esta manera el tejido no tejido. Con este método, el agregado de nanofibras que tienen diámetros de hasta 1  $\mu\text{m}$  y menor pueden dispersarse totalmente. Adicionalmente, el agregado de nanofibras que tienen diámetros hasta 300 nm y menores pueden dispersarse cuando se usa una solución de la dispersión que tiene alta afinidad con el polímero de la nanofibra.

**[0099]** El agregado de nanofibras de la presente invención tiene una alta capacidad de adsorción/absorción y, por lo tanto, puede soportar diversos compuestos químicos funcionales. La expresión "compuesto químico funcional" se refiere a un material que es capaz de mejorar la función de la fibra, tal como un adsorbente de humedad, agentes de humectación, agente retardante de llama, agente repelente de agua, aislante del frío y un material de revestimiento calorífugo y un agente de suavizado. El compuesto químico funcional no está limitado a la forma del particulado, y puede ser un agente promotor de la salud o la belleza, tal como polifenol, aminoácidos, proteína, capsaicina, vitaminas o medicina para la enfermedad de la piel, tal como pie de atleta. Puede usarse también un desinfectante, medicina antiinflamatoria, analgésico u otra medicina. Además, un compuesto químico que adsorbe o descompone un material peligroso puede usarse también, tal como poliamida y nanopartículas fotocatalíticas.

**[0100]** No hay restricción sobre el método de soporte del compuesto químico funcional. Por ejemplo, el compuesto químico funcional puede estar soportado sobre las nanofibras mediante un procedimiento de postratamiento, tal

como un tratamiento en un baño, o de recubrimiento, o puede incluirse en la fibra de aleación de polímero, que es el precursor de la nanofibra. El compuesto químico funcional puede estar soportado también directamente sobre el agregado de nanofibras o el precursor del compuesto químico funcional puede estar soportado sobre las nanofibras, y después transformarse en un compuesto químico funcional deseado.

- 5 **[0101]** En un ejemplo específico del último método, el agregado de nanofibras puede estar impregnado con un monómero orgánico, que posteriormente se polimeriza, o el agregado de nanofibras puede estar impregnado con un material de alta solubilidad en un tratamiento de baño, en un baño con un material de alta solubilidad, que posteriormente se vuelve de baja solubilidad por una reacción de oxidación-reducción, sustitución de ligando, reacción de intercambio de contraión o similares. Para el monómero orgánico, pueden usarse diversos monómeros
- 10 orgánicos y de alcóxido metálico, que están parcialmente sustituidos con hidrocarburo. Cuando un precursor del compuesto químico funcional está soportado durante el procedimiento de hilado, dicho método puede emplearse puesto que el precursor que tiene una estructura molecular de alta resistencia al calor se usa durante el procedimiento de hilado, y se cambia por una estructura molecular que demuestra la función en un procedimiento posterior.
- 15 **[0102]** Una tela, que se fabrica de las fibras de poliéster convencionales, con un adsorbente de humedad basado en polietilenglicol (abreviado en la presente memoria en lo sucesivo como PEG), que tiene un peso molecular de 1000 o mayor adherido al mismo para conseguir higroscopicidad, apenas puede mostrar una capacidad de absorción exhaustiva. Una tela fabricada de las nanofibras de la presente invención con el mismo adsorbente de humedad añadido, en contraste, puede absorber de forma exhaustiva la gran cantidad de humedad.
- 20 **[0103]** En los últimos años, escualeno, un aceite natural que puede extraerse del hígado de tiburón, atrae mucha atención como material que tiene una función de cuidado de la piel, manteniendo la piel húmeda. El escualeno apenas puede ser absorbido exhaustivamente por la tela fabricada de las fibras de poliéster convencional. Aunque la tela fabricada de las nanofibras de la presente invención pueden absorber exhaustivamente una gran cantidad de escualeno. Además, la durabilidad frente al lavado puede mejorarse en gran medida. Esto es un factor sorprendente
- 25 para alguien que trata con fibras de poliéster convencionales.
- [0104]** El agregado de nanofibras impregnadas con un alcóxido metálico sustituido con alquilo y después polimerizado, puede soportar el polímero de silicona o aceite de silicona, que muestra una durabilidad satisfactoria frente al lavado. Soportar silicona sobre las figuras con alta durabilidad, que ha sido muy difícil con la tecnología de la técnica anterior, se hace posible por primera vez mediante el agregado de nanofibras de la presente invención.
- 30 Análogamente, la constitución híbrida con otro material orgánico, tal como poliuretano, se hace posible.
- [0105]** El agregado de nanofibras de la presente invención no solo es capaz de incorporar diversos compuestos químicos funcionales sino que también tiene una alta capacidad de liberación. Usando los diversos compuestos químicos funcionales descritos anteriormente, el agregado de nanofibras puede aplicarse a una buena matriz de liberación, o a un sistema de administración de fármaco.
- 35 **[0106]** Cuando un monómero o un oligómero que tiene un polímero inorgánico con capacidad de formación es absorbido por el agregado de nanofibras de la presente invención, y después se polimeriza, el material inorgánico se incorpora dentro del agregado de nanofibras. Es decir, se obtiene una fibra híbrida orgánica/inorgánica que tiene el material inorgánico dispersado en el agregado de nanofibras. El contenido de las nanofibras en las fibras híbridas puede controlarse para obtener el rendimiento deseado cambiando la cantidad de monómero inorgánica absorbida
- 40 en su interior. Para el monómero o el oligómero que tiene capacidad de formación de polímero, puede usarse alcóxido metálico, un oligómero del mismo, solución de sal metálica o similares. Aunque el monómero o el oligómero es preferentemente de un tipo tal que la polimerización transcurre tras el calentamiento, en vistas a la productividad, puede emplearse también otro tipo que se hace insoluble por una reacción de oxidación-reducción, intercambio de contraión o intercambio de ligando en una solución. Los ejemplos de la primera incluyen silicato y los ejemplos de la
- 45 última incluyen cloruro de platino y nitrato de plata, etc.
- [0107]** De esta manera, se obtiene una fibra híbrida orgánica/inorgánica que incluye un 5 a 95% en peso del agregado de nanofibras e incluye, al menos en parte de la masa, porciones donde el material inorgánico está dispersado en el agregado de nanofibras. El estado detallado de la fibra híbrida orgánica/inorgánica es tal que el material inorgánico se infiltra en el espacio entre las nanofibras de tal manera como si la materia inorgánica estuviera
- 50 unida a las nanofibras conjuntamente, o las nanofibras estuvieran dispersadas en la matriz de material inorgánico. En esta constitución, el material inorgánico penetra continuamente de la superficie al interior de la fibra híbrida orgánica/inorgánica, tal como para demostrar completamente la función del mismo. En el caso de las fibras híbridas que comprenden las nanofibras y la sílice higroscópica, por ejemplo, pueden utilizarse la alta capacidad de adsorción de humedad y la alta tasa de adsorción de humedad de la sílice.
- 55 **[0108]** El contenido de las nanofibras en la fibra híbrida orgánica/inorgánica preferentemente está en el intervalo de 5 a 95% en peso. En este intervalo, las propiedades del material inorgánico y flexibilidad de las fibras orgánicas pueden mantenerse al mismo tiempo. El contenido de las nanofibras es más preferentemente de 20 a 90% en peso y, más preferentemente, de 25 a 80% en peso.

**[0109]** La fibra híbrida orgánica/inorgánica puede usarse, no solo como una fibra unidimensional, sino también como un material fibroso bidimensional, tal como un tejido tejido/tricotado o un tejido no tejido, y una lámina. No es necesario decir que la fibra híbrida orgánica/inorgánica puede usarse para formar una material tridimensional, tal como un cordón trenzado, un material formado térmicamente o una bola de fibras cortadas.

5 **[0110]** La impregnación del agregado de nanofibras con el monómero inorgánico puede realizarse por dicho método a medida que se prepara una solución de monómero, y el agregado de nanofibras se sumerge en su interior, y puede usarse una instalación para alto nivel de procesamiento tal como teñido o recubrimiento de materiales fibrosos ordinarios. La solución puede ser una solución acuosa, un disolvente orgánico o un fluido supercrítico.

**[0111]** El monómero que impregna el agregado de nanofibras está polimerizado preferentemente por polimerización a baja temperatura, tal como un método sol-gel, para no elevar la temperatura más allá del punto de fusión de las nanofibras, para evitar que las nanofibras se fundan o cohesionen debido a la fluidez. Cuando se reduce el cloruro metálico también es preferible realizar la reducción a una temperatura por debajo del punto de fusión de las nanofibras en condiciones suaves, para evitar el uso de un ácido fuerte o un álcali fuerte, de manera que la nanofibra no pudiera cambiarse. La descripción detallada del método sol-gel puede encontrarse, por ejemplo,  
15 en "The Science of Sol-gel Method" (escrito por Sumio SAKIBANA, Agne Shofu Publishing Inc.).

**[0112]** Aunque la fibra híbrida orgánica/inorgánica puede usarse tal cual, esta puede procesarse también para eliminar el componente de nanofibra de la misma y formar una fibra porosa del material inorgánico.

**[0113]** Es importante que 90% en peso o mayor de la fibra porosa inorgánica sea un material inorgánico, tal como un metal, un óxido metálico, un haluro metálico o un complejo metálico, para mejorar la resistencia al calor. El diámetro medio de los poros está preferentemente en un intervalo de 1 a 5000 nm en la dirección del eje menor en la sección transversal, para aumentar la superficie de área específica, mejorar la capacidad de adsorción y/o disminuir el peso. El diámetro medio de los poros está más preferentemente en un intervalo de 1 a 100 nm. La expresión "dirección del eje menor en la sección transversal" significa la dirección radial de la nanofibra usada como molde.  
20

25 **[0114]** La longitud de la fibra porosa inorgánica es preferentemente de 1 mm o mayor, para mantener la forma del material fibroso. La longitud de la fibra es más preferentemente de 10 cm o mayor.

**[0115]** El componente de nanofibra puede eliminarse por calcinación, tal como para gasificar la nanofibra o extracción mediante un disolvente. La temperatura de calcinación puede estar en el intervalo de 5000 a 1000 °C, aunque depende del componente de polímero orgánico. Puesto que la calcinación generalmente provoca que el material se contraiga, el tamaño de poro que queda después de eliminar las nanofibras puede controlarse mediante la temperatura de calcinación. La calcinación puede realizarse en una instalación conocida, que se usa para procesar sílice u óxido metálico, tal como titanio, o para procesar fibras de carbono. En el caso de eliminación por extracción puede usarse un disolvente, que disuelve altamente un polímero orgánico. Por ejemplo, un ácido, tal como ácido fórmico, puede usarse en caso de que el polímero orgánico sea nylon, una solución alcalina o un  
30 disolvente orgánico, basado en halógeno, tal como ortoclorofenol, puede usarse en el caso de poliéster y un disolvente orgánico tal como tolueno puede usarse en el caso de PP. Para el equipo de extracción, puede usarse una instalación para procesamiento de alto nivel de material tejido que se conoce en la técnica.  
35

**[0116]** La fibra híbrida orgánica/inorgánica o la fibra porosa inorgánica puede tomar diversas formas del material fibroso, tal como un tejido tejido/tricotado, tejido no tejido u otra tela o un material formado térmicamente, análogamente al agregado de nanofibras descrito previamente y, por lo tanto, puede usarse en diversas aplicaciones tales como telas, módulos o laminado con otro material. La capacidad de adsorción y la capacidad de absorción de humedad del material pueden utilizarse en forma de productos para interior, tales como cortinas, papel pintado para paredes, alfombras, moquetas y mobiliario o filtros químicos para eliminar contaminantes químicos en una habitación limpia. Las láminas desodorantes usadas en aseos o salas de estar, materiales para interior de vehículo, para  
40 mejorar el entorno en el vehículo, específicamente el tapizado de los asientos y el revestimiento del techo, puede estar fabricado también a partir del material. Además, ropas, tazas, alfombrillas u otros materiales para vestir que sean cómodos y tengan propiedad desodorante pueden fabricarse también. Además, puede fabricarse un material de protección frente a la radiación electromagnética que utiliza la conductividad eléctrica del metal, materiales industriales tales como un filtro o sensor y dispositivos médicos tales como un material de adsorción de células.  
45

50 **[0117]** La presente invención se describirá ahora en detalle mediante los siguientes ejemplos. Las propiedades físicas en los ejemplos se determinaron mediante los siguientes métodos.

A. Viscosidad en estado fundido del polímero:

**[0118]** La viscosidad en estado fundido de una muestra de polímero se determinó usando un capilógrafo 1B, disponible en Toyo Seiki Seisaku-Sho, Ltd. El tiempo de residencia de la muestra de polímero desde la carga de la  
55 muestra hasta el comienzo de la determinación se ajustó a 10 minutos.

B. Punto de fusión:

**[0119]** El punto de fusión se definió como la temperatura superior del pico a la que una muestra de polímero se funde en un segundo ensayo, determinado usando Perkin Elmer DSC-7, a una tasa de exploración de temperatura de 16 °C por minuto, con una cantidad de muestra de 10 mg.

#### C. Tensión de cizalla en el orificio de la hilera

5 **[0120]** La tensión de cizalla entre la pared del orificio de la hilera y el polímero se calculó mediante la ley de Hagen-Poiseuille, que dicta que la tensión de cizalla ( $\text{dina/cm}^2$ ) se da como  $R \times P/2L$ , donde R es el radio del orificio de la hilera (cm), P es la pérdida de presión en el orificio de la hilera ( $\text{dina/cm}^2$ ) y L es la longitud del orificio de la hilera (cm). La pérdida de presión se calcula como  $P = 8L\eta Q/\pi R^4$ , donde  $\eta$  es la viscosidad del polímero (poise), Q es el caudal de descarga ( $\text{cm}^3/\text{s}$ ) y  $n$  es la constante circular. Se usa el valor de la viscosidad del polímero a la  
10 temperatura (°C) del orificio de la hilera y la tasa de cizalla ( $\text{s}^{-1}$ ).

**[0121]** Un  $\text{dina/cm}^2$  en el sistema de unidad CGS corresponde a 0,1 Pa en el sistema de unidades SI. En el caso de que el amasado e hilado se realicen continuamente (Ejemplos 8 a16, Ejemplos Comparativos 2 a 4), la viscosidad en estado fundido de la aleación de polímero se midió mediante el capilógrafo 1B, después de muestrear  
15 elementos fabricados por enfriamiento rápido, en una posición 10 cm por debajo de la hilera, y solidificación del hilo hilado sin levantarlo.

#### D. Irregularidad Uster (U%) de la fibra de aleación de polímero:

**[0122]** La irregularidad Uster se determinó usando un USTER TESTER 4, disponible en Zellweger Uster, en un modo normal, a una velocidad de alimentación de hilo de 200 metros por minuto.

#### E. Observación TEM de la sección transversal de la fibra:

20 **[0123]** Se prepararon trozos ultrafinos de una muestra de fibra en la dirección transversal, y las secciones transversales de la fibra se observaron usando un microscopio electrónico de transmisión (TEM). Cuando fuera necesario, las secciones se sometieron a tinción metálica.

**[0124]** Dispositivo TEM: Modelo H-7100FA, disponible en Hitachi, Ltd.

#### F. Finura de fibra individual y diámetro de fibra individual de nanofibras promedio en número

25 **[0125]** El valor medio de la finura de fibra individual se determinó de la siguiente manera. Los diámetros de fibras individuales y finura de fibras individuales se determinaron a partir de fotografías TEM de la sección transversal de la fibra, usando un software de procesamiento de imágenes (WINROOF), y los valores se promediaron. Los valores medios se definen como los diámetros de fibras individuales y finura de fibras individuales promedio en número. Se midieron diámetros de fibra individual de 300 o más nanofibras, que están muestreadas aleatoriamente en la misma  
30 sección transversal. Esta medición se realizó en al menos cinco lugares separados por una distancia de 10 m o mayor entre sí, para medir los diámetros de 1500 o más fibras individuales en total.

#### G. Dispersión de los valores de finura de fibra individual de las nanofibras

**[0126]** La dispersión de los valores de finura de fibra individual de las nanofibras se evalúa de la siguiente manera. La finura de la fibra individual de  $d_i$  de cada fibra individual se totaliza para obtener la finura total ( $dt_1 + dt_2 + \dots + dt_n$ ),  
35 usando los datos usados para determinar la finura de fibra individual promedio en número. Contando la frecuencia (número) de nanofibras que tienen el mismo valor de finura, el producto del valor de finura de fibras individuales y la frecuencia dividida por la finura total se toma como la proporción de finura de este valor de finura de fibra individual.

#### H. Dispersión de los diámetros de nanofibras

**[0127]** La dispersión de diámetros de las nanofibras se determina de la siguiente manera. Es decir, la dispersión  
40 de los diámetros de las nanofibras se evalúa mediante la proporción de finura de las fibras individuales que tienen un diámetro dentro de una sección que tiene una anchura de 30 nm cerca de la mediana del diámetro de fibra individual. Se representa la concentración de los diámetros alrededor de la mediana, y el mayor valor de la misma significa una menor dispersión. Este valor de dispersión se determina también usando los datos que se usaron para determinar la finura de fibra individual promedio en número. Es decir, se cuenta la frecuencia para cada diámetro de  
45 la fibra individual, y la suma de las proporciones de finura de las fibras individuales que está dentro de la sección que tiene una anchura de 30 nm de la mayor frecuencia se define como la proporción de finura de las fibras individuales, que están en la sección que tiene una anchura de 30 nm de diámetro de las fibras individuales.

#### I. Número medio de diámetros de dominios de isla

**[0128]** El número medio de dominios de isla se determina de la siguiente manera. Los diámetros de los dominios  
50 de isla, en términos de círculo equivalente, se determinaron a partir de fotografías TEM de la sección transversal de la fibra usando el software de procesamiento de imágenes (WINROOF), y los valores se promediaron. Se midieron los diámetros de 300 o más dominios de isla que se muestrearon aleatoriamente en la misma sección transversal.

Esta medición se realizó en cinco puntos separados por una distancia de 10 m o mayor entre sí, en la dirección longitudinal del hilo de aleación de polímero, para medir los diámetros de 1500 o más de los dominios de islas en total.

J. Dispersión de los diámetros de dominios de isla

5 **[0129]** La dispersión de los diámetros de los dominios de isla se determina de la siguiente manera. Usando los datos usados en la determinación del diámetro medio en número descrito anteriormente, el área de la sección transversal  $S_i$  de cada componente de isla se totaliza para obtener el área total ( $S_1 + S_2 + \dots + S_n$ ). El producto de la frecuencia (número) de dominios de isla que tienen el mismo diámetro (área) y el área se dividen por la proporción de finura total, para dar la proporción de área del dominio de isla.

10 K. Dispersión de los diámetros de dominios de isla

**[0130]** La dispersión de los diámetros de dominios de isla se determina de la siguiente manera. Se determina la proporción de área de los dominios de isla que están dentro de una zona de 30 nm en el diámetro de dominio de isla, cerca de la mediana del número medio de diámetros de los dominios de isla, o en la porción de alta proporción de área. Este valor de dispersión se determinó también usando los datos que se usaron para determinar el diámetro de fibra individual promedio en número. Es decir, se cuenta la frecuencia para cada diámetro de los dominios de isla, y la proporción de área total de los dominios de isla que está en la sección que tiene una anchura de 30 nm de la mayor frecuencia se define como la proporción de área de los dominios de isla que está en la sección que tiene una anchura de 30 nm. Por ejemplo, una sección de 55 a 84 nm es una sección que tiene una anchura de 30 nm en la dispersión de los diámetros de los dominios de isla no menor de 55 nm y no mayor de 84 nm. La proporción de área representa la proporción de área de los dominios de isla que están en la sección de diámetros.

L. Observación SEM

**[0131]** La superficie lateral de la fibra recubierta con una aleación de platino-paladio por deposición en fase vapor se observó bajo un microscopio electrónico de barrido.

**[0132]** Dispositivo SEM: Modelo S-4000, disponible en Hitachi, Ltd.

25 M. Propiedades mecánicas

**[0133]** El peso de un segmento de 10 m del agregado de nanofibras se midió para cinco segmentos, y el valor del mismo se usó para determinar la finura (dtex) del agregado de nanofibras. Para la fibra de aleación de polímero, se muestrearon madejas de hilo de 100 m de longitud, y cinco madejas se pesaron para determinar la finura (dtex) a partir del valor medio. Después, a temperatura ambiente (25 °C), se determinó la carga-alargamiento en las condiciones especificadas en JIS L1013, siendo la longitud de muestra inicial de 2000 mm y la velocidad de estirado de 200 mm por minuto. Después, la carga a rotura se dividió por la finura inicial para dar la resistencia. El alargamiento a rotura se dividió por la longitud de muestra inicial, para dar la proporción de alargamiento y, por consiguiente, se determinó la curva resistencia-alargamiento.

N. Anchura del ángulo del patrón de difracción de rayos X

35 **[0134]** Se tomó una fotografía de placa WAXD en las siguientes condiciones, usando un aparato de difracción de rayos X modelo 4036A2, disponible en Rigaku Denki Co., Ltd.

Fuente de rayos X:	Línea Cu-K $\alpha$ (filtro de Ni)
Potencia de salida:	40 kV x 20 mA
Rendija:	colimador con $\phi$ de poro de 1 mm
Radio de la cámara:	40 mm
Tiempo de exposición:	8 minutos
Película:	Kodak DEF-5

O. Tamaño cristalino

**[0135]** La intensidad de difracción a lo largo de la línea ecuatorial se midió en las siguientes condiciones, usando un aparato de difracción de rayos X modelo 4036A2, disponible en Rigaku Denki Co., Ltd.

40

Fuente de rayos X: Línea Cu-K (filtro de Ni)

Potencia de salida: 40 kV x 20 mA  
 Rendija: 2 mm  $\varphi$  -1° -1°  
 Detector: Contador de centelleo  
 Grabador de recuento: Modelo RAD-C de Rigaku Denki Co., Ltd.  
 Etapa de exploración: 0,05°  
 Tiempo de integración: 2 segundos

**[0136]** El tamaño cristalino L en la orientación del plano (200) se calculó mediante la ecuación de Scherrer, descrita a continuación.

$$L = K\lambda (B_o \cos\theta_B)$$

L: Tamaño cristalino (nm)  
 K: Constante (= 1,0)  
 $\lambda$ : Longitud de onda de los rayos X (0,15418 nm)  
 $\theta_B$ : Ángulo de Bragg

$$\beta_o = (\beta_E^2 - \beta_i^2)^{1/2}$$

$\beta_E$ : Semi-anchura aparente (valor medido)  
 $\beta_i$ : Constante del instrumento ( $1,046 \times 10^{-2}$  rad)

#### 5 P. Orientación cristalina

**[0137]** La orientación cristalina en la dirección del plano (200) se determinó de la siguiente manera.

**[0138]** Usando el mismo aparato que el usado en la medición del tamaño cristalino descrito anteriormente, el pico correspondiente al plano (200) se exploró a lo largo de la circunferencia para determinar la distribución de intensidad, a partir de cuyo semi-valor se calculó la orientación cristalina mediante la siguiente ecuación.

10 Orientación cristalina ( $\pi$ ) = (180 - H)/180

H: Semi-anchura (grados)

Intervalo de medición: 0-180 °C

Etapa de exploración: 0,5 °

Tiempo de integración: 2 segundos

Q. Grado de cristalización ( $\chi$ ) medido por el método de Rouland

<Preparación de la Muestra>

15 **[0139]** La muestra se cortó en trozos usando un cuchillo de cuchilla fina, y se pulverizó por molienda en estado congelado en polvo fino. El polvo se puso en un portamuestras (20 mm x 18 mm x 1,5 mm), fabricado de aluminio, y se midió.

<Instrumento de Medición>

**[0140]** Generador de rayos X: Modelo RU-200 (Tipo cátodo de rotación opuesta) de Rigaku Denki Co., Ltd.

**[0141]** Fuente de rayos X: Línea CuK $\alpha$  (monocromador de cristal de grafito curvado)

Potencia de salida: 50 kV, 200 mA  
 Goniómetro: Modelo 2155D de Rigaku DenkiCo., Ltd.  
 Rendija: 1 ° -0,15 mm-1 ° -0,45 mm

Detector:	Contador de centelleo
Grabador de recuento:	Modelo RAD-B de Rigaku Denki Co., Ltd.
2 $\theta$ /q	Exploración continua
Intervalo de medición:	2 $\theta$ = 5 - 145 °
Muestreo:	0,02°
Velocidad de exploración:	2°/min.

<Análisis>

**[0142]** El grado de cristalización se determinó por el método de Rouland. El grado de cristalización ( $\chi$ ) se calculó mediante la siguiente ecuación.

$$\chi = \frac{\int_0^{\infty} s^2 I_c(s) ds}{\int_0^{\infty} s^2 I(s) ds} \cdot \frac{\int_0^{\infty} s^2 \bar{f}^2 ds}{\int_0^{\infty} s^2 \bar{f}^2 D ds}$$

$$D = \exp(-ks^2)$$

- s: Número de onda (= 2sen $\theta$ / $\lambda$ )
- $\lambda$ : Longitud de onda de rayos X (Cu: 1,5418 Å)
- I(s): Intensidad de rayos X de dispersión coherente a partir de la muestra
- I<sub>c</sub>(s): Intensidad de rayos X de dispersión coherente a partir del cristal

5  $\bar{f}^2$ : Factor de dispersión atómico media cuadrática.

**[0143]** El análisis se realizó usando los datos obtenidos corrigiendo los datos medidos con el factor de polarización, factor de absorción y dispersión por aire. Después, el efecto de dispersión Compton se eliminó y la curva amorfa se separó, para determinar de esta manera el grado de cristalización a partir de la proporción de intensidad del pico de difracción cristalina respecto a la dispersión no cristalina.

10 R. Proporción de contracción en agua en ebullición

**[0144]** Se prepara una madeja de diez vueltas enrollando la muestra alrededor de un carrete de envuelta, que tiene una longitud periférica de 1 m. Con una carga de una décima parte de la finura total suspendida desde la madeja, se mide la longitud inicial (L<sub>0</sub>). Después, la madeja con la carga eliminada de la misma se sumerge en un baño de agua que hierve a 98 °C durante 15 minutos. Luego, después de secar la madeja al aire, la longitud de la madeja (L<sub>1</sub>) después del tratamiento se mide a una carga de una décima parte de la finura total. La proporción de contracción en agua en ebullición se calcula mediante la siguiente ecuación.

$$\text{Proporción de contracción en agua en ebullición (\%)} = ((L_0 - L_1)/L_0) \times 100\%$$

S. Proporción de contracción térmica por secado a 140 °C

**[0145]** Una muestra que tiene marcas a una distancia de 10 cm entre sí, se calienta sin carga en un horno a 140 °C durante 15 minutos. Después, se mide la distancia entre las marcas (L<sub>2</sub>), y la proporción de contracción se calcula mediante la siguiente ecuación.

$$\text{Proporción de contracción térmica por secado a 140 °C (\%)} = ((L_0 - L_2)/L_0) \times 100\%$$

T. Proporción de adsorción de humedad ( $\Delta$ MR):

**[0147]** Se pesan aproximadamente uno a dos gramos de la muestra en un frasco de pesado, se secan a 110 °C durante 2 horas, y se determina el peso de la muestra pesada (W<sub>0</sub>). A continuación, la sustancia de muestra se mantiene a 20 °C, con una humedad relativa del 65%, durante 24 horas, y su peso se mide después (W<sub>65</sub>), y la sustancia de muestra se mantiene entonces a 30 °C, con una humedad relativa del 90%, durante 24 horas, y su peso se mide entonces (W<sub>90</sub>). La proporción de adsorción de humedad  $\Delta$ MR se calcula de acuerdo con las siguientes ecuaciones.



$$MR65 = [(W65-W0) / W0] \times 100\% \quad (1)$$

$$MR90 = [(W90-W0) / W0] \times 100\% \quad (2)$$

$$\Delta MR = MR90 - MR65 \quad (3)$$

U. Alargamiento reversible al absorber agua y porcentaje de alargamiento en la dirección longitudinal del hilo:

**[0148]** La longitud original (L3) de una fibra de muestra se determina después de secar la fibra a 60 °C durante 4 horas. La fibra se sumerge en agua a 25 °C durante 10 minutos y se saca, y la longitud de la fibra después del tratamiento (L4) se determina inmediatamente después. La longitud de la fibra después del secado (L5) se determina después de secar la fibra a 60 °C durante 4 horas. El procedimiento de secado e inmersión en agua se repite un total de tres veces. La muestra se evalúa para si tiene un alargamiento reversible al absorber agua, cuando muestra un porcentaje de alargamiento en la dirección longitudinal del hilo en el tercer procedimiento de 50% o mayor que en el primer procedimiento. El porcentaje de alargamiento en una dirección longitudinal del hilo se determina mediante el cálculo de acuerdo con la siguiente ecuación. La longitud de la fibra se determina por unión de la fibra de muestra con dos hilos coloreados a un intervalo de aproximadamente 100 mm, y midiendo la longitud entre los dos hilos.

$$\text{Porcentaje de alargamiento (\%)} \text{ en la dirección longitudinal del hilo} = ((L4 - L3) / L3) \times 100 (\%)$$

15 V. Número de rizos:

**[0149]** Una fibra de muestra de 50 mm de longitud se muestreó, el número de rizos (picos) por 25 mm se contó y el número de rizos se definió como la mitad del valor determinado anteriormente.

W. Tono de color (b\*):

**[0150]** El tono de color b\* se determinó usando un ESPECTROFOTÓMETRO MINOLTA CM-3700d con una fuente de luz de D<sub>65</sub> (temperatura de color de 6504K) en un campo visual de 10 grados.

Ejemplo 1

**[0151]** Un N6 (20% en peso) y un PET copolimerizado (80% en peso) se fundieron y amasaron en una amasadora de extrusión de doble tornillo a 260 °C, para obtener virutas de aleación de polímero que tienen un valor b\* de 4. El N6 tenía una viscosidad en estado fundido de 53 Pa·s (262 °C a una tasa de cizalla de 121,6 s<sup>-1</sup>), un punto de fusión de 220 °C y una cantidad de grupos aminoterminales de 5,0 x 10<sup>-5</sup> equivalentes molares por gramo, como resultado del bloqueo de las aminas terminales con ácido acético. El PET copolimerizado que tenía una viscosidad en estado fundido de 310 Pa·s (262 °C a una tasa de cizalla de 121,6 s<sup>-1</sup>) y un punto de fusión de 225 °C, se ha copolimerizado con 8% en moles de ácido isoftálico y 4% en moles de bisfenol A. El PET copolimerizado tenía una viscosidad en estado fundido de 180 Pa·s a 262 °C y una tasa de cizalla de 1216 s<sup>-1</sup>. Las condiciones de amasado fueron las siguientes.

**[0152]** Tipo de tornillo; doble trituración, de interconexión total, unidireccional

**[0153]** Tornillo: diámetro de 37 mm, longitud eficaz de 1670 mm,

$$L/D = 45,1$$

**[0154]** La longitud de la sección de amasado era 28% de la longitud eficaz del tornillo.

35 **[0155]** La sección de amasado estaba dispuesta sobre el lado de descarga de un punto a un tercio de la longitud eficaz del tornillo.

**[0156]** Tres secciones de flujo de retorno a medio camino.

**[0157]** Alimentación de polímero: el N6 y el PET copolimerizado se pesaron independientemente, y se alimentaron por separado a la amasadora.

40

Temperatura: 260 °C

Purga: 2 puntos

**[0158]** Las virutas de aleación de polímero se hilaron mediante una máquina de hilado mostrada en la Figura 12, para obtener de esta manera fibras de aleación de polímero. Las virutas de aleación de polímero de una tolva 1 se fundieron en una sección de fundido 2 a 275 °C y se introdujeron en un bloque de hilado 3, que incluía un paquete de hilado 4 a una temperatura de hilado de 280 °C. La aleación de polímero fundido se filtró a través de un tejido no tejido metálico, que tenía un diámetro de orificio máximo de 15 µm, y se sometió a hilado en estado fundido a través de una hilera 5, cuya temperatura de la superficie se ajustó a 262 °C. La hilera 5 tenía una sección de pesada 12, de 0,3 mm de diámetro, localizada por encima de un orificio, con un diámetro de orificio 14 de 0,7 mm y una longitud de orificio 13 de 1,75 mm, como se muestra en la Figura 13. Una velocidad de descarga por orificios se ajustó a 1,0 g por minuto. Una tensión de cizalla entre el orificio de la hilera y el polímero era suficientemente baja a 0,058 MPa (la viscosidad de la aleación de polímero era 140 Pa·s a 262 °C y una tasa de cizalla de 416 s<sup>-1</sup>). La distancia desde la superficie inferior de la hilera al punto de inicio de enfriamiento (extremo superior del equipo de enfriamiento 6) era de 9 cm. La hebra descargada 7 se enfrió y solidificó mediante enfriamiento con aire a 20 °C a lo largo de 1 m, se alimentó con un aceite mediante una guía de acabado 8 dispuesta a 1,8 m por debajo de la hilera 5 y se enrolló a través de un primer rodillo de recogida 9 y un segundo rodillo de recogida 10, que no estaban calentados, a una velocidad de 900 m por minuto, para obtener de esta manera un paquete de hilo no estirado 11 que pesaba 6 kg. En este procedimiento, la fibra mostró una buena capacidad de hilado, y se rompió solo una vez durante el hilado de 1 t. El hilo no estirado de las fibras de aleación de polímero se sometió a tratamiento de estirado térmico mediante una máquina de estirado mostrada en la Figura 14. El hilo no estirado 15 se alimentó mediante un rodillo de alimentación 16 y se estiró y recoció mediante un primer rodillo caliente 17, un segundo rodillo caliente 18 y un tercer rodillo 19, para obtener de esta manera un hilo estirado 20. Las temperaturas se ajustaron a 90 °C para el primer rodillo caliente 17 y 130 °C para el segundo rodillo caliente 18. La proporción de estirado entre el primer rodillo caliente 17 y el segundo rodillo caliente 18 se ajustó a 3,2. Las figuras de aleación de polímero obtenidas de esta manera mostraron buenas propiedades de 120 dtex, 36 filamentos, 4,0 cN/dtex de resistencia, 35% de alargamiento, U% = 1,7% y 11% de contracción en agua en ebullición. La observación de una sección transversal de la fibra de aleación de polímero con un TEM mostró una estructura de islas en el mar, donde el PET copolimerizado (porción clara) formaba el mar y el N6 (porción oscura) formaba las islas (Figura 2). El diámetro del dominio de islas de N6 promedio en número era 53 nm, indicando que el N6 estaba dispersado uniformemente, del orden de nanómetros, en la fibra de aleación de polímero.

**[0159]** Las fibras de aleación de polímero obtenidas de esta manera se formaron en un galón redondo, que se sumergió en una solución acuosa al 3% de hidróxido sódico (90 °C, proporción de baño 1:100) durante dos horas, para eliminar de esta manera 99% o más del PET copolimerizado de las fibras de aleación de polímero por hidrólisis. El galón redondo que comprende únicamente hilo de N6 mostró un aspecto macroscópico de fibras largas continuas y mantuvo la forma de galón redondo, a pesar del hecho de que el PET copolimerizado que constituía el componente de mar se eliminó. Además, bastante diferente de un galón redondo formado a partir de una fibra de N6 ordinario, este galón redondo no mostró el tacto viscoso del nylon, sino que mostraba el lustre de la seda o el tacto seco del rayón.

**[0160]** Un hilo se estiró a partir del galón redondo, que comprendía únicamente el hilo de N6, y se observó sobre la superficie lateral de la fibra bajo un microscopio óptico. El diámetro de la fibra se había reducido aproximadamente dos tercios respecto al estado antes del tratamiento alcalino, mostrando que la fibra se había contraído en la dirección radial cuando el componente de mar se eliminaba (Figura 4). Después, la observación de la superficie lateral de la fibra bajo el SEM mostró que el hilo no era un solo hilo, sino un agregado de nanofibras que tenía morfología como un hilo de hilado, que estaba constituido por numerosas nanofibras coaguladas (Figura 3). El espaciado entre las nanofibras en el agregado N6 de nanofibras era de aproximadamente varios nanómetros a varios cientos de nanómetros, existiendo huecos extremadamente pequeños entre las nanofibras. El dibujo de una sección transversal de la fibra con un TEM mostrado en la Figura 1 indica que un diámetro de una fibra individual de nanofibra de N6 es de aproximadamente varios cientos de nanómetros. La nanofibra tenía una finura sin precedentes cuando el diámetro de fibra individual promedio en número era de 56 nm ( $3 \times 10^{-5}$  dtex). La proporción de finura de las fibras individuales que tenían una finura de fibra individual promedio en número estaba en un intervalo de  $1 \times 10^{-7}$  a  $1 \times 10^{-4}$  dtex (equivalente a un diámetro de fibra individual de 1 a 105 nm) era de 99%. Particularmente, la proporción de finura de las fibras individuales que tenían un diámetro en un intervalo de 55 a 84 nm era de 71%, con una dispersión muy pequeña de los valores de finura de fibra individual. Los histogramas de los diámetros de fibra individual y finura de fibra individual de las nanofibras determinados a partir de la fotografía TEM se muestran en la Figura 5 y en la Figura 6. El número (frecuencia) y proporción de finura se determinaron para cada sección que tenía una anchura de 10 nm de diámetro de la fibra individual. Es decir, las fibras individuales que tenían diámetros en un intervalo de 55 a 64 nm se contaron como una fibra individual que tenía un diámetro de 60 nm, las fibras individuales que tenían diámetros en un intervalo de 75 a 84 nm se contaron como una fibra individual que tenía un diámetro de 80 nm.

**[0161]** La medición de la proporción de adsorción de humedad ( $\Delta MR$ ) del galón redondo consistía únicamente en el N6 que mostraba una alta capacidad de adsorción de humedad de 6%, superando la del algodón. Adicionalmente, un hilo que comprendía el agregado de nanofibras de N6 se estiró a partir del galón redondo, y se midieron diversas

propiedades físicas. El hilo mostró una tasa de alargamiento tal en una dirección longitudinal del hilo al absorber agua, que indicaba una repetición reversible de hinchamiento tras la absorción de agua y contracción tras el secado (Figura 11). La tasa de alargamiento en la dirección longitudinal del hilo al absorber agua era de 7%, mucho mayor del 3% en el caso de la fibra de N6 ordinario. La medición de las propiedades mecánicas del hilo, que comprendía el agregado de nanofibras de N6 mostró una resistencia de 2,0 cN/dtex y un alargamiento de 50%. La proporción de contracción por calentamiento secando a 140 °C era de 3%. La fotografía de difracción de rayos X de ángulo ancho de este hilo mostró que el polímero cristalizaba con una orientación ordenada y una proporción suficientemente alta de orientación cristalina de 0,85. Sin embargo, a medida que el hilo que comprendía el agregado de nanofibras estiradas del galón redondo se rizaba en su conjunto, el valor medido incluye la influencia de la desorientación provocada por el rizado, y la proporción real de orientación cristalina sería mayor. El grado de cristalización medido por el método de Rouland era de 55%, un poco mayor que el de la fibra de N6 ordinario.

**[0162]** Cuando el galón redondo se pulió mostró una excelente sensación en las manos, proporcionando una sensación ultrasuave, tal como la piel de melocotón, o un tacto suave y húmedo como la piel humana, que nunca antes se había conseguido con las fibras ultrafinas de la técnica anterior.

#### 15 Ejemplo 2

**[0163]** Se obtuvieron virutas de aleación de polímero que tenían un valor  $b^*$  de 4, usando una amasadora de extrusión de doble tornillo análogamente al Ejemplo 1, excepto por el uso de un N6 (20% en peso) que tenía una viscosidad en estado fundido de 212 Pa·s (262 °C a una tasa de cizalla de 121,6  $s^{-1}$ ) y una cantidad de grupos amino terminales de  $5,0 \times 10^{-5}$  equivalentes molares por gramo, como resultado del bloqueo de las aminas terminales de un punto de fusión de 220 °C con ácido acético. Las virutas de polímero se sometieron al procedimiento de hilado en estado fundido análogamente al Ejemplo 1, excepto para ajustar la tasa de descarga por orificio a 1,0 gramo por minuto, y la tensión de cizalla entre el orificio de la hilera y el polímero a 0,071 MPa (la viscosidad de la aleación de polímero era de 170 Pa·s a 262 °C y una tasa de cizalla de 416  $s^{-1}$ ). En este procedimiento, la fibra mostró una buena capacidad de hilado y se rompió solo una vez durante el hilado de 1 t. El hilo no estirado de la aleación de polímero se estiró análogamente al Ejemplo 1, excepto porque se ajustó la tasa de estirado a 3,0, para obtener de esta manera fibras de aleación de polímero que tenían buenas propiedades de 128 dtex, 36 filamentos, 4,1 cN/dtex de resistencia, 37% de alargamiento,  $U\% = 1,2\%$  y 11% de contracción en agua en ebullición. La observación de una sección transversal de la fibra de aleación de polímero obtenida de esta manera bajo el TEM mostró una estructura de islas en el mar, donde el PET copolimerizado formaba el mar y el N6 formaba las islas, análogamente al Ejemplo 1. El diámetro del dominio de islas de N6 promedio en número era 40 nm, que indicaba que el N6 estaba dispersado uniformemente, del orden de nanómetros, en la fibra de aleación de polímero.

**[0164]** Las fibras de aleación de polímero obtenidas de esta manera se sometieron a un tratamiento alcalino análogamente al Ejemplo 1, y se obtuvo un agregado de las nanofibras de morfología como un hilo de hilado. La dispersión de los valores de finura de fibra individual de las nanofibras se analizó análogamente al Ejemplo 1, mostrando que la nanofibra tenía una finura sin precedentes cuando el diámetro de fibra individual promedio en número era 43 nm ( $2 \times 10^{-5}$  dtex), con una dispersión muy pequeña de los valores de finura de fibra individual.

**[0165]** La proporción de adsorción de humedad ( $\Delta MR$ ) de un galón redondo formado a partir de un agregado de nanofibras era de 6%, y la tasa de alargamiento en la dirección longitudinal del hilo al absorber agua era de 7%. Un hilo que comprendía el agregado de nanofibras de N6 mostró una resistencia de 2,2 cN/dtex y un alargamiento de 50%. Una proporción de contracción por calentamiento con secado a 160 °C era de 3%.

**[0166]** Cuando el galón redondo se pulió, mostró una excelente sensación en las manos, proporcionando una sensación ultrasuave como la piel de melocotón, o un tacto suave y húmedo como la piel humana, que nunca antes se había conseguido con las fibras ultrafinas de la técnica anterior.

#### Ejemplo 3

**[0167]** El hilado en estado fundido se realizó análogamente al Ejemplo 2, excepto que se usó un N6 (20% en peso) que tenía una viscosidad en estado fundido de 500 Pa·s (262 °C a una tasa de cizalla de 121,6  $s^{-1}$ ) y un punto de fusión de 220 °C. Después, el hilado en estado fundido se realizó análogamente al Ejemplo 1, excepto que se ajustó la tensión de cizalla entre el orificio de la hilera y el polímero a 0,083 MPa (la viscosidad de la aleación de polímero era 200 Pa·s a 262 °C y una tasa de cizalla de 416  $s^{-1}$ ), para obtener de esta manera un hilo no estirado de aleación de polímero. En este procedimiento, la fibra mostraba una buena capacidad de hilado y se rompió solo una vez durante el hilado de 1 t. El hilo no estirado se estiró y se sometió a recocado análogamente al Ejemplo 2, para obtener de esta manera fibras de aleación de polímero que tenían buenas propiedades de 128 dtex, 36 filamentos, 4,5 cN/dtex de resistencia, 37% de alargamiento,  $U\% = 1,9\%$  y 12% de contracción en agua en ebullición. La observación de una sección transversal de la fibra de aleación de polímero con un TEM mostró una estructura de islas en el mar, donde el PET copolimerizado formaba el mar y el N6 formaba las islas, análogamente al Ejemplo 1. El diámetro del dominio de islas de N6 promedio en número era de 60 nm, indicando que el N6 estaba dispersado uniformemente, del orden de nanómetros, en la fibra de aleación de polímero.

**[0168]** Las fibras de aleación de polímero obtenidas de esta manera se sometieron a un tratamiento alcalino análogamente al Ejemplo 1, y se obtuvo un agregado de nanofibras que tenía una morfología como un hilo hilado. La dispersión de los valores de finura de fibra individual de las nanofibras se analizó análogamente al Ejemplo 1, mostrando que la nanofibra tenía una finura sin precedentes cuando el diámetro de fibra individual promedio en número era de 65 nm ( $4 \times 10^{-5}$  dtex), con una dispersión muy pequeña de los valores de finura de fibra individual.

**[0169]** La proporción de adsorción de humedad ( $\Delta MR$ ) de un galón redondo formado a partir del agregado de las nanofibras era de 6% y la tasa de alargamiento en la dirección longitudinal del hilo al absorber agua era de 7%. Un hilo que comprendía el agregado de nanofibras de N6 mostró una resistencia de 2,4 cN/dtex y un alargamiento de 50%. La proporción de contracción térmica por secado a 140 °C era de 3%.

10 **[0170]** Cuando el galón redondo se pulió, demostró una excelente sensación en las manos, proporcionando una sensación ultrasuave como la piel de melocotón, o un tacto suave y húmedo como la piel humana, que no se había conseguido nunca antes con las fibras ultrafinas de la técnica anterior.

#### Ejemplo 4

**[0171]** El hilado en estado fundido se realizó análogamente al Ejemplo 3, excepto que se ajustó el contenido de N6 al 50% en peso de toda la aleación de polímero. Después, el hilado en estado fundido se realizó análogamente al Ejemplo 3, excepto que se ajustó la tensión de cizalla entre la pared del orificio de la hilera y el polímero a 0,042 MPa, para obtener de esta manera un hilo no estirado de aleación de polímero. En este procedimiento, la fibra mostró una buena capacidad de hilado y se rompió únicamente una vez durante el hilado de 1 t. El hilo no estirado se estiró y se sometió a recocado análogamente al Ejemplo 3, para obtener de esta manera fibras de aleación de polímero que tenían buenas propiedades de 128 dtex, 36 filamentos, 4,3 cN/dtex de resistencia, 37% de alargamiento,  $U\% = 2,5\%$  y 13% de contracción en agua en ebullición. La observación de una sección transversal de la fibra de aleación de polímero con un TEM mostró una estructura de islas en el mar, donde el PET copolimerizado formaba el mar y el N6 formaba las islas, análogamente al Ejemplo 1. El diámetro del dominio de islas de N6 promedio en número era 80 nm, indicando que el N6 estaba dispersado uniformemente, del orden de nanómetros, en la fibra de aleación de polímero.

**[0172]** Las fibras de aleación de polímero obtenidas de esta manera se sometieron a un tratamiento alcalino análogamente al Ejemplo 1, y se obtuvo un agregado de las nanofibras que tenía morfología de un hilo hilado. La dispersión de los valores de finura de fibra individual de las nanofibras se analizó análogamente al Ejemplo 1, mostrando que la nanofibra tenía una finura sin precedentes cuando el diámetro de fibra individual promedio en número era de 84 nm ( $6 \times 10^{-5}$  dtex), con una dispersión muy pequeña de los valores de finura de fibra individual.

**[0173]** Un hilo que comprende el agregado de nanofibras de N6 mostró una resistencia de 2,6 cN/dtex y un alargamiento de 50%.

#### Ejemplo Comparativo 1

**[0174]** Un hilo compuesto de islas en el mar se fabricó de acuerdo con un método descrito en el Ejemplo 1 de la Publicación de Patente No Examinada Japonesa N° 53-106872, usando un PET que tenía una viscosidad en estado fundido de 180 Pa·s (290 °C a una tasa de cizalla de  $121,6 \text{ s}^{-1}$ ) y un punto de fusión de 255 °C como el componente de isla, y un poliestireno (PS), que tenía una viscosidad en estado fundido de 100 Pa·s (290 °C a una tasa de cizalla de  $121,6 \text{ s}^{-1}$ ) y una temperatura de reblandecimiento Vicat de 107 °C como el componente de mar. Este hilo se trató con dicloretileno para eliminar 99% o más del PS de acuerdo con un método descrito en el Ejemplo de la Publicación de Patente No Examinada Japonesa N° 53-106872, para obtener de esta manera un hilo ultrafino. La observación mediante TEM de una sección transversal de la fibra mostró un diámetro de fibra individual grande de 2,0  $\mu\text{m}$  (0,04 dtex).

#### Ejemplo Comparativo 2

**[0175]** Un N6 que tenía una viscosidad en estado fundido de 50 Pa·s (280 °C a una tasa de cizalla de  $121,6 \text{ s}^{-1}$ ) y un punto de fusión de 220 °C, y un PET que tenía una viscosidad en estado fundido de 210 Pa·s (280 °C a una tasa de cizalla de  $121,6 \text{ s}^{-1}$ ) y un punto de fusión de 255 °C se combinaron en virutas, ajustado el contenido de N6 a 20% en peso. Después, el hilado en estado fundido se realizó análogamente al Ejemplo 1, excepto por la fusión a 290 °C, ajustando la temperatura de hilado a 296 °C y la temperatura de la superficie de la hilera a 280 °C y usando una hilera recta que tenía 36 orificios, un diámetro de orificio de 0,30 mm y una longitud de orificio de 50 mm. Un hilo no estirado se enrolló a una tasa de hilado de 1000 m/min. Debido a la operación de mezclado simple de virutas y una gran diferencia en el punto de fusión entre los polímeros, se observaron una irregularidad de mezclado significativa del N6 y el PET y un Barus significativo en la hilera. Aunque el hilo no pudo enrollarse de forma estable debido a la baja tirantez, se obtuvo una pequeña cantidad de hilo no estirado, y se estiró análogamente al Ejemplo 1 con una temperatura del primer rodillo caliente 17 ajustada a 85 °C y una proporción de estirado ajustada a 3 veces, para obtener de esta manera un hilo estirado de 100 dtex y 36 filamentos.

**[0176]** Este hilo se formó en un galón redondo análogamente al Ejemplo 1, y se sometió también a tratamiento

alcalino para eliminar 99% o más del componente de PET. Un hilo compuesto únicamente por N6 se estiró del galón redondo. La observación con un TEM de la sección transversal de la fibra mostró que se formó un hilo ultrafino que tenía un diámetro de fibra individual de 400 nm a 4  $\mu\text{m}$  (finura de fibra individual de  $1 \times 10^{-3}$  a  $1 \times 10^{-1}$  dtex). Sin embargo, mostraba una finura de fibra individual promedio en número de un valor grande de  $9 \times 10^{-3}$  dtex (diámetro de fibra individual de 1,0  $\mu\text{m}$ ). El hilo ultrafino de N6 también mostró una gran dispersión de los valores de finura de fibra individual.

#### Ejemplo Comparativo 3

**[0177]** Un N6 que tenía una viscosidad en estado fundido de 395 Pa·s (262 °C a una tasa de cizalla de  $121,6 \text{ s}^{-1}$ ) y un punto de fusión de 220 °C y un PE que tenía una viscosidad en estado fundido de 56 Pa·s (262 °C a una tasa de cizalla de  $121,6 \text{ s}^{-1}$ ) y un punto de fusión de 105 °C se mezclaron en virutas, ajustando el contenido de N6 a 65% en peso. Posteriormente, después de la fusión usando un aparato mostrado en la Figura 15, ajustando la temperatura de la amasadora de extrusión de un solo tornillo 21 a 260 °C, el hilado en estado fundido se realizó análogamente al Ejemplo 1, excepto que se usó una hilera recta que tenía 12 orificios, un diámetro de orificio de 0,30 mm y una longitud de orificio de 50 mm. Se observaron una irregularidad de mezclado significativa del N6 y el PE y un Barus significativo en la hilera. Aunque el hilo no podía enrollarse de forma estable debido a la baja tirantez, se obtuvo una pequeña cantidad de hilo no estirado y se estiró y se sometió a recocido análogamente al Ejemplo 1, para obtener de esta manera un hilo estirado de 82 dtex y 12 filamentos. La proporción de estirado se ajustó a 2,0.

**[0178]** Este hilo se formó en un galón redondo análogamente al Ejemplo 1, y se sometió a tratamiento de disolución con tolueno a 85 °C durante una hora o más, para eliminar 99% o más del componente de PE. Un hilo que comprendía únicamente N6 se estiró del galón redondo. La observación con un TEM de una sección transversal de la fibra mostró que se había formado un hilo ultrafino que tenía un diámetro de fibra individual de 500 nm a 3  $\mu\text{m}$  (finura de fibra individual  $2 \times 10^{-3}$  a  $8 \times 10^{-2}$  dtex). Sin embargo, mostró una finura de fibra individual promedio en número de un valor grande de  $9 \times 10^{-3}$  dtex (diámetro de fibra individual de 1,0  $\mu\text{m}$ ). El hilo ultrafino de N6 también mostró una gran dispersión de los valores de finura de fibra individual.

#### Ejemplo Comparativo 4

**[0179]** Una operación de hilado en estado fundido se realizó análogamente al Ejemplo Comparativo 3, usando un aparato mostrado en la Figura 17, en la que el N6 tenía una viscosidad en estado fundido de 150 Pa·s (262 °C a una tasa de cizalla de  $121,6 \text{ s}^{-1}$ ) y un punto de fusión de 220 °C, y un PE que tenía una viscosidad en estado fundido de 145 Pa·s (262 °C a una tasa de cizalla de  $121,6 \text{ s}^{-1}$ ) y un punto de fusión de 105 °C se introdujeron en una amasadora de extrusión de doble tornillo mientras se pesaban los polímeros por separado, ajustando el contenido de N6 a 20% en peso. Se observaron una irregularidad de combinación significativa del N6 y el PE y un Barus significativo en la hilera. Aunque el hilo no pudo enrollarse de forma estable debido a la baja tirantez, se obtuvo una pequeña cantidad de hilo no estirado y se estiró y sometió a un tratamiento térmico análogamente al Ejemplo 1, para obtener de esta manera un hilo estirado de 82 dtex y 12 filamentos. La proporción de estirado se ajustó a 2,0.

**[0180]** Este hilo se formó en un galón redondo análogamente al Ejemplo 1, y se sometió a tratamiento de disolución con tolueno a 85 °C durante una hora o más para eliminar 99% o más del componente de PE. Un hilo que comprendía únicamente N6 se estiró del galón redondo. La observación con un TEM de una sección transversal de la fibra mostraba que se había formado un hilo ultrafino que tenía un diámetro de fibra individual de 100 nm a 1  $\mu\text{m}$  (finura de fibra individual  $9 \times 10^{-5}$  a  $9 \times 10^{-3}$  dtex). Sin embargo, mostró una finura de fibra individual promedio en número de un valor grande de  $1 \times 10^{-3}$  dtex (diámetro de fibra individual de 384 nm). El hilo ultrafino mostraba también una gran dispersión de los valores de finura de fibra individual (Figura 7, Figura 8).

#### Ejemplo Comparativo 5

**[0181]** Un hilo compuesto de islas en el mar, fabricado de acuerdo con un método descrito en el Ejemplo Comparativo 1 de la Publicación de Patente Examinada Japonesa Nº 60-28922, usando un paquete de hilado y una hilera mostrados en la Figura 11 de la publicación mencionada anteriormente, y usando un PS y un PET descritos en el Ejemplo Comparativo 1 de la publicación. Un polímero combinado de PS y PET en una proporción en peso de 2:1 se usó como el componente de isla y se usó PS como el componente de mar del hilo compuesto de islas en el mar. La proporción de islas en el mar era 1:1 en una proporción en peso. Específicamente, se usó PET como componente A y se usó PS como componente B y C en la Figura 11.

**[0182]** de la publicación mencionada anteriormente. Este hilo se trató con tricloroetileno análogamente al Ejemplo Comparativo 1 de la Publicación descrita anteriormente, para eliminar 99% o más del PS, para obtener de esta manera un hilo ultrafino. Una observación de una sección transversal de la fibra mostró la existencia de una traza de fibras individuales que tenían un diámetro de aproximadamente 100 nm como mínimo. Sin embargo, puesto que el PET no se dispersaba satisfactoriamente en el PS, mostró una finura de fibra individual promedio en número de un valor mayor de  $9 \times 10^{-4}$  dtex (diámetro de fibra individual de 326 nm). El hilo ultrafino también mostró una gran dispersión de los valores de finura de fibra individual (Figura 9, Figura 10).

Tabla 1

	Polímero de isla			Polímero de mar			Tensión de cizalla en el orificio (MPa)
	Polímero	Viscosidad (Pa·s)	Proporción en peso	Polímero	Viscosidad en estado fundido (Pa·s)	Proporción (% en peso)	
Ejemplo 1	N6	53	20	PET Copolimerizado	310	80	0,058
Ejemplo 2	N6	212	20	PET Copolimerizado	310	80	0,071
Ejemplo 3	N6	500	20	PET Copolimerizado	310	80	0,083
Ejemplo 4	N6	500	50	PET Copolimerizado	310	50	0,042
Ejemplo Comparativo 1	PET	180	96	PS	100	4	-
Ejemplo Comparativo 2	N6	50	20	PET	210	80	0,41
Ejemplo Comparativo 3	N6	395	65	PE	56	35	0,64
Ejemplo Comparativo 4	N6	150	20	PE	145	80	0,40
Ejemplo Comparativo 5	PS/PET	-	50	PS	-	50	-

Tabla 2

	Diámetro promedio en número de dominios de isla (nm)	Dispersión de dominios de isla		Resistencia (cN/dtex)	U% (%)
		Proporción de área (%)	Intervalo de intervalos de diámetros : proporción de área		
Ejemplo 1	53	100	45 - 74 nm: 72%	4,0	1,7
Ejemplo 2	40	100	35 - 64 nm: 75%	4,1	1,2
Ejemplo 3	60	99	55 - 84 nm: 70%	4,5	1,9
Ejemplo 4	80	85	65 - 94 nm: 66%	4,3	2,5
Ejemplo Comparativo 1	2000	0	-	--	
Ejemplo Comparativo 2	1000	0	974-1005 nm: 10%	-	23,5
Ejemplo Comparativo 3	1000	0	974-1005 nm: 10%	-	22,7
Ejemplo Comparativo 4	374	0	395 - 424 nm: 10%	-	20,3

## ES 2 378 428 T3

Ejemplo Comparativo 5	316	0	395 - 424 nm: 10%	-	17,3
Proporción de área: Proporción de área de dominios de isla que tienen diámetros en el intervalo de 1 a 100 nm. Intervalo: Proporción de área en una sección de 30 nm de anchura en diámetros.					

Tabla 3

	Promedio en número de nanofibras		Dispersión de nanofibras		Resistencia del agregado de nanofibras (cN/dtex)
	Diámetro (nm)	Finura (dtex)	Proporción de finura (%)	Intervalo de Intervalo de diámetros : Proporción de finura	
Ejemplo 1	56	$3 \times 10^{-5}$	99	55 - 84 nm: 71%	2,0
Ejemplo 2	43	$2 \times 10^{-5}$	100	45 - 74 nm: 75%	2,2
Ejemplo 3	65	$4 \times 10^{-5}$	98	65 - 94 nm: 70%	2,4
Ejemplo 4	84	$6 \times 10^{-5}$	78	75 -104 nm: 64%	2,6
Ejemplo Comparativo 1	2000 4	$\times 10^{-2}$	0	-	-
Ejemplo Comparativo 2	1000	$9 \times 10^{-3}$	0	974 - 1005 nm: 10%	-
Ejemplo Comparativo 3	1000	$9 \times 10^{-3}$	0	974 - 1005 nm: 10%	-
Ejemplo Comparativo 4	384	$1 \times 10^{-3}$	0	395 - 424 nm: 10%	-
Ejemplo Comparativo 5	326	$9 \times 10^{-4}$	0	395 - 424 nm: 10%	-
Proporción de finura: Proporción de finura de la finura de fibra individual en un intervalo de $1 \times 10^{-7}$ a $1 \times 10^{-4}$ dtex Intervalo: Proporción de área en una sección de 30 nm de anchura en diámetros.					

### Ejemplo 5

- 5 **[0183]** El N6 y el PET copolimerizado usado en el Ejemplo 1 se fundieron por separado a 270 °C en un aparato mostrado en la Figura 16, y el polímero fundido se introdujo en un bloque de hilado 3 que tenía una temperatura de hilado de 280 °C. Los dos polímeros se mezclaron cuidadosamente a través de  $104 \times 10^4$  rendijas en una mezcladora estática 22 ("Hi-Mixer", disponible en TORAY Engineering Co., Ltd.), instalada en un paquete de hilado 4 y la operación de hilado en estado fundido se realizó análogamente al Ejemplo 1. El polímero consistía en un 20% en peso de N6 y 80% en peso del PET copolimerizado. La tensión de cizalla en la hilera era de 0,060 MPa. En este procedimiento, la fibra mostró una buena capacidad de hilado y se rompió solo una vez durante el hilado de 1 t. El hilo no estirado se estiró y se sometió a recocido análogamente al Ejemplo 1. Las fibras de aleación de polímero obtenidas de esta manera mostraron buenas propiedades de 120 dtex, 36 filamentos, 3,9 cN/dtex de resistencia, 38% de alargamiento,  $U\% = 1,7\%$  y 11% de contracción en agua de ebullición. La observación de una sección transversal de la fibra de aleación de polímero con un TEM mostró una estructura de islas en el mar, donde el PET copolimerizado formaba el mar y el N6 formaba las islas, análogamente al Ejemplo 1. El diámetro del dominio de islas de N6 promedio en número era de 52 nm, indicando que el N6 estaba dispersado uniformemente, del orden de nanómetros, en la fibra de aleación de polímero.

- 10 **[0184]** Las fibras de aleación de polímero obtenidas de esta manera se sometieron a un tratamiento alcalino análogamente al Ejemplo 1, y se obtuvo un agregado de las nanofibras que tenía morfología tal como un hilo hilado. La dispersión de los valores de fibra individual de las nanofibras se analizó análogamente al Ejemplo 1, mostrando que la nanofibra tenía una finura sin precedentes cuando el diámetro de fibra individual promedio en número era de

54 nm ( $3 \times 10^{-5}$  dtex), con una dispersión muy pequeña de los valores de finura de fibra individual.

**[0185]** La proporción de adsorción de humedad ( $\Delta MR$ ) de un galón redondo formado a partir del agregado de nanofibras era de 6% y la tasa de alargamiento en la dirección longitudinal de hilo en absorción de agua era de 7%. Un hilo que comprendía el agregado de nanofibras de N6 mostró una resistencia de 2,0 cN/dtex y un alargamiento de 50%. La proporción de contracción térmica con secado a 140 °C era de 3%.

**[0186]** Cuando el galón redondo se pulió, mostró una excelente sensación en las manos, proporcionando una sensación ultrasuave como la piel de melocotón, o un tacto suave y húmedo como la piel humana que nunca antes se había conseguido con las fibras ultrafinas de la técnica anterior.

Ejemplo 6

- 10 **[0187]** Se fabricaron microgránulos maestros y se amasaron análogamente al Ejemplo 1, excepto que se usó el N6 y el PET copolimerizado usados en el Ejemplo 4, y el N6 y el PET copolimerizado se combinaron en una proporción del 80%/20% en peso. Los microgránulos maestros y los microgránulos virgen de N6 usados en la operación de amasado en estado fundido se alimentaron a tolvas 1 diferentes, usando un aparato mostrado en la Figura 17, se pesaron por separado en una sección de pesado 24 y se alimentaron a un tanque de mezclado 25 (capacidad 7 kg).
- 15 Los microgránulos maestros y los microgránulos virgen de N6 se combinaron en una proporción en peso de 1:1, a la que se añadió un agente antiestático (EMULMIN<sup>®</sup> 40, disponible en Sanyo Chemical Industries, Ltd.), a una concentración de 20 ppm, para evitar que los microgránulos se pegaran sobre la superficie de la pared del tanque de mezclado. Los microgránulos mezclados en este tanque de mezclado se alimentaron a una amasadora de extrusión de doble tornillo 23, para amasado en estado fundido, tal como para convertirlo en una aleación de polímero que
- 20 incluía un 40% en peso del N6. La longitud de la sección de amasado se ajustó al 33% de la longitud eficaz del tornillo, y la temperatura de amasado se ajustó a 270 °C. Después, el polímero fundido se introdujo en un bloque de hilado 3 que tenía una temperatura de hilado de 280 °C. Los dos polímeros se sometieron a una operación de hilado en estado fundido análogamente al Ejemplo 4. El hilo no estirado se estiró y se sometió a recocado análogamente al Ejemplo 4. Las fibras de aleación de polímero obtenidas de esta manera mostraron buenas propiedades de
- 25 dtex, 36 filamentos, 3,0 cN/dtex de resistencia, 30% de alargamiento y  $U\% = 3,7\%$ . La observación de la sección transversal de la fibra de aleación de polímero con un TEM mostró una estructura de islas en el mar, donde el PET copolimerizado formaba el mar y el N6 formaba las islas, análogamente al Ejemplo 1. El diámetro del dominio de islas de N6 promedio en número era de 110 nm, indicando una finura de fibra individual bastante grande y una dispersión también grande.
- 30 **[0188]** Las fibras de aleación de polímero obtenidas de esta manera se sometieron a un tratamiento alcalino análogamente al Ejemplo 4, y se obtuvo un agregado de las nanofibras que tenía morfología de tipo hilo hilado. La dispersión de los valores de finura de fibra individual de las nanofibras se analizó análogamente al Ejemplo 1, mostrando que la nanofibra tenía un diámetro de fibra individual promedio de 120 nm ( $1,3 \times 10^{-4}$  dtex), mayor que la obtenida en el Ejemplo 4 con una dispersión grande de los valores de finura de fibra individual.
- 35 **[0189]** La proporción de adsorción de humedad ( $\Delta MR$ ) de un galón redondo formado a partir del agregado de las nanofibras era de 5%, y la tasa de alargamiento en la dirección longitudinal del hilo al absorber agua era de 7%. Un hilo que comprendía el agregado de nanofibras de N6 mostró una resistencia de 1,2 cN/dtex y un alargamiento de 50%. La proporción de contracción térmica con secado a 140 °C era de 3%.

Tabla 4

	Polímero de isla			Polímero de mar			Orden de amasado	Tensión de cizalla en el orificio (MPa)
		Viscosidad del polímero (Pa·s)	Proporción en estado fundido (% en peso)	Polímero	Viscosidad en estado fundido (Pa·s)	Proporción (% en peso)		
Ejemplo 5	N6	53	20	PET Copolimerizado	310	80	En el paquete de hilado	0,060
Ejemplo 6	N6	500	40	PET Copolimerizado	310	60	Antes del paquete de hilado	0,20



Tabla 5

	Diámetro promedio en número de dominios de isla (nm)	Dispersión de dominios de isla		Resistencia (cN/dtex)	U% (%)
		Proporción de área	Intervalo de Intervalo de diámetros : Proporción de área		
Ejemplo 5	52	100	45 - 74 nm: 72%	3,9	1,7
Ejemplo 6	110	60	95-124nm:50%	3,0	3,7

Proporción de área: Proporción de área de dominios de isla que tienen diámetros en un intervalo de 1 a 100 nm.

\* Proporción de área de dominios de isla que tienen diámetros en un intervalo de 1 a 150 nm.

Intervalo: Proporción de área en una sección de 30 nm de anchura en diámetros.

Tabla 6

	Promedio en número de nanofibras		Dispersión de nanofibras		Resistencia de las nanofibras agregadas (cN/dtex)
	Finura de diámetro (nm)	(dtex)	Finura (%)	Intervalo de Intervalo de diámetros : Proporción de finura	
Ejemplo 5	54	$3 \times 10^{-5}$	99	55 - 84 nm: 72%	2,0
Ejemplo 6	120	$1,3 \times 10^{-4}$	95*	105 - 134 nm: 50%	1,2

Proporción de finura: Proporción de finura de la finura de fibra individual en el intervalo de  $x \times 10^{-7}$  a  $1 \times 10^{-4}$  dtex

\* Proporción de finura de la finura de fibra individual en un intervalo de  $1 \times 10^{-7}$  a  $2 \times 10^{-4}$  dtex Intervalo: proporción de área en una sección de 30 nm de anchura en diámetros.

5 Ejemplo 7

**[0190]** Las operaciones de amasado e hilado en estado fundido se realizaron en un paquete de hilado usando una mezcladora estática análogamente al Ejemplo 5, excepto por el uso de "Paogen PP-15" (viscosidad en estado fundido de 350 Pa·s a 262 °C, a una tasa de cizalla de  $121,6 \text{ s}^{-1}$ , punto de fusión de 55 °C) disponible en Daiichi Kogyo Seiyaku Co., Ltd., que es un polímero soluble en agua caliente, en lugar de PET copolimerizado, y ajustando la tasa de hilado a 5000 m/min. El Paogen PP-15 tenía una viscosidad en estado fundido de 180 Pa·s a 262 °C y una tasa de cizalla de  $1216 \text{ s}^{-1}$ . Las fibras de aleación de polímero obtenidas de esta manera mostraron buenas propiedades de 70 dtex, 12 filamentos, 3,8 cN/dtex de resistencia, 50% de alargamiento y U% = 1,7%. La observación de una sección transversal de la fibra de aleación de polímero con un TEM mostró una estructura de islas en el mar, donde el PET copolimerizado formaba el mar y el N6 formaba las islas. El diámetro del dominio de islas de N6 promedio en número era 53 nm, indicando que el N6 estaba dispersado uniformemente, del orden de nanómetros, en la fibra de aleación de polímero.

**[0191]** Las fibras de aleación de polímero obtenidas de esta manera se sometieron a tratamiento alcalino análogamente al Ejemplo 1, y se obtuvo un agregado de las nanofibras que tenía morfología como un hilo hilado. La dispersión de los valores de finura de fibra individuales de las nanofibras se analizó análogamente al Ejemplo 1, mostrando que la nanofibra tenía una finura sin precedentes cuando el diámetro de fibra individual promedio en número era de 56 nm ( $3 \times 10^{-5}$  dtex), con una dispersión muy pequeña de los valores de finura de fibra individual.

**[0192]** La proporción de adsorción de humedad ( $\Delta\text{MR}$ ) de un galón redondo formado a partir del agregado de nanofibras era de 6%, y la tasa de alargamiento en la dirección longitudinal del hilo al absorber agua era de 7%. Un hilo que comprendía el agregado de nanofibras de N6 mostró una resistencia de 2,0 cN/dtex y un alargamiento del

60%.

**[0193]** Cuando el galón redondo se pulió, mostró una excelente sensación en las manos, proporcionando una sensación ultrasuave como la piel de melocotón, o un tacto suave y húmedo como la piel humana que nunca antes se había conseguido con las fibras ultrafinas de la técnica anterior.

#### 5 Ejemplo 8

**[0194]** Usando un N66 que tenía una viscosidad en estado fundido de 100 Pa·s (280 °C a una tasa de cizalla de 121,6 s<sup>-1</sup>) y un punto de fusión de 250 °C en lugar del N6, usando el polímero soluble en agua caliente usado en el Ejemplo 7 en lugar del PET copolimerizado y usando un aparato mostrado en la Figura 6, el N66 se fundió a 270 °C y el polímero soluble en agua caliente se fundió a 81 °C. Los polímeros fundidos se introdujeron en un bloque de hilado 3 que tenía una temperatura de hilado de 280 °C. Los dos polímeros se sometieron a una operación de hilado en estado fundido análogamente al Ejemplo 5. Las proporciones de los polímeros eran de 20% en peso para el N66 y de 80% en peso para el polímero soluble en agua caliente, y la descarga por orificio se ajustó a 1,0 g por minuto. La velocidad de hilado se ajustó a 5000 metros por minuto. Se obtuvieron fibras de aleación de polímero que tenían 70 dtex, 12 filamentos, 4,5 cN/dtex de resistencia y 45% de alargamiento. La observación de una sección transversal de la fibra de aleación de polímero con un TEM mostró una estructura de islas en el mar, donde el polímero soluble en agua caliente formaba el mar y el N66 formaba las islas. El diámetro del dominio de islas de N66 promedio en número era 58 nm, indicando que el N66 estaba dispersado uniformemente, del orden de nanómetros, en la fibra de aleación de polímero.

**[0195]** Las fibras de aleación de polímero obtenidas de esta manera se sometieron a un tratamiento alcalino análogamente al Ejemplo 1, y se obtuvo un agregado de nanofibras que tenía morfología como un hilo hilado. La dispersión de los valores de finura de fibra individual de las nanofibras se analizó análogamente al Ejemplo 1, mostrando que la nanofibra tenía una finura sin precedentes cuando el diámetro de fibra individual promedio en número era 62 nm (3 X 10<sup>-5</sup> dtex), con una dispersión muy pequeña de los valores de finura de fibra individual.

**[0196]** La proporción de adsorción de humedad ( $\Delta MR$ ) de un galón redondo formado a partir del agregado de nanofibras era de 6%, y la tasa de alargamiento en la dirección longitudinal del hilo al absorber agua era de 7%. Un hilo que comprendía el agregado de nanofibras de N66 mostró una resistencia de 2,5 cN/dtex y un alargamiento del 60%.

**[0197]** Cuando el galón redondo se pulió, mostró una excelente sensación en las manos, proporcionando una sensación ultrasuave como la piel de melocotón, o un tacto suave y húmedo como la piel humana que nunca antes se había conseguido con las fibras ultrafinas de la técnica anterior.

#### Ejemplo 9

**[0198]** Un PET copolimerizado y un polímero soluble en agua caliente se mezclaron, se amasaron e hilaron en estado fundido análogamente al Ejemplo 8, excepto porque se usó el PET copolimerizado (se copolimerizaron 8% en peso de PEG 1000 y 7% en moles de ácido isoftálico), que tenía una viscosidad en estado fundido de 300 Pa·s (262 °C a una tasa de cizalla de 121,6 s<sup>-1</sup>) y un punto de fusión de 235 °C en lugar del N66. Las proporciones de los polímeros fueron 20% en peso para el PET copolimerizado y 80% en peso para el polímero soluble en agua caliente y la descarga por orificio se ajustó a 1,0 gramo por minuto. La velocidad de hilado se ajustó a 6000 metros por minuto. La tensión de cizalla entre el orificio de la hilera y el polímero mostró un valor suficientemente bajo de 0,11 MPa. Se obtuvieron fibras de aleación de polímero que tienen 60 dtex, 36 filamentos, 3,0 cN/dtex de resistencia y 55% de alargamiento. La observación de una sección transversal de la fibra de aleación de polímero con un TEM mostró una estructura de islas en el mar, donde el polímero soluble en agua caliente formaba el mar y el PET copolimerizado formaba las islas. El diámetro del dominio de islas de PET copolimerizado promedio en número era 52 nm, lo que indicaba que el PET copolimerizado estaba uniformemente dispersado, del orden de nanómetros, en la fibra de aleación de polímero.

**[0199]** Las fibras de aleación de polímero obtenidas de esta manera se formaron en un galón redondo análogamente al Ejemplo 1, y se trataron con agua caliente a 100 °C para disolver el polímero soluble en agua caliente. El galón redondo formado de esta manera a partir de las fibras de aleación de polímero tenía el lustre de la seda y la sensación seca del rayón. La dispersión de los valores de finura de fibra individual de las nanofibras se analizó análogamente al Ejemplo 1, mostrando que la nanofibra tenía una finura sin precedentes cuando el diámetro de fibra individual promedio en número era 54 nm (3 X 10<sup>-5</sup> dtex), con una dispersión muy pequeña de los valores de finura de fibra individual.

**[0200]** La proporción de adsorción de humedad ( $\Delta MR$ ) de un galón redondo formado a partir del agregado de nanofibras era de 2%. Un hilo que comprendía el agregado de nanofibras del PET copolimerizado mostró una resistencia de 2,0 cN/dtex y un alargamiento de 70%.

#### 55 Ejemplo 10

**[0201]** Las operaciones de amasado e hilado en estado fundido se realizaron análogamente al Ejemplo 9, excepto porque se usó un PET que tenía una viscosidad en estado fundido de 190 Pa·s (280 °C, a una tasa de cizalla de 121,6 s<sup>-1</sup>) y un punto de fusión de 255 °C en lugar del PET copolimerizado. Las proporciones de los polímeros fueron de 20% en peso para el PET y 80% en peso para el polímero soluble en agua caliente. La temperatura de fusión del PET se ajustó a 285 °C, la temperatura de fusión del polímero soluble en agua caliente se ajustó a 80 °C y la descarga por orificio se ajustó a 1,0 gramo por minuto. La tensión de cizalla entre el orificio de la hilera y el polímero mostró un valor suficientemente bajo de 0,12 MPa. Se obtuvieron fibras de aleación de polímero que tenían 60 dtex, 36 filamentos, 3,0 cN/dtex de resistencia y 45% de alargamiento. La observación de una sección transversal de la fibra de aleación de polímero con un TEM mostró una estructura de islas en el mar, donde el polímero soluble en agua caliente formaba el mar y el PET formaba las islas. El diámetro del dominio de islas de PET promedio en número era 62 nm, que indicaba que el PET estaba dispersado uniformemente, del orden de nanómetros, en la fibra de aleación de polímero.

**[0202]** Un agregado de nanofibras se formó en un procedimiento similar al del Ejemplo 9 usando las fibras de aleación de polímero obtenidas de esta manera. La nanofibra tenía una finura sin precedentes cuando el diámetro de fibra individual promedio en número era de 65 nm (3 x 10<sup>-5</sup> dtex), con una dispersión muy pequeña de los valores de finura de fibra individual.

#### Ejemplo 11

**[0203]** Las operaciones de amasado e hilado en estado fundido se realizaron análogamente al Ejemplo 9, excepto porque se usó un PBT que tenía una viscosidad en estado fundido de 120 Pa·s (262 °C a una tasa de cizalla de 121,6 s<sup>-1</sup>) y un punto de fusión de 225 °C, en lugar del PET copolimerizado. Las proporciones de los polímeros eran del 20% en peso de PBT y 80% en peso del polímero soluble en agua caliente. La temperatura de fusión del PBT se ajustó a 255 °C, la temperatura de fusión del polímero soluble en agua caliente se ajustó a 80 °C, la temperatura de hilado era 265 °C y la descarga por orificio se ajustó a 1,0 gramo por minuto. La tensión de cizalla entre el orificio de la hilera y el polímero mostró un valor suficientemente bajo de 0,12 MPa. Se obtuvieron fibras de aleación de polímero que tenían 60 dtex, 36 filamentos, 3,0 cN/dtex de resistencia y 45% de alargamiento. La observación de una sección transversal de la fibra de aleación de polímero con un TEM mostró una estructura de islas en el mar, donde el polímero soluble en agua caliente formaba el mar y el PBT formaba las islas. El diámetro del dominio de islas de PBT promedio en número era 62 nm, indicando que el PBT estaba dispersado uniformemente, del orden de nanómetros, en la fibra de aleación de polímero.

**[0204]** Un agregado de las nanofibras se formó en un procedimiento similar al del Ejemplo 9 usando las fibras de aleación de polímero obtenidas de esta manera. La nanofibra tenía una finura sin precedentes cuando el diámetro de fibra individual promedio en número era de 65 nm (4 x 10<sup>-5</sup> dtex) con la dispersión muy pequeña de los valores de finura de fibra individual.

#### Ejemplo 12

**[0205]** Las operaciones de amasado e hilado en estado fundido se realizaron análogamente al Ejemplo 9, excepto que se usó un PTT que tenía una viscosidad en estado fundido de 220 Pa·s (262 °C a una tasa de cizalla de 121,6 s<sup>-1</sup>) y un punto de fusión de 225 °C en lugar del PET copolimerizado. La tensión de cizalla entre el orificio de la hilera y el polímero mostró un valor suficientemente bajo de 0,13 MPa. Se obtuvieron fibras de aleación de polímero que tenían 60 dtex, 36 filamentos, 3,0 cN/dtex de resistencia y 45% de alargamiento. La observación de una sección transversal de la fibra de aleación de polímero con un TEM mostró una estructura de islas en el mar, donde el polímero soluble en agua caliente formaba el mar y el PTT formaba las islas. El diámetro del dominio de islas de PTT promedio en número era 62 nm, lo que indicaba que el PTT estaba dispersado uniformemente, del orden de nanómetros, en la fibra de aleación de polímero.

**[0206]** Un agregado de nanofibras se formó en un procedimiento similar al del Ejemplo 9 usando las fibras de aleación de polímero obtenidas de esta manera. La nanofibra tenía una finura sin precedentes cuando el diámetro de fibra individual promedio en número era de 65 nm (4 x 10<sup>-5</sup> dtex), con una dispersión muy pequeña de los valores de finura de fibra individual.

#### Ejemplo 13

**[0207]** Las operaciones de amasado e hilado en estado fundido se realizaron análogamente al Ejemplo 9, excepto que se usó un PLA que tenía una viscosidad en estado fundido de 350 Pa·s (220 °C a una tasa de cizalla de 121,6 s<sup>-1</sup>) y un punto de fusión de 170 °C en lugar del PET copolimerizado. Las proporciones de los polímeros fueron 20% en peso para el PLA y 80% en peso para el polímero soluble en agua caliente. La temperatura de hilado era 235 °C, la temperatura de la superficie de la hilera era 220 °C y la descarga por orificio se ajustó a 1,0 gramo por minuto. Se obtuvieron fibras de aleación de polímero que tienen 60 dtex, 36 filamentos, 2,5 cN/dtex de resistencia y 35% de alargamiento. La observación de una sección transversal de la fibra de aleación de polímero obtenida de esta manera con un TEM mostró una estructura de islas en el mar, donde el polímero soluble en agua caliente formaba el mar y el PLA formaba las islas. El diámetro del dominio de islas de PLA promedio en número era 48 nm, indicando

que el PLA estaba dispersado uniformemente, del orden de nanómetros, en la fibra de aleación de polímero.

**[0208]** Un agregado de nanofibras se formó en un procedimiento similar al del Ejemplo 9 usando las fibras de aleación de polímero obtenidas de esta manera. La nanofibra tenía una finura sin precedentes cuando el diámetro de fibra individual promedio en número era de 50 nm ( $2 \times 10^{-5}$  dtex), con una dispersión muy pequeña de los valores de finura de fibra individual.

Tabla 7

	Polímero de isla			Polímero de mar			Orden de amasado
	Polímero	Viscosidad en estado fundido (Pa·s)	Proporción (% en peso)	Viscosidad de Polímero	Fusión (Pa·s)	Proporción (% en peso)	
Ejemplo 7	N6	53	20	Polímero soluble en agua caliente	350	80	En el paquete de hilado
Ejemplo 8	N66	100	20	Polímero soluble en agua caliente	220	80	En el paquete de hilado
Ejemplo 9	PET Copolimerizado	300	20	Polímero soluble en agua caliente	350	80	En el paquete de hilado
Ejemplo 10	PET	190	20	Polímero soluble en agua caliente	220	80	En el paquete de hilado
Ejemplo 11	PBT	120	20	Polímero soluble en agua caliente	350	80	En el paquete de hilado
Ejemplo 12	PTT	220	20	Polímero soluble en agua caliente	350	80	En el paquete de hilado
Ejemplo 13	PLA	350	20	Polímero soluble en agua caliente	600	80	En el paquete de hilado

Tabla 8

	Diámetro promedio en número de los dominios de isla (nm)	Dispersión de los dominios de isla		Resistencia (cN/dtex)	U% (%)
		Proporción de área (%)	Intervalo de Intervalo de diámetros: Proporción de área		
Ejemplo 7	53	100	45 - 74 nm: 72%	3,8	1,7
Ejemplo 8	58	100	55 - 84 nm: 70%	4,5	1,7
Ejemplo 9	52	100	45 - 74 nm: 72%	3,0	1,6
Ejemplo 10	62	97	55 - 84 nm: 65%	3,0	2,3
Ejemplo 11	62	98	55 - 84 nm: 68%	3,0	2,0
Ejemplo 12	62	98	55 - 84 nm: 65%	3,0	2,0
Ejemplo 13	48	100	45 - 74 nm: 75%	2,5	1,2

Proporción de área: Proporción de área de dominios de isla que tienen diámetros en el intervalo de 1 a 100 nanómetros. Intervalo: Proporción de área en una sección de 30 nm de anchura en diámetros.

Tabla 9

	Promedio en número de nanofibras		Dispersión de nanofibras		Resistencia del agregado de nanofibras (cN/dtex)
	Diámetro (nm)	Finura (dtex)	Proporción de finura (%)	Intervalo de Intervalo de diámetros : proporción de finura	
Ejemplo 7	56	$3 \times 10^{-5}$	99	55 - 84 nm: 72%	2,0
Ejemplo 8	62	$3 \times 10^{-5}$	98	55 - 84 nm: 68%	2,5
Ejemplo 9	54	$3 \times 10^{-5}$	99	55-84nm:71%	2,0
Ejemplo 10	65	$5 \times 10^{-5}$	98	55 - 84 nm: 65%	2,0
Ejemplo 11	65	$4 \times 10^{-5}$	98	55 - 84 nm: 65%	2,0
Ejemplo 12	65	$4 \times 10^{-5}$	98	55-84 nm: 65%	2,0
Ejemplo 13	50	$2 \times 10^{-4}$	100	45 - 74 nm: 72%	1,9

Proporción de finura: Proporción de finura de la finura de fibra individual en un intervalo de  $1 \times 10^{-7}$  a  $1 \times 10^{-4}$  dtex Intervalo: Proporción de finura en una sección de 30 nm de anchura en diámetros.

## 5 Ejemplo 14

**[0209]** Las operaciones de amasado e hilado en estado fundido se realizaron análogamente al Ejemplo 8, excepto que se usó un policarbonato (PC) que tenía una viscosidad en estado fundido de 300 Pa·s (262 °C, a una tasa de cizalla de  $121,6 \text{ s}^{-1}$ ) y una temperatura de deformación térmica de 140 °C, en lugar del N66. Las proporciones de los polímeros eran de 20% en peso para PC y 80% en peso para el polímero soluble en agua caliente. La descarga por orificios se ajustó a 1,0 gramo por minuto. Se obtuvieron fibras de aleación de polímero que tenían 70 dtex, 36 filamentos, 2,2 cN/dtex de resistencia y 35% de alargamiento. La observación de una sección transversal de la fibra de aleación de polímero obtenida de esta manera con un TEM mostró una estructura de islas en el mar, donde el polímero soluble en agua caliente formaba el mar y el PC formaba las islas. El diámetro del dominio de islas de PC promedio en número era 85 nm lo que indicaba que el PC estaba dispersado uniformemente, del orden de nanómetros, en la fibra de aleación de polímero.

**[0210]** Un galón redondo se formó en un procedimiento similar al del Ejemplo 1 usando las fibras de aleación de

polímero obtenidas de esta manera. El galón redondo se trató en agua templada de 40 °C durante diez horas, para disolver un 99% o más del polímero soluble en agua caliente, para obtener de esta manera un agregado de nanofibras. La nanofibra tenía una finura sin precedentes cuando el diámetro de fibra individual promedio en número era de 88 nm ( $8 \times 10^{-5}$  dtex), con una dispersión muy pequeña de los valores de finura de fibra individual.

#### 5 Ejemplo 15

**[0211]** Las operaciones de amasado e hilado en estado fundido se realizaron análogamente al Ejemplo 8, excepto que se usó un polimetilpenteno (PMP) que tenía una viscosidad en estado fundido de 300 Pa·s (262 °C, a una tasa de cizalla de  $121,6 \text{ s}^{-1}$ ), y un punto de fusión de 220 °C y un PS que tenía una viscosidad en estado fundido de 300 Pa·s (262 °C, a una tasa de cizalla de  $121,6 \text{ s}^{-1}$ ) y una temperatura de reblandecimiento Vicat de 105 °C, en lugar del N6 y el PET, y ajustando la velocidad de hilado a 1500 metros por minuto. Después, las operaciones de estirado y recocado se realizaron análogamente al Ejemplo 1, ajustando la tasa de estirado a 1,5. Las proporciones de polímeros eran 20% en peso para el PMP y 80% en peso para el PS, y la descarga por orificio se ajustó a 1,0 gramo por minuto. Se obtuvieron fibras de aleación de polímero que tenían 77 dtex, 36 filamentos, 3,0 cN/dtex de resistencia y 40% de alargamiento. La observación de una sección transversal de la fibra de aleación de polímero con un TEM mostró una estructura de islas en el mar, donde el PS formaba el mar y el PMP formaba las islas. El diámetro del dominio de islas de PMP promedio en número era de 70 nm, indicando que el PMP estaba dispersado uniformemente, del orden de nanómetros, en la fibra de aleación de polímero.

**[0212]** Las fibras de aleación de polímero obtenidas de esta manera se formaron en un galón redondo análogamente al Ejemplo 1, y se trataron con ácido clorhídrico concentrado a 40 °C para fragilizar el PS. Después, el PS se eliminó mediante metil etil cetona para obtener de esta manera un galón redondo constituido a partir del agregado de nanofibras de PMP. La nanofibra tenía una finura sin precedentes cuando el diámetro de fibra individual promedio en número era de 73 nm ( $5 \times 10^{-5}$  dtex), con una dispersión muy pequeña de los valores de finura de fibra individual.

#### Ejemplo 16

**[0213]** Las operaciones de amasado, hilado en estado fundido, estirado y recocado se realizaron análogamente al Ejemplo 15, excepto que se usó un PP que tenía una viscosidad en estado fundido de 300 Pa·s (220 °C a una tasa de cizalla de  $121,6 \text{ s}^{-1}$ ) y un punto de fusión de 162 °C, y el polímero soluble en agua usado en el Ejemplo 7 en lugar del PMP y el PS. Las proporciones de los polímeros se ajustaron a 20% en peso para el PP y 80% en peso para el polímero soluble en agua caliente. La temperatura de hilado se ajustó a 235 °C, la temperatura de la superficie de la hilera se ajustó a 220 °C y la descarga por orificio se ajustó a 1,0 gramo por minuto. Se obtuvieron fibras de aleación de polímero que tenían 77 dtex, 36 filamentos, 2,5 cN/dtex de resistencia y 50% de alargamiento. La observación de una sección transversal de la fibra de aleación de polímero con un TEM mostró una estructura de islas en el mar, donde el polímero soluble en agua caliente formaba el mar y el PP formaba las islas. El diámetro del dominio de islas de PP promedio en número era 48 nm, indicando que el PP estaba dispersado uniformemente, del orden de nanómetros, en la fibra de aleación de polímero.

**[0214]** Las fibras de aleación de polímero obtenidas de esta manera se formaron en un agregado de nanofibras análogamente al Ejemplo 9. La nanofibra tenía una finura sin precedentes cuando el diámetro de fibra individual promedio en número era de 50 nm ( $2 \times 10^{-5}$  dtex), con una dispersión muy pequeña de los valores de finura de fibra individual.

#### 40 Ejemplo 17

**[0215]** Las operaciones de amasado, hilado en estado fundido, estirado y recocado se realizaron análogamente al Ejemplo 15, excepto que se usó sulfuro de polifenileno (PPS), que tenía una viscosidad en estado fundido de 200 Pa·s (300 °C, a una tasa de cizalla de  $121,6 \text{ s}^{-1}$ ), y un punto de fusión de 280 °C y un N6 que tenía una viscosidad en estado fundido de 200 Pa·s (300 °C a una tasa de cizalla de  $121,6 \text{ s}^{-1}$ ), en lugar del PMP y el PS. Las proporciones de los polímeros se ajustaron a 20% en peso para el PPS y 80% en peso para el N6. El punto de fusión del PPS se ajustó a 320 °C, el punto de fusión del N6 se ajustó a 270 °C, la temperatura de hilado se ajustó a 320 °C, la temperatura de la superficie de la hilera se ajustó a 300 °C y la descarga por orificio se ajustó a 1,0 gramo por minuto. Se obtuvieron fibras de aleación de polímero que tenían 77 dtex, 36 filamentos, 5,2 cN/dtex de resistencia y 50% de alargamiento. La observación de una sección transversal de la fibra de aleación de polímero obtenida de esta manera con un TEM mostró una estructura de islas en el mar, donde el N6 formaba el mar y el PPS formaba las islas. El diámetro del dominio de islas de PPS promedio en número era de 65 nm, indicando que el PPS estaba dispersado uniformemente, del orden de nanómetros, en la fibra de aleación de polímero.

**[0216]** Se formó un galón redondo en un procedimiento similar al del Ejemplo 1 usando las fibras de aleación de polímero obtenidas de esta manera. El galón redondo se trató con ácido fórmico para disolver el N6, para obtener de esta manera un galón redondo constituido a partir del agregado de nanofibras de PPS. La nanofibra tenía una finura sin precedentes cuando el diámetro de fibra individual promedio en número era de 68 nm ( $5 \times 10^{-5}$  dtex), con una dispersión muy pequeña de los valores de finura de fibra individual.

Tabla 10

	Polímero de isla			Polímero de mar			Orden de amasado
		Viscosidad en estado fundido del polímero (Pa·s)	Proporción (% en peso)		Viscosidad del polímero (Pa·s)	Proporción (% en peso)	
Ejemplo 14	PC	300	20	Polímero soluble en agua caliente	350	80	En el paquete de hilado
Ejemplo 15	PMP	300	20	PS	300	80	En el paquete de hilado
Ejemplo 16	PP	300	20	Polímero soluble en agua caliente	300	80	En el paquete de hilado
Ejemplo 17	PPS	200	20	N6	200	80	En el paquete de hilado

Tabla 11

	Diámetro promedio en número de dominios de isla (nm)	Dispersión de los dominios de isla		Resistencia (cN/dtex)	U% (%)
		Proporción de área (%)	Intervalo de Intervalo de diámetros: Proporción de área		
Ejemplo 14	85	73	75 - 104 nm: 70%	2.2	5.1
Ejemplo 15	70	95	65 - 94 nm: 73%	3.0	2.0
Ejemplo 16	48	100	45 - 74 nm: 75%	2.5	2.0
Ejemplo 17	65	98	55 - 84 nm: 70%	5.2	2.0

Proporción de área: Proporción de área de los dominios de isla que tienen diámetros en el intervalo de 1 a 100 nanómetros. Intervalo: Proporción de área en una sección de 30 nm de anchura en diámetros.

5

10

Tabla 12

	Promedio en número de nanofibras		Dispersión de nanofibras		Resistencia (cN/dtex)
	Diámetro (nm)	Finura (dtex)	Proporción de finura (%)	Intervalo de Intervalo de diámetros: proporción de finura	
Ejemplo 14	88	$8 \times 10^{-5}$	70	85-114 nm: 70%	1,5
Ejemplo 15	73	$5 \times 10^{-5}$	94	65 - 94 nm: 72%	1,7
Ejemplo 16	50	$2 \times 10^{-5}$	100	45 - 74 nm: 72%	1,5
Ejemplo 17	68	$5 \times 10^{-5}$	92	65 - 94 nm: 68%	3,0

Proporción de finura: Proporción de finura de la finura de fibra individual en un intervalo de  $1 \times 10^{-7}$  a  $1 \times 10^{-4}$  dtex  
Intervalo: Proporción de finura en una sección de 30 nm de anchura en diámetros.

## Ejemplo 18

**[0217]** Las fibras de aleación de polímero preparadas en los Ejemplos 1 a 6 se tejieron en urdidos planos. Los urdidos se lavaron en agua caliente a 100 °C (proporción de baño 1:100), incluyendo un tensioactivo (GRANUP<sup>®</sup> fabricado por Sanyo Chemical Industries, Ltd.) y carbonato sódico, cada uno en una concentración de 2 gramos por litro. La duración del lavado se ajustó a 40 minutos, seguido de un ajuste de calor intermedio a 140 °C. Después, el tratamiento alcalino mediante una solución acuosa de hidróxido sódico (90 °C, proporción de baño 1:100) se aplicó durante 90 minutos, para de esta manera eliminar 99% o más del PET copolimerizado, o el componente de mar. Un ajuste de calor final a 140 °C se añadió al mismo.

**[0218]** Un tejido tejido constituido a partir del agregado de nanofibras se preparó como se ha descrito anteriormente.

**[0219]** Las telas obtenidas de esta manera se tiñeron por un método ordinario, y cada una de las telas formó una tela perfectamente teñida, sin ninguna irregularidad de teñido. El tejido tejido preparado a partir del agregado de nanofibras tenía excelente sensación en las manos, tal como el lustre de la seda o la sensación seca del rayón. Mostraron también una alta proporción de absorción de humedad ( $\Delta$ MR) de 6%, indicando la capacidad de producir telas cómodas. Adicionalmente, cuando se pulía, el tejido tejido mostraba una sensación ultrasuave como la piel de melocotón, o un tacto suave y húmedo como la piel humana, que nunca antes se había conseguido con las fibras ultrafinas convencionales.

## 20 Ejemplo Comparativo 6

**[0220]** Las fibras combinadas de N6 preparadas en los Ejemplos Comparativos 2 a 4 se tejieron en urdidos planos similares al Ejemplo 18. Solo podían prepararse tejidos poco tejidos, con mucha pelusa y baja calidad superficial, porque el hilo tenía irregularidad grueso-fino en la dirección longitudinal del hilo, y mucha pelusa debido a un hilado inestable. Estos tejidos tejidos se lavaron seguido de un ajuste térmico intermedio. El tejido tejido formado a partir del hilo del Ejemplo Comparativo 2 se sometió a un tratamiento alcalino, seguido de un ajuste térmico final análogamente al Ejemplo 18, y se tiñó por el método ordinario. El tejido tejido formado a partir de los hilos de los Ejemplos Comparativos 3 y 4 se sumergió en tolueno a 85 °C durante 60 minutos, para eliminar 99% o más del PE por disolución. Estos tejidos tejidos se sometieron a un ajuste térmico final y se tiñeron por el método ordinario. Las telas resultantes tenían una mala calidad, con mucha irregularidad de tinción y pelusas. La sensación en las manos de estos tejidos tejidos era similar a la del hilo ultrafino convencional sin lustre y sensación seca, y tenían una proporción de adsorción de humedad ( $\Delta$ MR = 2%) similar a la de la fibra de N6 convencional.

## Ejemplo 19

**[0221]** Las fibras de aleación de polímero preparadas en el Ejemplo 4 se formaron en un tejido tejido de alta densidad (refuerzo de satén de 5 capas). Un tejido tejido que tenía una masa por área unitaria de 150 g/m<sup>2</sup>, constituido a partir del agregado de nanofibras se obtuvo análogamente al Ejemplo 18. El análisis de dispersión de los valores de finura de fibra individual de las nanofibras, análogamente al Ejemplo 1, mostró una finura sin precedentes cuando el diámetro de fibra individual promedio en número era 86 nm ( $6 \times 10^{-5}$  dtex). La proporción de finura de fibras individuales que tenían una finura en un intervalo de  $1 \times 10^{-7}$  a  $1 \times 10^{-4}$  dtex era de 78% y particularmente una proporción de finura de fibra individual de aquellas en un intervalo de 75 a 104 nm de diámetro era de 64%, con una dispersión muy pequeña de los valores de finura de fibra individual. Este tejido tejido mostró



una adherencia específica cuando se sumergió en agua. Se preparó un paño de limpieza puliendo este tejido tejido. El paño de limpieza tenía un rendimiento de limpieza mejor que un paño de limpieza preparado a partir de las fibras ultrafinas convencionales. Cuando se lavó y se deshidrató mientras estaba contenido en una malla de lavado en una lavadora doméstica, el paño de limpieza mostró una alta estabilidad dimensional, sin deformación.

#### 5 Ejemplo 20

**[0222]** Las fibras de aleación de polímero preparadas en el Ejemplo 1 se unieron en una estopa de  $4 \times 10^4$  dtex, que después se rizó mecánicamente para obtener un hilo rizado que tenía ocho rizos por 25 mm. El hilo rizado se cortó en segmentos de fibra que tenían una longitud de 51 mm, se separó por cardado y se formó en una banda con una tejedora de enrollado transversal. La banda se sometió a perforación con aguja con una densidad de 3000 puntos/cm<sup>2</sup>, para formar de esta manera un tejido no tejido de fibras enmarañadas que tenía una masa por área unitaria de 750 g/m<sup>2</sup>. Este tejido no tejido se revistió con un tejido no tejido de PP, que se unió al mismo como medio de soporte. Después de empapar este tejido no tejido laminado con alcohol polivinílico, el tratamiento alcalino mediante una solución acuosa al 3% de hidróxido sódico (60 °C, proporción de baño 1:100) se aplicó durante dos horas, para eliminar de esta manera un 99% más del PET copolimerizado. Después, el tejido no tejido laminado se impregnó con una solución que consistía en 13% en peso de un compuesto de poliuretano (abreviado como PU) que incluía un poliuretano basado en poliéter como el componente principal y 87% en peso de N,N'-dimetilformamida (abreviado como DMF) y el PU se solidificó en una solución acuosa que tenía un contenido de DMF de 40% en peso. Después el tejido se lavó en agua, para obtener de esta manera un material fibroso fabricado del agregado de nanofibras de N6 y el PU que tenía un espesor de aproximadamente 1 mm. El agregado de nanofibras se estiró del material fibroso y la dispersión de los valores de finura de fibra individual de las nanofibras se analizó análogamente al Ejemplo 1, con un resultado que mostraba una finura sin precedentes cuando el diámetro de fibra individual promedio en número era de 60 nm ( $3 \times 10^{-5}$  dtex). La proporción de finura de las fibras individuales, que tenían una finura en un intervalo de  $1 \times 10^{-7}$  a  $1 \times 10^{-4}$  dtex, era de 97% y, particularmente, la proporción de finura de las fibras individuales que tenían diámetros en un intervalo de 55 a 84 nm, era de 70%, con una dispersión muy pequeña de los valores de finura de fibra individual. Después, el tejido no tejido de PP se eliminó del tejido no tejido laminado, para obtener de esta manera un tejido no tejido constituido a partir de las nanofibras de N6. Un lado del tejido no tejido de nanofibra de N6 se pulió con un papel de lija para reducir el espesor a 0,8 nm. El otro lado de este tejido se procesó con una máquina de esmerilado, para formar de esta manera una superficie elevada artificialmente del agregado de las nanofibras, que después se tiñó y se terminó para producir una piel sintética de tipo ante. El artículo obtenido de esta manera tenía un aspecto excelente, sin irregularidades de tinción ni problemas en las propiedades mecánicas. También proporcionaba un tacto más suave y fino, en comparación con una piel sintética preparada usando las fibras ultrafinas convencionales. También tenía una buena capacidad de adsorción de humedad, dando como resultado un tacto suave y húmedo como la piel humana, que no podía proporcionarse por la piel sintética convencional.

#### 35 Ejemplo Comparativo 7

**[0223]** La fibra combinada de N6/PE, preparada en el Ejemplo Comparativo 3, se rizó mecánicamente y se cortó en segmentos de fibra que tenían una longitud de 51 mm, se separó por cardado y se formó en una banda con una tejedora de enrollado transversal. La banda se sometió a perforación con aguja, para formar de esta manera un tejido no tejido de fibras enmarañadas que tenía una masa por área unitaria de 500 g/m<sup>2</sup>. El tejido no tejido de fibras enmarañadas se impregnó con una solución que consistía en 13% en peso de un compuesto de poliuretano (PU), que incluía poliuretano basado en poliéter como el componente principal, y 87% en peso de N,N'-dimetilformamida (DMF) y el PU se solidificó en una solución acuosa que tenía un contenido de DMF de 40% en peso. Después, el tejido se lavó en agua, para obtener de esta manera un material fibroso que incluía las fibras combinadas de N6/PE y el PU. El material fibroso se procesó con tetracloroetileno, para obtener de esta manera un material fibroso formado a partir del hilo ultrafino de N6 y PU, que tenía un espesor de aproximadamente 1 mm. Un lado de ese material fibroso se pulió con un papel de lija, para reducir el espesor a 0,8 mm. El otro lado del material fibroso se procesó con una máquina de esmerilar, para formar de esta manera una superficie elevada artificialmente del agregado de nanofibras, que después se tiñó y se terminó para producir una piel sintética de tipo ante. El artículo obtenido de esta manera no era más que una imitación del ante, con una sensación en las manos no mejor que la de la piel sintética fabricada a partir de las fibras ultrafinas convencionales.

#### Ejemplo 21

**[0224]** Las fibras de aleación de polímero preparadas en el Ejemplo 1 se procesaron análogamente al Ejemplo 20, para obtener de esta manera un material fibroso preparado a partir del agregado de nanofibras de N6, que incluía 40% en peso de PU y el PU. El agregado de las nanofibras se estiró a partir del material fibroso, y la dispersión de los valores de finura de fibra individual de las nanofibras se analizó análogamente al Ejemplo 1, con un resultado que mostraba una finura sin precedentes cuando el diámetro de fibra individual promedio en número era de 60 nm ( $3 \times 10^{-5}$  dtex). La proporción de finura de las fibras individuales, que tenían una finura en el intervalo de  $1 \times 10^{-7}$  a  $1 \times 10^{-4}$  dtex, era de 97% y, particularmente, la proporción de finura de fibra individual de aquellas en el intervalo de 55 a 84 nm en diámetro era de 70%, con una dispersión muy pequeña de los valores de finura de fibra individual. El material fibroso se cortó en dos partes y se pulió en la superficie con papeles de lija que tenían calidades de JIS N°

240, N° 350 y N° 500. El material fibroso después se presionó mediante rodillos calefactores recubiertos con una resina de fluorocarbono, que se dispusieron uno sobre otro con un hueco de 1,0 mm entre ellos, y se mantuvieron a una temperatura de 150 °C, para presionar el tejido con una presión de 0,7 kg/cm<sup>2</sup>. Después el tejido se enfrió rápidamente con un rodillo de inactivación con una temperatura superficial de 15 °C, para obtener de esta manera una tela con textura con una superficie suavizada. Los resultados de la evaluación de esta tela con textura en las condiciones descritas a continuación se muestran en la Tabla 13. Esta tela con textura hizo a la superficie con textura más suave, con menos arañazos que en el caso de una fabricada a partir de los hilos ultrafinos convencionales, demostrando de esta manera un rendimiento de formación de textura excelente.

<Evaluación de la textura: textura de disco duro>

10 **[0225]** Trabajo: Un sustrato fabricado de una placa de aluminio disponible en el mercado, recubierto con metalizado de Ni-P y pulido.

(La rugosidad superficial media era 0,28 nm)

**[0226]** Condiciones de textura: El sustrato se introdujo en un aparato de textura y se le dio textura en las siguientes condiciones.

15 **[0227]** Partículas abrasivas: Suspensión de partículas abrasivas libres fabricada de diamante, que tenía un tamaño de partícula medio de 0,1 µm.

**[0228]** Tasa de goteo: 4,5 ml por minuto

**[0229]** Velocidad de rotación: 1000 rpm

**[0230]** Velocidad de cinta: 6 cm/min.

20 **[0231]** Ciclo de textura: 30 vibraciones horizontales por minuto, con una amplitud de 1 mm.

**[0232]** Número de muestras: 30 sustratos por ensayo.

<Rugosidad superficial media Ra del trabajo>

**[0233]** La rugosidad superficial de 30 sustratos por ensayo se midió usando un microscopio de fuerza atómica (AFM), disponible en Veeco Inc., que estaba rodeado por un aislante de sonido, e instalado en una sala limpia, controlada a una temperatura de 20 °C y una humedad relativa del 50%, para determinar la rugosidad superficial media Ra. La medición se realizó sobre un área de 5 µm por 5 µm alrededor de cada uno de los dos puntos seleccionados, en posiciones simétricas con respecto al centro de la oblea, localizados a una distancia de la mitad del radio desde el centro.

<Número de arañazos>

30 **[0234]** El número de arañazos (X) sobre la superficie de cada muestra se contó observando bajo un microscopio de interferencia, disponible en ZYGO Inc. Los arañazos se contaron cuando el tamaño no era menor de 0,1 µm por 100 µm. Basándose en las mediciones de 30 sustratos por ensayo, el recuento de arañazos β está definido como sigue, usando una punta, y determinado a partir del número de arañazos.

Cuando  $X \leq 4$ :  $y = X$

35 Cuando  $X \geq 5$ :  $y = 5$

$$\beta = \sum y_i \quad (i = 1 \text{ a } 30)$$

$\sum y_i$  representa el número total de arañazos para 30 muestras.

Ejemplo Comparativo 8

40 **[0235]** Un material fibroso formado a partir de un hilo ultrafino de N6 y el PU se preparó mediante un procedimiento similar al del Ejemplo Comparativo 7. Este material fibroso se procesó análogamente al Ejemplo 21, para obtener de esta manera una tela con textura. La evaluación de esta tela con textura mostró  $Ra = 1,60$  nm y  $\beta = 32$ , indicando que esta tela con textura tenía un mal rendimiento de textura, con menor suavidad de la superficie con textura y más arañazos que en el caso de la tela con textura fabricada a partir de los agregados de nanofibras.

Tabla 13

	Hilo en bruto	Ra (nm)	$\beta$ (recuentos/30 sustratos)
Ejemplo 21	Ejemplo 1	0,09	2
Ejemplo Comparativo 8	Ejemplo Comparativo 7	1,60	32

## Ejemplo 22

**[0236]** La fibra de aleación de polímero preparada en el Ejemplo 1 se usó para formar un tejido no tejido de fibras enmarañadas, que tenía una masa por área unitaria de 350 g/m<sup>2</sup>, análogamente al Ejemplo 20. El tejido no tejido se sometió a un tratamiento alcalino mediante una solución acuosa al 10% de hidróxido sódico (90 °C, proporción de baño 1:100) durante dos horas, para eliminar de esta manera un 99% o más del PET copolimerizado, y obtener un tejido no tejido de nanofibras de N6. El agregado de nanofibras se estiró de este tejido no tejido, y la dispersión de los valores de finura de fibra individual de las nanofibras se analizó análogamente al Ejemplo 1, con un resultado que mostraba una finura sin precedentes cuando el diámetro de fibra individual promedio en número era de 60 nm ( $3 \times 10^{-5}$  dtex). La proporción de finura de las fibras individuales, que tenían una finura en el intervalo de  $1 \times 10^{-7}$  a  $1 \times 10^{-4}$  dtex era de 97% y, particularmente, la proporción de finura de fibra individual de aquellas en un intervalo de 55 a 84 nm de diámetro, era de 70%, con una dispersión muy pequeña de los valores de finura de fibra individual. Se cortaron cinco discos de 4,7 cm de diámetro del tejido no tejido de nanofibras de N6, y se pusieron unos sobre otros en una columna de filtro circular, a través de la cual se hizo fluir una sangre bovina, que incluía glóbulos blancos (5700 células por microlitro), a una velocidad de 2 ml por minuto. La duración antes de que la pérdida de presión alcanzara los 100 mm de Hg fue de 100 minutos, y la proporción de eliminación de células esféricas en ese tiempo fue de 99% o mayor, y la proporción de eliminación de linfocitos fue del 60%, proporcionando de esta manera capacidad para seleccionar glóbulos blancos esféricos relacionados con inflamación. Se supone que este es el efecto de los huecos que existen entre las nanofibras.

## Ejemplo 23

**[0237]** Un suero sanguíneo bovino, que incluía 15 mililitros de endotoxina, se hizo fluir a través de 0,5 g del tejido no tejido de nanofibras que se había preparado en el Ejemplo 22, y se esterilizó en un autoclave para evaluar la capacidad de adsorción (a 37 °C, dos horas). La concentración de toxina LPS disminuyó de 10,0 ng por mililitro a 1,5 ng por mililitro, indicando una alta capacidad de adsorción. Esto se supone que es debido al área superficial activa de las nanofibras, que es bastante mayor que la de las fibras de nylon convencionales, que proporciona muchos más extremos amino que las fibras de nylon convencionales.

## Ejemplo 24

**[0238]** Un tejido no tejido, unido por hilado, se preparó usando la misma combinación de polímeros que en el Ejemplo 13, y un aparato mostrado en la Figura 18. La temperatura de fusión se ajustó a 225 °C, la temperatura de hilado se ajustó a 230 °C y la temperatura de la superficie de la hilera se ajustó a 217 °C en la amasadora de extrusión de doble tornillo 23. Se usó una hilera de las mismas especificaciones que en el Ejemplo 1, con una descarga por orificio de 0,8 gramos por minuto, y la distancia de la superficie inferior de la hilera al punto de inicio del enfriamiento se ajustó a 12 cm.

**[0239]** El tejido no tejido de la aleación de polímero se trató en agua caliente de 60 °C durante dos horas, para eliminar 99% o más del polímero soluble en agua caliente por disolución, para obtener de esta manera un tejido no tejido preparado a partir de las nanofibras de PLA. El diámetro de la fibra individual de nanofibra promedio en número era de 50 nm ( $2 \times 10^{-5}$  dtex). La proporción de finura de las fibras individuales, que tenían una finura en un intervalo de  $1 \times 10^{-7}$  a  $1 \times 10^{-4}$  dtex, era de 98% o mayor, y la proporción de finura de una fibra individual, que tenía diámetros que estaban dentro de un intervalo de 45 a 74 nm, era de 70%.

## Ejemplo 25

**[0240]** Los galones redondos formados a partir del agregado de nanofibras preparado en los Ejemplos 1 a 6 se sumergieron en una solución acuosa al 15% en peso de un prepolímero de poliuretano (peso molecular de 3000 a 4000), que consistía en diisocianato de hexametileno y policarbonato de hexametileno, que tenía un peso molecular de 1000, durante 30 minutos. Los galones redondos se sacaron de la solución y se procesaron para la unión del prepolímero de poliuretano a 120 °C, durante 20 minutos. Este procedimiento provocó que el prepolímero de poliuretano, que estaba infiltrado en los huecos entre las nanofibras, se hiciera insoluble por la reacción de unión, formando de esta manera un material multicomponente que consistía en poliuretano unido y las nanofibras de N6. El material multicomponente, que tenía forma de galón redondo, tenía una alta capacidad de estirado y una superficie específica con tacto de naturaleza adherente.

Ejemplo 26

**[0241]** Los galones redondos del agregado de nanofibras preparadas en los Ejemplos 1 a 6 se sumergieron en un agua de intercambio iónico a la que se había añadido 1, 2-bis(trimetoxisilil)etano, y la solución se agitó durante tres horas. Después de dejarla reposar a temperatura ambiente durante 14 horas, la solución se agitó durante 13 horas, seguido de otras 14 horas de reposo a temperatura ambiente, y 7 horas de agitación, para polimerizar de esta manera la sílice. Después del lavado en agua de intercambio iónico, los galones redondos se secaron al aire. Mediante este procedimiento, se obtuvo el material compuesto de N6/sílice, que tenía la forma de una tela con las nanofibras de N6 actuando como molde. Era un material excelente que mostró tanto una rigidez suficiente como elasticidad. Era también un material híbrido que tenía una buena propiedad de retardo de llama.

10 Ejemplo 27

**[0242]** El material compuesto de N6/sílice obtenido en el Ejemplo 26 se quemó a 600 °C para eliminar el N6 usado como molde, y obtener una lámina de sílice que tenía numerosos microporos de varios cientos de nanómetros de diámetro. La lámina mostró excelentes capacidades de adsorción y desodorantes.

Ejemplo 28

15 **[0243]** Se provocó que un tejido tricotado, formado a partir del agregado de nanofibras de poliéster preparado en los Ejemplos 9 a 12, absorbiera un adsorbente de humedad SR1000 (dispersión en agua al 10%) disponible en TAKAMATSU OIL&FAT CO., LTD. Las condiciones de procesamiento fueron tales que el 20% del adsorbente de humedad se usó como un componente sólido, la proporción en el baño se ajustó a 1:20, la temperatura de procesamiento era de 130 °C y el tiempo de procesamiento se ajustó a una hora. La proporción de absorción de este  
20 adsorbente por las fibras de poliéster ordinarias es sustancialmente de 0%. Sin embargo, este agregado de nanofibras de poliéster mostró 10% o mayor de proporción de absorción, proporcionando de esta manera un tejido tricotado de poliéster que tenía una alta proporción de absorción de humedad de  $\Delta MR = 4\%$  o mayor, que es comparable con o mayor que la del algodón.

Ejemplo 29: Híbrido (nanofibra/silicona orgánica)

25 **[0244]** Un recubrimiento líquido de polímero de silicona se preparó disolviendo oligómero de trimetiltrimetoxisilano ( $n = 3$  o  $4$ ) en una solución de alcohol isopropílico y etilenglicol, mezclados en una proporción 1:1, y añadiendo un 4% en peso de diacetato de dibutilestaño como un catalizador de polimerización al oligómero de xilano. Un tejido tejido formado a partir del agregado de nanofibras de N6 preparado en el Ejemplo 19 se sumergió en el líquido de recubrimiento a 30 °C durante 20 minutos, de manera que el tejido tejido se impregnó totalmente con el líquido de  
30 recubrimiento. Después el tejido tejido se extrajo del líquido de recubrimiento y se secó a 60 °C durante 2 minutos, a 80 °C durante 2 minutos y a 100 °C durante 2 minutos, mientras se aceleraba la polimerización de la silicona, para obtener de esta manera el tejido tejido en el que las nanofibras de N6 estaban recubiertas con el polímero de silicio. Mostró una propiedad repelente del agua y una propiedad de retardo de llama excelentes.

Ejemplo 30

35 **[0245]** Los tejidos tricotados formados a partir del agregado de nanofibras de N6 preparado en los Ejemplos 1 a 4 se ensayaron para medir el contenido de agua y la proporción de retención de agua del mismo. Este tejido tricotado mostró un contenido de agua del 160% o mayor de su peso, y una proporción de retención de agua de 80% o mayor de su peso. El contenido de agua y la proporción de retención de agua se calcularon mediante las siguientes ecuaciones. Una muestra sumergida en el tanque de agua durante 60 minutos se pesó (Ag) después de eliminar el  
40 agua retenida solo en la superficie, después se pesó (Bg) de nuevo, después de deshidratar en un deshidratador centrífugo (deshidratado durante siete minutos a 3000 rpm) y se pesó de nuevo (Cg) después de secarlo a 105 °C durante 2 horas.

$$\text{Contenido de agua (\%)} = (A - C) / C \times 100 (\%)$$

$$\text{Proporción de retención de agua (\%)} = (B - C) / C \times 100 (\%)$$

45 **[0246]** Este tejido tricotado, formado a partir del agregado de nanofibras de N6, mostró una adherencia específica cuando 15% o más de agua estaba incluida en su interior.

Ejemplo 31

**[0247]** Una tela de base para un material adhesivo se preparó usando el tejido no tejido de las nanofibras de N6 preparado en el Ejemplo 22. Cuando se aplicó una medicina a la tela de base, mostró una capacidad de absorción  
50 alta y una adherencia alta, constituyendo de esta manera un emplasto excelente.

Ejemplo 32

**[0248]** Se preparó una bolsa a partir del tejido tricotado formado a partir del agregado de nanofibras de N6

preparado en el Ejemplo 1, y un aislante del frío enrollado en una bolsa interna se puso en la bolsa, para preparar de esta manera un paquete de hielo. Las gotas de rocío de la humedad condensada se adsorben en el tejido tricotado usado en la bolsa del paquete de hielo, que mostró una adhesividad excelente. Por consiguiente, no es probable que la bolsa del paquete de hielo se caiga de la parte del cuerpo donde está aplicada, y es fácil de manipular.

#### 5 Ejemplo 33

**[0249]** La capacidad para eliminar contaminantes químicos de un galón redondo a partir de un agregado de nanofibras de N6, preparado en el Ejemplo 1, se evaluó de la siguiente manera. 1 gramo de la muestra se puso en una bolsa Tedlar, que tenía una capacidad de 0,005 m<sup>3</sup> (5 litros), y aire que contenía un contaminante químico se introdujo en la bolsa, de manera que se alcanzó una concentración predeterminada. El aire contaminado se  
10 muestreó sucesivamente mientras se controlaba la concentración del contaminante químico en la bolsa Tedlar por cromatografía de gases.

**[0250]** Se evaluó la capacidad para eliminar amoníaco, formaldehído, tolueno y sulfuro de hidrógeno como el contaminante químico y se demostró una alta capacidad de eliminación (Figura 19 a Figura 22).

#### Ejemplo Comparativo 9

**[0251]** Un urdido plano de N6, disponible en el mercado, se ensayó para evaluar la capacidad de eliminación de contaminante químico, análogamente al Ejemplo 33, y no mostró sustancialmente capacidad de eliminación.

#### Ejemplo 34

**[0252]** Se fabricaron pares de calcetines a partir de galones redondos, formados a partir de las nanofibras de N6 preparadas en el Ejemplo 1, impregnadas con el "Nuevo Líquido Policain", disponible en TAIHO Pharmaceutical Co.,  
20 Ltd. y se secaron. Los calcetines podían administrar la medicina para pie de atleta que era eluida mediante sudor. Los calcetines los llevaron diez sujetos que sufrían pie de atleta, cambiándolos por unos nuevos cada día. Después de repetir esto durante un mes, siete sujetos experimentaron una remisión en el pie de atleta, supuestamente debido a la medicina liberada desde los calcetines.

**[0253]** De esta manera, las nanofibras de la presente invención pueden usarse en aplicaciones médicas debido a  
25 la capacidad de liberación de medicina.

#### Ejemplo 35

**[0254]** El galón redondo fabricado en el Ejemplo 4 se sumergió en una solución acuosa al 10% en peso de SILCOAT PP (una silicona modificada especial disponible en Matsumoto Yushi-Seiyaku Co., Ltd.), para dar el  
30 tratamiento líquido al galón redondo, de manera que la proporción de captación de la solución acuosa alcance el 150%. Después, el galón redondo se seca en un estado relajado en un horno, a 150 °C, durante tres minutos. Cuando se estrujó después del secado, el galón redondo mostraba un tacto delicado, que era diferente del obtenido por pulido, y una sensación suave, húmeda y fresca como la piel humana. También tenía una sensación fresca después de tocarlo. Cuando se lavó y se deshidrató mientras estaba contenido en una malla de lavado en una lavadora doméstica, el galón redondo mostró una alta estabilidad dimensional, sin deformación.

**[0255]** Se fabricó una camiseta a partir de un galón redondo formado a partir de nanofibras de N6, que tenía una  
35 masa por área unitaria de 150 g/m<sup>2</sup>, que se trató con silicona. La camiseta era muy cómoda debido al tacto parecido a la piel humana, y tenía un efecto curativo. Cuando se lavó y se deshidrató mientras estaba contenida en una malla de lavado en una lavadora doméstica, la camiseta mostró una alta estabilidad dimensional, sin deformación.

#### Ejemplo 36

**[0256]** Las fibras de aleación de polímero fabricadas en el Ejemplo 4 se sometieron a un procedimiento de falsa  
40 torsión mediante una retorcedora de disco de fricción, a una temperatura de tratamiento térmico de 180 °C y una proporción de estirado de 1,01. El hilo de falsa torsión obtenido de esta manera se sometió a un tratamiento alcalino análogamente al Ejemplo 1, para obtener de esta manera un galón redondo que tenía una masa por área unitaria de 100 g/m<sup>2</sup>, formado a partir del agregado de nanofibras. La dispersión de los valores de finura de fibra individual de  
45 las nanofibras se analizó análogamente al Ejemplo 1, con un resultado que mostraba una finura sin precedentes cuando el diámetro de fibra individual promedio en número era 84 nm (6 x 10<sup>-5</sup> dtex). La proporción de finura de las fibras individuales, que tenían una finura en un intervalo de 1 x 10<sup>-7</sup> a 1 x 10<sup>-4</sup> dtex, era de 78% y una proporción de finura particular de las fibras individuales, que tenían diámetros que estaban dentro de un intervalo de 75 a 104 nm de diámetro, era de 64%, con una dispersión muy pequeña de los valores de finura de fibra individual. El hilo de  
50 falsa torsión fabricado a partir de las nanofibras de N6 tenía una resistencia de 2,0 cN/dtex y un alargamiento de 45%.

**[0257]** Cuando se sometió a un tratamiento con silicona análogamente al Ejemplo 35, el galón redondo mostró un tacto delicado y una sensación en las manos suave y húmeda como la piel humana. También tenía una sensación

refrescante tras el tacto. Cuando se lavó y deshidrató mientras estaba contenido en una malla de lavado en una lavadora doméstica, el galón redondo mostró una alta estabilidad dimensional, sin deformación.

## Ejemplo 37

- [0258]** Se fabricaron pantalones cortos para mujer a partir del galón redondo formado a partir de las nanofibras de N6, que tenía una masa por área unitaria de  $100 \text{ g/m}^2$ , que se trató con silicona, preparado en el Ejemplo 36. Los pantalones cortos eran muy cómodos, debido a un tacto similar a la piel humana y tenían un efecto curativo. Cuando se lavaron y deshidrataron mientras estaba contenidos en una malla de lavado en una lavadora doméstica, los pantalones cortos mostraron una alta estabilidad dimensional, sin deformación.

## Ejemplo 38

- [0259]** El hilo de falsa torsión de la aleación de N6/PET copolimerizado, preparado en el Ejemplo 36, se usó como un hilo de cobertura para cubrir "LYCRA<sup>®</sup>", disponible en OPELONTEX CO., LTD. El hilo de cobertura se usó para formar un tejido tricotado para pantys que se sometió a un tratamiento alcalino análogamente al Ejemplo 36, para preparar de esta manera un tejido tricotado para pantys formado a partir de nanofibras. El tejido tricotado para pantys tenía una masa por área unitario de  $100 \text{ g/m}^2$ . Las proporciones en peso de las nanofibras de N6 y las fibras de poliuretano era de 90% y 10%, respectivamente. El tejido tricotado se sumergió en una solución acuosa al 10% en peso de SILCOAT PP (una silicona modificada especial disponible en Matsumoto Yushi-Seiyaku Co., Ltd.), para dar el tratamiento líquido al tejido tricotado, de manera que la proporción de captación de la solución acuosa alcanzó el 150%. Después, el tejido tricotado se secó en un estado relajado en un horno a  $110 \text{ °C}$  durante tres minutos. Después del secado y el tratamiento de estrujado, el tejido tricotado se cosió en forma de pantys. Los pantys mostraron un tacto delicado y una sensación en las manos suave y húmeda como la piel humana. Proporcionaron una comodidad muy alta cuando se llevan puestos.

## Ejemplo 39

- [0260]** Se obtuvieron fibras de aleación de N6/polímero de PET copolimerizado, que tenían 400 dtex y 96 filamentos, por hilado en estado fundido análogamente al Ejemplo 4, con un primer rodillo de recogida 9 a una velocidad (velocidad de hilado) de 3500 metros por minuto. Las fibras de aleación de polímero tenían una resistencia de 2,5 cN/dtex, un alargamiento de 100% y un U% de 1,9%. Las fibras de aleación de polímero se estiraron y se les dio una falsa torsión, para obtener de esta manera un hilo de falsa torsión que tenía 333 dtex y 96 filamentos. La temperatura de tratamiento térmico se ajustó a  $180 \text{ °C}$  y la proporción de estirado se ajustó a 1,2. El hilo de falsa torsión obtenido de esta manera tenía una resistencia de 3,0 cN/dtex y un alargamiento de 32%.
- [0261]** Se aplicó una torsión moderada, de 300 giros por metro, al hilo de falsa torsión, que se usó entonces como urdimbre y trama en un hilo de dos capas de torsión S/torsión Z, para formar de esta manera un tejido tejido de twill 2/2. El tejido tejido de twill se sometió a un tratamiento alcalino análogamente al Ejemplo 1, para preparar de esta manera una tela para cortinas formada a partir de nanofibras de N6, que tenía una masa por área unitaria de  $150 \text{ g/m}^2$ . La dispersión de los valores de finura de fibra individual de las nanofibras se analizó análogamente al Ejemplo 1, con un resultado que mostraba una finura sin precedentes cuando el diámetro de fibra individual promedio en número era de 86 nm ( $6 \times 10^{-5} \text{ dtex}$ ). La proporción de finura de las fibras individuales, que tenían una finura en un intervalo de  $1 \times 10^{-7}$  a  $1 \times 10^{-4} \text{ dtex}$ , era de 78% y, particularmente, la proporción de finura de las fibras individuales que tenían diámetros que estaban dentro de un intervalo de 75 a 104 nm era de 64%, con una dispersión muy pequeña de los valores de finura de fibra individual. El hilo de falsa torsión fabricado a partir de las nanofibras de N6 tenía una resistencia de 2,0 cN/dtex y un alargamiento de 40%.

- [0262]** Cuando se sometió a un tratamiento con silicona análogamente al Ejemplo 35, la tela para cortina mostró un tacto delicado y una sensación en las manos suave y húmeda como la piel humana. También tenía una sensación fría tras tocarla. También tenía una proporción suficiente de adsorción de humedad ( $\Delta\text{MR}$ ) del 6%. En un ensayo de desodorización usando ácido acético, la concentración disminuyó de 100 ppm a 1 ppm en diez minutos, indicado que la tela para cortinas tenía un rendimiento de desodorización excelente. Cuando las cortinas fabricadas a partir de la tela se colgaron en una habitación que tenía un área de seis esteras de tatami, el aire en la habitación se refrescó y la condensación de rocío se suprimió. Cuando se lavó y deshidrató mientras estaba contenida en una malla de lavado de lavado en una lavadora doméstica, la cortina mostró una alta estabilidad dimensional, sin deformación.

## Ejemplo 40

- [0263]** La aleación de N6/polímero de PET copolimerizado usado en el Ejemplo 4 y el N6 que tenía una viscosidad en estado fundido de 500 Pa·s ( $262 \text{ °C}$  a una tasa de cizalla de  $121,6 \text{ s}^{-1}$ ) y un punto de fusión de  $220 \text{ °C}$  se fundieron por separado, y se hiló un hilo conjugado de núcleo en vaina de forma análoga al Ejemplo 4, usando una hilera que tenía un orificio con forma de Y. El componente de núcleo estaba fabricado de la aleación de N6/polímero de PET copolimerizado, y el componente de vaina estaba fabricado del N6, con la proporción del componente de núcleo ajustada al 50% en peso. El hilo hilado se extrajo a una velocidad de 800 metros por minuto, y después se estiró en dos etapas donde la proporción de estirado se ajustó a 1,3 en la primera etapa y la proporción de estirado

total se ajustó a 3,5. El hilo se extrajo después del rizado mediante una boquilla de chorro, para obtener de esta manera un hilo voluminoso de 500 dtex y 90 filamentos. El hilo voluminoso tenía una resistencia de 5,2 cN/dtex y un alargamiento de 25%.

- [0264]** Dos cordones del hilo voluminoso se alinearon y doblaron, y se sometieron a una primera torsión (200 T/m), estando sometidos dos cordones del hilo a una torsión secundaria (200 T/m). Después de aplicar el tratamiento de ajuste de torsión por secado a 170 °C, el hilo se insertó para formar una alfombra afelpado por un método conocido. La inserción se realizó controlando las puntadas, para obtener un calibre 1/10 y una masa por área unitaria de 1500 g/m<sup>2</sup> mediante un corte de nivel ordinario. Después, se aplicó un refuerzo. Cuando se estaba realizando la inserción, dicho tejido de refuerzo se usó de manera que estaba tejido a partir de un hilo mixto de fibras acrílicas y fibras de poliéster. Solo la porción afelpada se sometió al tratamiento alcalino, para hacer de esta manera que dicha estructura fuera, como la nanofibra de N6 estaba envuelta por el N6, la porción afelpada. La nanofibra de N6 tenía un diámetro de fibra individual promedio en número de 86 nm ( $6 \times 10^{-4}$  dtex). La proporción de finura de las fibras individuales, que tenían una finura en un intervalo de  $1 \times 10^{-7}$  a  $1 \times 10^{-4}$  dtex, era de 78% y una proporción de finura particular de las fibras individuales, que tenían diámetros que estaban dentro de un intervalo de 75 a 104 nm, era de 64%, con una dispersión muy pequeña de los valores de finura de las fibras individuales. La porción afelpada tenía una masa por área unitaria de 1200 g/m<sup>2</sup> y la proporción en peso de N6 era de 33% de la porción afelpada y 15% de toda la alfombra. Puesto que la porción afelpada soporta las nanofibras de N6 mediante el componente de vaina de N6, la alfombra no tenía un problema de aplanamiento del pelo. Puesto que el contenido de las nanofibras de N6 era de 15% en peso, la alfombra tenía un rendimiento higroscópico y rendimiento de desodorización suficientes, y era capaz de refrescar el entorno de la habitación y suprimir la condensación de rocío.

#### Ejemplo 41

- [0265]** Cuatro cordones del hilo de falsa torsión de la aleación de N6/polímero de PET copolimerizado obtenido en el Ejemplo 36 se unieron conjuntamente y se usaron como urdimbre y trama para formar un tejido tejido de twill 2/2. El tejido tejido de twill se sometió a un tratamiento alcalino análogamente al Ejemplo 36, para preparar de esta manera una cubierta para un asiento interior, formada a partir de un hilo de falsa torsión de las nanofibras de N6, que tenía una masa por área unitaria de 200 g/m<sup>2</sup>. La dispersión de los valores de finura de fibra individual de las nanofibras de N6 se analizó análogamente al Ejemplo 1, con un resultado que mostraba una finura sin precedentes cuando el diámetro de fibra individual promedio en número era de 86 nm ( $6 \times 10^{-5}$  dtex). La proporción de finura de las fibras individuales, que tenían una finura en un intervalo de  $1 \times 10^{-7}$  a  $1 \times 10^{-4}$  dtex, era de 78% y, particularmente, la proporción de finura de las fibras individuales, que tenían diámetros que estaban dentro de un intervalo de 75 a 104 nm, era de 64%, con una dispersión muy pequeña de los valores de finura de fibra individual. Cuando este tejido se usó en el tapizado de una silla, mostró una sensación en las manos suave y una sensación general cómoda. También mostró un rendimiento higroscópico y rendimiento de desodorización suficientes, y era capaz de refrescar el entorno de una habitación.

#### 35 Ejemplo 42

- [0266]** La aleación de N6/polímero de PET copolimerizado usada en el Ejemplo 4 y el N6 que tenía una viscosidad en estado fundido de 500 Pa·s (262 °C a una tasa de cizalla de  $121,6 \text{ s}^{-1}$ ) y un punto de fusión de 220 °C usado en el Ejemplo 4, se fundieron por separado y un hilo conjugado de núcleo en vaina se hiló análogamente al Ejemplo 4 usando una hilera que tenía orificios circulares. El componente de núcleo se fabricó de la aleación de N6/polímero de PET copolimerizado, y el componente de vaina se fabricó del N6, con la proporción del componente de núcleo ajustada al 30% en peso. El hilo hilado se extrajo a una velocidad de 1600 metros por minuto y después se estiró con una temperatura del primer rodillo caliente 17 ajustada a 90 °C. La temperatura del segundo rodillo caliente 18 se ajustó a 130 °C, y la proporción de estirado se ajustó a 2,7. Las fibras de aleación de polímero obtenidas de esta manera tenían 220 dtex y 144 filamentos, una resistencia de 4,8 cN/dtex, un alargamiento de 35% y un U% de 1,9%. Esto se sometió a una torsión moderada de 300 giros por metro y se usó como urdimbre y trama para formar una onda plana. Esta onda se sometió a tratamiento alcalino análogamente al Ejemplo 4, para obtener de esta manera una onda que tenía una masa por área unitaria de 220 g/m<sup>2</sup>, formada a partir de fibras que consistían en la nanofibra N6 cubierta por el componente de vaina N6. El diámetro de fibra individual promedio en número de las nanofibras de N6 obtenidas de esta manera era de 86 nm ( $6 \times 10^{-4}$  dtex). La proporción de finura de las fibras individuales que tenían diámetros que estaban en un intervalo de  $1 \times 10^{-7}$  a  $1 \times 10^{-4}$  dtex era de 78% y, particularmente, la proporción de finura de las fibras individuales, que tenían diámetros que estaban dentro de un intervalo de 75 a 104 nm de diámetro, era de 64%, con una dispersión muy pequeña de los valores de finura de fibra individual. Cuando se sometió a un tratamiento con silicona análogamente al Ejemplo 36, el tejido mostró un tacto delicado y una sensación en las manos suave y húmeda como la piel humana. El tejido se usó para fabricar un edredón y unas sábanas, que eran muy cómodas debido a la excelente sensación en las manos y capacidad de adsorción de humedad. También tenía una alta capacidad desodorante e incluso cuando estaba húmedo debido a incontinencia, podía suprimir el olor. Cuando se lavó y se deshidrató mientras estaba contenido en una malla de lavado en una lavadora doméstica, esta ropa de cama mostraron una alta estabilidad dimensional, sin deformación.

#### Ejemplo 43

**[0267]** Se obtuvieron fibras de aleación de N6/polímero de PET copolimerizado, que tenían 264 dtex y 144 filamentos por hilado multicomponente de núcleo en vaina, análogamente al Ejemplo 40, con una velocidad del primer rodillo de recogida 9 ajustada a 3500 metros por minuto. Las fibras de aleación de polímero tenían una resistencia de 3,5 cN/dtex, un alargamiento de 110% y un U% de 1,9%. Las fibras de aleación de polímero se  
5 estiraron y se les dio una falsa torsión, para obtener de esta manera un hilo de falsa torsión que tenía 220 dtex y 144 filamentos. La temperatura de tratamiento térmico se ajustó a 180 °C y la proporción de estirado se ajustó a 1,2. El hilo de falsa torsión obtenido de esta manera tenía una resistencia de 4,1 cN/dtex y un alargamiento de 32%.

**[0268]** Se aplicó una torsión moderada, de 300 giros por metro, al hilo de falsa torsión, que se usó después como urdimbre y trama para formar un urdido plano. El urdido plano se sometió a tratamiento alcalino análogamente al  
10 Ejemplo 1, para preparar de esta manera un tejido tejido en el que las nanofibras de N6, que tenían una masa por área unitaria de 100 g/m<sup>2</sup>, se cubrieron mediante el componente de vaina de N6. La dispersión de los valores de finura de fibra individual de las nanofibras se analizó análogamente al Ejemplo 1, con un resultado que mostraba una finura sin precedentes cuando el diámetro de fibra individual promedio en número era de 86 nm ( $6 \times 10^{-5}$  dtex). La proporción de finura de las fibras individuales, que tenían diámetros que estaban dentro de un intervalo de  $1 \times 10^{-7}$  a  
15  $1 \times 10^{-4}$  dtex, era de 78% y, particularmente, la proporción de finura de las fibras individuales, que tenían diámetros que estaban dentro de un intervalo de 75 a 104 nm de diámetro, era de 64%, con una dispersión muy pequeña de los valores de finura de fibra individual. Este tejido, que tenía una estructura tal que las nanofibras de N6 estaban encapsuladas en fibras huecas del N6, demostraba una sensación en las manos suave y elástica, como la esponja dulce. El hilo de falsa torsión fabricado a partir de las nanofibras de N6 tenía una resistencia de 2,9 cN/dtex y un  
20 alargamiento de 41%.

**[0269]** Cuando se sometió a un tratamiento con silicona análogamente al Ejemplo 35, este tejido mostró un tacto delicado y una sensación en las manos suave y húmeda como la piel humana. Tenía también una sensación fría después de tocarlo. Tenía también una proporción suficiente de adsorción de humedad ( $\Delta MR$ ) del 6%. Este tejido tejido se usó para fabricar una camisa para mujer, que era muy cómoda de llevar y que tenía un efecto curativo.  
25 Cuando se lavó y deshidrató en una lavadora doméstica sin estar contenida en una malla de lavado, la camisa no se deformaba, y mostró una alta estabilidad dimensional debido a que las nanofibras de N6 están encapsuladas en las fibras huecas de N6.

#### Ejemplo 44

**[0270]** El hilo de falsa torsión de las fibras de N6/polímero de PET copolimerizado preparado en el Ejemplo 39 se  
30 usó como una estructura de base para formar un tejido tricotado con punto de urdimbre, que tiene una sección de pelo elevado formada a partir de un hilo de polibutilentereftalato (PBT) de 100 dtex, de 36 filamentos, con una densidad de tricotado de 64 hiladas, usando una máquina de tricotado de calibre 28. El tejido tricotado con punto de urdimbre se sumergió en una solución acuosa al 10% de hidróxido sódico (90 °C, proporción del baño 1:100) durante una hora, para eliminar de esta manera 99% o más del PET copolimerizado por hidrólisis, y se obtuvo una tela para  
35 interior de vehículo. La tela para interior de vehículo obtenida de esta manera tenía una masa por área unitaria de 130 g/m<sup>2</sup>, y el contenido de nanofibra de N6 era de 40% en peso. La sección de nanofibra de N6 tenía una masa por área unitaria de 120 g/m<sup>2</sup>. Las nanofibras tenían una finura sin precedentes cuando el diámetro de fibra individual promedio en número era de 84 nm ( $6 \times 10^{-5}$  dtex). La proporción de finura de las fibras individuales, que tenían diámetros que estaban dentro de un intervalo de  $1 \times 10^{-7}$  a  $1 \times 10^{-4}$  dtex, era de 78% y, particularmente, la proporción  
40 de finura de las fibras individuales, que tenían diámetros que estaban dentro de un intervalo de 75 a 104 nm de diámetro, era de 64%, con una dispersión muy pequeña de los valores de finura de fibra individual. La tela se sumergió en una solución acuosa al 3% de dietilentriamina a 50 °C durante un minuto, para dejar de esta manera la dietilentriamina soportada por las nanofibras de N6. En un ensayo para evaluar la capacidad de eliminar el acetaldehído de esta tela, la concentración disminuyó de 300 ppm a 1 ppm en diez minutos, indicando que la tela  
45 tenía una excelente capacidad para eliminar compuestos químicos.

#### Ejemplo 45

**[0271]** La aleación de N6/polímero de PET copolimerizado y PBT, que tenía una viscosidad en estado fundido de 240 Pa·s (262 °C a una tasa de cizalla de 121,6 s<sup>-1</sup>) y un punto de fusión de 220 °C usado en el Ejemplo 4, se fundieron por separado y se hilaron en un hilo de multicomponente de islas en el mar, que se realizó análogamente  
50 al Ejemplo 4 usando una hilera que tenía 24 orificios, un diámetro de orificio de 1,0 mm y una longitud de orificio de 1,0 mm. El componente de mar estaba fabricado de la aleación de N6/polímero de PET copolimerizado, y el componente de isla estaba fabricado del PBT, con la proporción del componente de isla ajustada al 35% en peso y el número de islas por orificio ajustado a 36. El hilo hilado se extrajo a una velocidad de 900 metros por minuto, y después el hilo se estiró, ajustando la temperatura del primer rodillo caliente 17 a 85 °C, la temperatura del segundo  
55 rodillo caliente se ajustó a 130 °C, y la proporción de estirado se ajustó a 3,0. Un hilo multicomponente de islas en el mar obtenido después del tratamiento térmico tenía 240 dtex y 24 filamentos, una resistencia de 3,0 cN/dtex, un alargamiento de 40% y un U% de 2,0%, con la aleación de polímero formando el componente de mar y el PBT formando el componente de isla. Esto se sometió a una torsión moderada de 300 giros por metro, y se usó como urdimbre y trama para formar un tejido tejido de twill 2/2. Este tejido tejido se sumergió en una solución acuosa al  
60 10% de hidróxido sódico (90 °C, proporción del baño 1:100), para eliminar de esta manera un 99% o más del PET



copolimerizado a partir de las fibras de aleación de polímero por hidrólisis. Como resultado, un tejido tejido, que tenía una masa por área unitaria de  $200 \text{ g/m}^2$ , se formó a partir de un hilo mixto de las nanofibras de N6 y el hilo ultrafino de PBT (0,08 dtex), en el que los contenidos de las nanofibras de N6 y el PBT era de 48% y el 52% en peso, respectivamente. Las nanofibras de N6 tenían dicha finura sin precedentes cuando el diámetro de fibra individual promedio en número era de 84 nm ( $6 \times 10^{-5}$  dtex). La proporción de finura de las fibras individuales, que tenían diámetros que estaban dentro de un intervalo de  $1 \times 10^{-7}$  a  $1 \times 10^{-4}$  dtex, era de 78%, y una proporción de finura particular de las fibras individuales, que tenían diámetros en un intervalo de 75 a 104 nm, era de 64%, con una dispersión muy pequeña de los valores de finura de fibra individual.

**[0272]** En este tejido tejido, las nanofibras de N6 estaban separadas por la repulsión electroestática debido a la diferencia en la electrificación entre el N6 y el PBT, de manera que el tejido tejido mostraba una sensación ultrasuave como la piel de melocotón, y excelente sensación en las manos como la piel humana, sin aplicar un tratamiento de pulido o con silicona. Además, puesto que el PBT soporta el tejido tejido como un esqueleto, no solo tiene una estabilidad dimensional mejorada, sino también una alta elasticidad. Un cortavientos fabricado usando este tejido tejido no solo tenía un excelente rendimiento de barrera para el viento, debido a que las nanofibras de N6 estaban separadas, sino que tampoco generaba un sonido susurrante, incluso cuando el usuario se movía violentamente en una actividad deportiva, debido a la sensación en las manos ultrasuave. Además, proporcionaba una excelente comodidad durante el uso debido a la alta capacidad de adsorción de humedad desarrollada por las nanofibras de N6. Cuando se lavó y deshidrató en una lavadora doméstica sin estar contenido en una malla de lavado, el urdido mostró una alta estabilidad dimensional, sin deformación.

#### 20 Ejemplo 46

**[0273]** El agregado de nanofibras obtenido en el Ejemplo 1 se separó por batido en agua, a la que se había añadido un 0,1% en peso de un dispersante no iónico, que incluía un éter de polioxi-etileno sulfonado como componente principal, para obtener nanofibras de N6 dispersadas en agua. El contenido de nanofibras de N6 en agua era de 1% en peso. Las nanofibras de N6 dispersadas en agua se vertieron en un material compuesto, que incluía fibras de carbono y se provocó que fluyera, seicara y solidificara, para recubrir de esta manera la superficie del material compuesto de fibra de carbono con una película fina de las nanofibras de N6. Esto mejoró la hidrofobicidad del material compuesto de fibra de carbono.

#### Ejemplo 47

**[0274]** Las fibras de aleación de polímero fabricadas en el Ejemplo 1 se formaron en una estopa de  $10 \times 10^4$  dtex, que después se cortó en fibras pequeñas que tenían una longitud de 2 mm. Estas piezas pequeñas se sometieron a un tratamiento alcalino análogamente al Ejemplo 1, para obtener de esta manera un agregado de nanofibras. La solución acuosa alcalina, que incluía el agregado de nanofibras dispersado en su interior, se naturalizó con ácido clorhídrico diluido, al que se había añadido un 0,1% en peso de un dispersante no iónico, que incluía éter de polioxi-etileno sulfonado como componente principal. Después, las fibras dispersadas en la solución se ensamblaron en una lámina, para obtener de esta manera un tejido no tejido. El tejido no tejido obtenido de esta manera incluido en el agregado de nanofibras dispersadas en su interior tenía tamaños de 300 nm o menor, a diferencia del tejido no tejido, que se sometió a una perforación con aguja en la que el agregado de las nanofibras coaguló a tamaños de 10  $\mu\text{m}$  o menor. El agregado de nanofibras se extrajo del tejido no tejido y la dispersión de los valores de finura de fibra individuales de las nanofibras se analizaron análogamente al Ejemplo 1, con un resultado que mostraba una finura sin precedentes cuando el diámetro de fibra individual promedio en número era de 60 nm ( $3 \times 10^{-5}$  dtex). La proporción de finura de las fibras individuales, que tenían diámetros que estaban dentro de un intervalo de  $1 \times 10^{-7}$  a  $1 \times 10^{-4}$  dtex, era de 99% y, particularmente, una proporción de finura de las fibras individuales, que tenían diámetros que estaban dentro de un intervalo de 55 a 84 nm de diámetro, era de 70%, con una dispersión muy pequeña de los valores de finura de fibras individuales.

#### 45 Ejemplo 48

**[0275]** Las operaciones de fusión y amasado se realizaron análogamente al Ejemplo 1, excepto que se usó un ácido poli-L láctico (pureza óptica 99,5% o mayor), que tenía un peso molecular medio de  $1,2 \times 10^5$ , una viscosidad en estado fundido de 30 Pa·s (240 °C a una tasa de cizalla de  $2432 \text{ s}^{-1}$ ) y un punto de fusión de 170 °C, en lugar del PET copolimerizado, y la temperatura de amasado se ajustó a 220 °C, para obtener de esta manera virutas de aleación de polímero que tenían un valor  $b^*$  de 3. El peso molecular medio del ácido poliláctico se determinó de la siguiente manera. Se añadió tetrahidrofurano (en lo sucesivo en la presente memoria abreviado como THF) a una solución de cloroformo de una muestra, para preparar una solución de medición. La solución se analizó a 25 °C por cromatografía de permeación en gel (GPC) Waters 2690, disponible en Waters Inc. y un peso molecular medio se determinó como el valor equivalente del poliestireno correspondiente. El N6 usado en el Ejemplo 1 tenía una viscosidad en estado fundido de 57 Pa·s a 240 °C y una tasa de cizalla de  $2432 \text{ s}^{-1}$ . El ácido poli-L láctico tenía una viscosidad en estado fundido de 86 Pa·s a 215 °C y una tasa de cizalla de  $1216 \text{ s}^{-1}$ .

**[0276]** Las virutas de aleación de polímero se sometieron a una centrifugación en estado fundido análogamente al Ejemplo 1, excepto porque se ajustó la temperatura de fusión a 230 °C, la temperatura de centrifugación a 230 °C,

(temperatura de la superficie de la hilera 215 °C) y la velocidad de hilado a 3500 metros por minuto. Aunque se usó una hilera ordinaria, que tenía un diámetro de orificio de 0,3 mm y una longitud de orificio de 0,155 mm, no ocurrió sustancialmente ningún fenómeno Barus. La capacidad de hilado se mejoró significativamente, incluso cuando se comparó con el Ejemplo 1, y no ocurrió rotura del hilo durante el hilado de 1t. La descarga por orificio se ajustó a 0,94 5 gramos por minuto. Se obtuvo un hilo no estirado altamente orientado, de 92 dtex y 36 filamentos, que era un hilo no estirado altamente orientado excelente que tenía una resistencia de 2,4 cN/dtex, un alargamiento de 90%, una contracción en agua en ebullición del 43% y un U% de 0,7%. Particularmente a medida que el Barus se reducía en gran medida, la no uniformidad del hilo mejoraba mucho.

10 **[0277]** El hilo no estirado altamente orientado se sometió a estirado y recocado, análogamente al Ejemplo 1, excepto porque se ajustó la temperatura de estirado a 90 °C, la proporción de estirado a 1,39 y la temperatura de fraguado térmico a 130 °C. El hilo estirado tenía 67 dtex y 36 filamentos, y mostró propiedades muy buenas, tales como una resistencia de 3,6 cN/dtex, un alargamiento de 40%, una contracción en agua en ebullición de 9% y un U% de 0,7%.

15 **[0278]** La observación de una sección transversal de la fibra de aleación de polímero con un TEM mostró una estructura de islas en el mar, donde el PLA formaba el mar (porción clara) y el N6 formaba las islas (porción oscura). El diámetro del dominio de islas de N6 promedio en número era de 55 nm, lo que indicaba que el N6 estaba dispersado uniformemente, del orden de nanómetros, en la fibra de aleación de polímero.

20 **[0279]** Las fibras de aleación de polímero obtenidas de esta manera se formaron en un galón redondo, y después se sometieron a tratamiento alcalino análogamente al Ejemplo 1, para eliminar de esta manera 99% o más del PLA de las fibras de aleación de polímero por hidrólisis. La dispersión de los valores de finura de fibra individual de las nanofibras en el agregado de las nanofibras, obtenidas como se ha descrito anteriormente, se analizaron análogamente al Ejemplo 1, con un resultado que mostraba una finura sin precedentes cuando el diámetro de fibra individual promedio en número era de 60 nm ( $3 \times 10^{-5}$  dtex), con una dispersión muy pequeña de los valores de finura de fibra individual.

25 **[0280]** La proporción de la adsorción de humedad ( $\Delta MR$ ) del galón redondo formado a partir del agregado de nanofibras era de 6% y la tasa de alargamiento en la dirección longitudinal del hilo al absorber agua era de 7%. Un hilo que comprendía el agregado de nanofibras de N6 mostró una resistencia de 2,0 cN/dtex y un alargamiento de 45%. La proporción de contracción térmica por secado a 140 °C era de 3%. Cuando el galón redondo se pulió, 30 un tacto suave y húmedo como la piel humana, que nunca antes se había conseguido con las fibras ultrafinas de la técnica anterior.

Tabla 14

	Diámetro promedio en número de dominios de isla (nm)	Dispersión de los dominios de isla		Resistencia (cN/dtex)	U% (%)
		Proporción de área (%)	Intervalo de Intervalo de diámetros: proporción de área		
Ejemplo 48	55	100	45 - 74 nm: 73%	3,6	0,7
Ejemplo 49	50	100	45 - 74 nm: 70%	1,2	2,0
Ejemplo 50	45	100	35 - 64 nm: 70%	1,4	2,0
Ejemplo 51	50	100	45 - 74 nm: 70%	1,3	2,0
Ejemplo 52	40	100	35 - 64 nm: 70%	1,3	2,0
Proporción de área: Proporción de área de dominios de isla que tienen diámetros en un intervalo de 1 a 100 nm. Intervalo: Proporción de área en una sección de 30 nm de anchura en diámetros.					

Tabla 15

	Número promedio de nanofibras		Dispersión de nanofibras		Resistencia del agregado de nanofibras (cN/dtex)
	Diámetro (nm)	Finura (dtex)	Proporción de finura (%)	Intervalo de intervalo de diámetros: proporción de finura	
Ejemplo 48	60	$3 \times 10^{-5}$	99	55 - 84 nm: 70%	2,0
Ejemplo 49	55	$3 \times 10^{-5}$	100	45 - 74 nm: 70%	2,0
Ejemplo 50	50	$2 \times 10^{-5}$	100	45 - 74 nm: 70%	2,0
Ejemplo 51	55	$3 \times 10^{-5}$	100	45 - 74 nm: 70%	2,0
Ejemplo 52	40	$1 \times 10^{-5}$	100	35 - 64 nm: 70%	2,0

Proporción de finura: Proporción de finura de la finura de fibra individual en un intervalo de  $1 \times 10^{-7}$  a  $1 \times 10^{-4}$  dtex Intervalo: proporción de área en una sección de 30 nm de anchura en diámetros.

## Ejemplo 49

- [0281]** Las operaciones de fusión y amasado se realizaron análogamente al Ejemplo 1, excepto que se usó un poliestireno copolimerizado (co-PS), que contenía 22% de unidades de acrilato 2-etilhexilo, y el PET copolimerizado usado en el Ejemplo 9, y ajustando el contenido del PET copolimerizado al 20% en peso y la temperatura de amasado a 235 °C, para obtener de esta manera virutas de aleación de polímero que tenían un valor  $b^*$  de 2. El co-PS tenía una viscosidad en estado fundido de 140 Pa·s a 262 °C y una tasa de cizalla de  $121,6 \text{ s}^{-1}$  y una viscosidad en estado fundido de 60 Pa·s a 245 °C y una tasa de cizalla de  $1216 \text{ s}^{-1}$ .
- 10 **[0282]** Las virutas de aleación de polímero se sometieron a hilado en estado fundido análogamente al Ejemplo 1, excepto que se ajustó la temperatura de fusión a 260 °C, la temperatura de hilado a 260 °C, (temperatura de la superficie de la hilera 245 °C) y la velocidad de hilado a 1200 metros por minuto. Se usó una hilera similar a la usada en el Ejemplo 1. En este procedimiento, la fibra mostró una buena capacidad de hilado y se rompió solamente una vez durante el hilado de 1 t. La descarga por orificio se ajustó a 1,15 gramos por minuto. El hilo no estirado obtenido
- 15 de esta manera se sometió a estirado y recocado, análogamente al Ejemplo 1, ajustando la temperatura de estirado a 100 °C, la proporción de estirado a 2,49, usando una placa de calentamiento que tenía una longitud eficaz de 15 cm, en lugar del rodillo caliente, como el dispositivo de ajuste térmico, y una temperatura de recocado a 115 °C. Se obtuvo un hilo estirado de 166 dtex y 36 filamentos, que tenía una resistencia de 1,2 cN/dtex, un alargamiento de 27% y un U% de 2,0%.
- 20 **[0283]** La observación de una sección transversal de la fibra de aleación de polímero con un TEM mostró una estructura de islas en el mar, donde el co-PS formaba el mar (porción clara) y el PET copolimerizado formaba las islas (porción oscura). El diámetro del dominio de islas de PET copolimerizado promedio en número era de 50 nm, indicando que el PET copolimerizado estaba dispersado uniformemente, del orden de nanómetros, en la fibra de aleación de polímero.
- 25 **[0284]** Las fibras de aleación de polímero obtenidas de esta manera se formaron en un galón redondo análogamente al Ejemplo 1, y se sumergieron en tetrahidrofurano (THF), para eluir de esta manera 99% o más del co-PS, el componente de mar. La dispersión de los valores de finura de fibra individual de las nanofibras en el agregado de nanofibras obtenido como se ha descrito anteriormente se analizó análogamente al Ejemplo 1, con un resultado que mostraba una finura sin precedentes cuando el diámetro de fibra individual promedio en número era
- 30 de 55 nm ( $3 \times 10^{-5}$  dtex), con un dispersión muy pequeña de los valores de finura de fibra individual.
- [0285]** Las fibras de aleación de polímero se unieron conjuntamente en una estopa de  $10 \times 10^4$  dtex, que se cortó en fibras pequeñas que tenían una longitud de 2 mm. Estas piezas de fibra se sometieron a tratamiento con THF para eluir el co-PS y obtener las nanofibras. El THF líquido incluía las nanofibras dispersadas en su interior, se sometió a sustitución del disolvente de alcohol, después agua y se sometió a una separación por batido. Las fibras
- 35 dispersadas en su interior se ensamblaron después en una lámina, para obtener de esta manera un tejido no tejido. El tejido no tejido obtenido de esta manera se constituyó a partir de las nanofibras dispersadas al nivel de fibras individuales.

## Ejemplo 50

- [0286]** Las operaciones de fusión y amasado se realizaron análogamente al Ejemplo 1, excepto que se usó el PBT

usado en el Ejemplo 11 y el co-PS usado en el Ejemplo 49, y se ajustó el contenido del PBT a 20% en peso y la temperatura de amasado a 240 °C, para obtener de esta manera virutas de aleación de polímero que tenían un valor  $b^*$  de 2.

**[0287]** Las virutas de aleación de polímero se sometieron a hilado en estado fundido análogamente al Ejemplo 1, excepto que se ajustó la temperatura de fusión a 260 °C, la temperatura de hilado a 260 °C, (temperatura de la superficie de la hilera 245 °C) y la velocidad de hilado a 1200 metros por minuto. Se usó una hilera similar a la usada en el Ejemplo 1. En este procedimiento, la fibra mostró una buena capacidad de hilado y se rompió solo una vez durante el hilado de 1 t. La descarga por orificio se ajustó a 1,0 gramo por minuto. El hilo no estirado obtenido de esta manera se sometió a estirado y recocado análogamente al Ejemplo 49. Se obtuvo un hilo estirado de 161 y 36 filamentos, que tenía una resistencia de 1,4 cN/dtex, un alargamiento de 33% y un U% de 2,0%.

**[0288]** La observación de una sección transversal de la fibra de aleación de polímero con un TEM mostró una estructura de islas en el mar en la que el co-PS formaba el mar (porción clara) y el PET copolimerizado formaba las islas (porción oscura). El diámetro del dominio de islas de PET copolimerizado promedio en número era de 45 nm, lo que indicaba que el PET copolimerizado estaba dispersado uniformemente, del orden de nanómetros, en la fibra de aleación de polímero.

**[0289]** Las fibras de aleación de polímero obtenidas de esta manera se formaron en un galón redondo análogamente al Ejemplo 1, y se sumergieron en tricloroetileno, para eliminar de esta manera 99% o más del co-PS, el componente de mar. La dispersión de los valores de finura de fibra individual de las nanofibras en el agregado de nanofibras obtenido como se ha descrito anteriormente se analizó análogamente al Ejemplo 1, con un resultado que mostraba una finura sin precedentes cuando el diámetro de fibra individual promedio en número era de 50 nm ( $2 \times 10^{-5}$  dtex), con un dispersión muy pequeña de los valores de finura de fibra individual.

Ejemplo 51

**[0290]** Las operaciones de fusión y amasado se realizaron análogamente al Ejemplo 1, excepto que se usó el PTT usado en el Ejemplo 12 y un PS copolimerizado, disponible en Nippon Steel Chemical Co., Ltd. (ESTYRENE® KS-18, copolimerización de metacrilato de metilo, viscosidad en estado fundido de 110 Pa·s a 262 °C a una tasa de cizalla de  $121,6 \text{ s}^{-1}$ ) y un ajuste del contenido de PTT al 20% en peso y la temperatura de amasado a 240 °C, para obtener de esta manera virutas de aleación de polímero que tenían un valor de  $b^*$  de 2. El PS copolimerizado tenía una viscosidad en estado fundido de 76 Pa·s a 245 °C a una tasa de cizalla de  $1216 \text{ s}^{-1}$ .

**[0291]** Las virutas de aleación de polímero se sometieron a una centrifugación en estado fundido análogamente al Ejemplo 1, excepto que se ajustó la temperatura de fusión a 260 °C, la temperatura de hilado a 260 °C, (temperatura de la superficie de la hilera 245 °C) y la velocidad de hilado a 1200 metros por minuto. Se usó una hilera similar a la usada en el Ejemplo 1, que tenía una sección de pesada 12 que tenía un diámetro de 0,23 mm, proporcionada por encima del orificio, el diámetro de orificio 14 era de 2 mm y una longitud de orificio 13 era de 3 mm, como se muestra en la Figura 13. En este procedimiento, la fibra mostró una buena capacidad de hilado y se rompió solo una vez durante el hilado de 1 t. La descarga por orificio se ajustó a 1,0 gramo por minuto. Los hilos no estirados obtenidos de esta manera se unieron conjuntamente en una estopa, que se estiró con una proporción de estirado de 2,6 en un baño de agua templada a 90 °C y se rizó mecánicamente. Después, el hilo rizado se cortó en fibras que tenían una longitud de 51 mm, se separó mediante cardado y se formó en una banda con una tejedora de enrollado transversal. La banda se convirtió en un tejido no tejido de fibras enmarañadas de  $300 \text{ g/m}^2$ . El tejido no tejido se impregnó con una solución que consistía en 13% en peso de un compuesto de poliuretano (PU), incluyendo poliuretano basado en poliéter como componente principal, y 87% en peso de N,N'-dimetilformamida (DMF), y el PU se solidificó en una solución acuosa que tenía un contenido de DMF de 40% en peso. Después el tejido se lavó en agua. El tejido no tejido se sometió a tratamiento con tricloroetileno, de manera que el PS copolimerizado se eluyó, para obtener de esta manera una estructura de nanofibra constituida a partir de las nanofibras de PTT y el PU, que tenía un espesor de aproximadamente 1 mm. Un lado de la estructura de nanofibras se pulió con un papel de lija, para reducir el espesor a 0,8 mm. El otro lado de este tejido se procesó con una máquina de esmerilar, para formar una superficie elevada artificialmente del agregado de nanofibras, que después se tiñó y terminó para producir una piel sintética de tipo ante. El artículo obtenido de esta manera tenía excelente sensación en las manos, no solo con una suavidad y finura mejores que la piel sintética convencional, sino también mayor elasticidad.

**[0292]** La observación de una sección transversal de la fibra cortada con un TEM mostró una estructura de islas en el mar, donde el PS copolimerizado formaba el mar (porción clara) y el PET copolimerizado formaba las islas (porción oscura). El diámetro del dominio de islas de PET copolimerizado promedio en número era de 50 nm, lo que indicaba que el PET copolimerizado estaba dispersado uniformemente, del orden de nanómetros, en la fibra de aleación de polímero. Las fibras de aleación de polímero tenían una finura de fibra individual de 3,9 dtex, una resistencia de 1,3 cN/dtex y un alargamiento de 25%.

**[0293]** El hilo antes de cortarlo en fibras cortas se muestreó y las fibras de aleación de polímero obtenidas de esta manera se formaron en un galón redondo análogamente al Ejemplo 1, y se sumergió en tricloroetileno, para eliminar de esta manera 99% o más del PS copolimerizado, o el componente de mar. La dispersión de los valores de finura

de fibra individuales de las nanofibras en el agregado de nanofibras, obtenido como se ha descrito anteriormente, se analizó análogamente al Ejemplo 1, con un resultado que mostraba una finura sin precedentes cuando el diámetro de fibra individual promedio en número era de 55 nm ( $3 \times 10^{-5}$  dtex), con una dispersión muy pequeña de los valores de finura de fibra individual.

#### 5 Ejemplo 52

**[0294]** Las operaciones de fusión y amasado se realizaron análogamente al Ejemplo 49, excepto que se usó el PLA usado en el Ejemplo 48 y el co-PS usado en el Ejemplo 49, y se ajustó el contenido del PLA al 20% en peso y la temperatura de amasado a 215 °C, para obtener de esta manera virutas de aleación de polímero que tenían un valor  $b^*$  de 2.

- 10 **[0295]** Las virutas de aleación de polímero se sometieron a una operación de hilado en estado fundido análogamente al Ejemplo 1, excepto que se ajustó la temperatura de fusión a 260 °C, la temperatura de hilado a 230 °C, (temperatura de la superficie de la hilera 215 °C) y la velocidad de hilado a 1200 metros por minuto. Se usó una hilera que tenía un diámetro de orificio de 2 mm y una sección de pesada con un diámetro de 0,23 mm, proporcionada por encima del orificio. En este procedimiento, la fibra mostraba una buena capacidad de hilado, y se rompió solo una vez durante el hilado de 1 t. La descarga por orificio se ajustó a 0,7 gramos por minuto. El hilo no estirado obtenido de esta manera se sometió a estirado y recocado, análogamente al Ejemplo 49. Se obtuvo un hilo estirado de 111 dtex y 36 filamentos, que tenía una resistencia de 1,3 cN/dtex, un alargamiento de 35% y un U% de 2%.

- 15 **[0296]** La observación de una sección transversal de la fibra de aleación de polímero con un TEM mostró una estructura de islas en el mar, donde el co-PS formaba el mar (porción clara) y el PLA formaba las islas (porción oscura). El diámetro del dominio de islas de PLA promedio en número era de 40 nm, lo que indicaba que el PLA estaba dispersado uniformemente, del orden de nanómetros, en la fibra de aleación de polímero.

- 25 **[0297]** Las fibras de aleación de polímero obtenidas de esta manera se formaron en un galón redondo análogamente al Ejemplo 49 y se sumergieron en tricloroetileno, para eluir de esta manera 99% o más del co-PS, o el componente de mar. La dispersión de los valores de finura de fibra individual de las nanofibras en el agregado de nanofibras obtenidas como se ha descrito anteriormente se analizó análogamente al Ejemplo 1, con un resultado que mostraba una finura sin precedentes cuando el diámetro de fibra individual promedio en número era de 40 nm ( $1 \times 10^{-5}$  dtex), con una dispersión muy pequeña de los valores de finura de fibra individual.

#### Ejemplo 53

- 30 **[0298]** Se secaron 5 gramos de un galón redondo, formado a partir del agregado de nanofibras preparado en el Ejemplo 48, a 110 °C durante una hora, y se sumergieron en un líquido de tratamiento de la composición mostrada a continuación, de manera que se impregnó totalmente el agregado de nanofibras con difenildimetoxisilano. La tela tratada se lavó cuidadosamente con agua pura, seguido de curado a 140 °C durante tres minutos, de manera que el difenildimetoxisilano se polimerizó dentro del agregado de nanofibras. La tela se lavó después diez veces en una lavadora doméstica, y se secó a 110 °C durante una hora. Cuando se pesó, la tela mostró un aumento del 38% en peso, en comparación con el tratamiento anterior. De esta manera, se demostró que el material híbrido podía fabricarse soportando difenil silicona sobre el agregado de nanofibras. La difenil silicona mostró una durabilidad suficiente contra el lavado.

<Composición del líquido de tratamiento>

#### 40 **[0299]**

Difenildimetoxisilano:	100 ml
Agua pura:	100 ml
Etanol:	300 ml
Ácido clorhídrico al 10%:	50 gotas

#### Ejemplo 54

- 45 **[0300]** Se provocó que el tejido tricotado formado a partir del agregado de nanofibras de PBT preparado en el Ejemplo 50 absorbiera escualeno, un componente oleoso natural extraído del hígado de tiburón, que tiene un efecto para el cuidado de la piel, manteniendo la humedad de la piel. Este procedimiento se realizó en condiciones tales que una mezcla del 60% de escualeno y 40% de dispersante de emulsión se dispersaron en agua con una concentración de 7,5 gramos por litro, mientras se ajustaba la proporción de baño a 1:40, la temperatura a 130 °C y el tiempo de tratamiento a 60 minutos. Después del tratamiento, la tela se lavó a 80 °C durante dos horas. La cantidad de escualeno depositado en este tiempo era de 21% en peso de la tela. Después de lavar 20 veces en una lavadora automática, la cantidad restante de escualeno depositado sobre la tela era de 12% en peso de la tela,

indicando una durabilidad suficiente contra el lavado.

**[0301]** Se fabricaron calcetines a partir del galón redondo formado a partir del agregado de nanofibras de PBT procesadas con escualeno. Se pidió a diez sujetos, que se quejaban de secado grave de sus talones, que llevaran puestos los calcetines durante una semana. Ocho de los sujetos informaron que la sequedad de la piel mejoró. Esto se supone que es porque el escualeno que ha quedado atrapado en el agregado de nanofibras fue extraído gradualmente por el sudor del usuario, e hizo contacto con la piel.

Ejemplo 55

**[0302]** Un hilo no estirado, altamente orientado, de aleación de polímero de N6/PLA, que tenía 400 dtex y 144 filamentos, se obtuvo por hilado en estado fundido análogamente al Ejemplo 48, excepto que se ajustó el contenido de N6 a 35%. El hilo no estirado altamente orientado se sometió a estirado y recocado análogamente al Ejemplo 48. Un hilo estirado obtenido de esta manera era un hilo de 288 dtex, de 96 filamentos y mostraba unas propiedades de resistencia de 3,6 cN/dtex, un alargamiento de 40%, una contracción en agua en ebullición de 9% y un U% de 0,7%.

**[0303]** La observación de una sección transversal de la fibra de aleación de polímero con un TEM mostró una estructura de islas en el mar, donde el PLA formaba el mar (porción clara) y el N6 formaba las islas (porción oscura). El diámetro del dominio de islas de N6 promedio en número era de 62 nm, indicando que el N6 estaba dispersado uniformemente, del orden de nanómetros, en la fibra de aleación de polímero. Las fibras de aleación de polímero se mezclaron mediante aire con un hilo de falsa torsión de N6, que tenía 165 dtex y 96 filamentos, que se preparó por separado, mientras se aplicaba un 15% de sobrealimentación para crear un hilo mixto. Se aplicó una torsión moderada, de 300 giros por metro, al hilo mixto, que después se usó como urdimbre y trama en un hilo de dos capas de torsión S/torsión Z, para formar de esta manera un tejido tejido de twill 2/2. El tejido tejido de twill se sometió a tratamiento alcalino análogamente al Ejemplo 48, para preparar de esta manera una tela para cortinas formada a partir de nanofibras de N6, que tenían una masa por área unitaria de 150 g/m<sup>2</sup>. Las nanofibras de N6 se localizaron de manera que cubrían el hilo de falsa torsión de N6 en la tela para cortina, y la mayoría de las nanofibras se expusieron a la superficie del tejido tejido. La dispersión de los valores de finura de fibra individual de las nanofibras se analizó análogamente al Ejemplo 1, con un resultado que mostraba una finura sin precedentes cuando el diámetro de fibra individual promedio en número era de 57 nm ( $4 \times 10^{-5}$  dtex). La proporción de finura de las fibras individuales, que tenían diámetros que estaban dentro de un intervalo de  $1 \times 10^{-7}$  a  $1 \times 10^{-4}$  dtex, era de 82% y, particularmente, la proporción de finura de las fibras individuales, que tenían diámetros que estaban en un intervalo de 55 a 84 nm, era del 60%, con una dispersión muy pequeña de los valores de finura de fibra individual. Las nanofibras de N6 tenían una resistencia de 2,0 cN/dtex y un alargamiento de 40%.

**[0304]** Cuando se sometió a un tratamiento con silicona análogamente al Ejemplo 35, la tela para cortina mostró un tacto delicado y una sensación en las manos suave y húmeda como la piel humana. También tenía una sensación de frío tras tocarlo. También mostró una proporción suficiente de adsorción de humedad ( $\Delta$ MR) del 4%. En un ensayo de desodorización usando ácido acético, la concentración disminuyó de 100 ppm a 1 ppm en diez minutos, indicado que la tela para cortinas tenía un excelente rendimiento de desodorización. Cuando las cortinas fabricadas a partir de la tela se colgaron en una habitación que tenía un área de seis esteras de tatami, el aire en la habitación se refrescó y la condensación de rocío se suprimió. Cuando se lavó y deshidrató mientras estaba contenida en una malla de lavado en una lavadora doméstica, la cortina mostró una alta estabilidad dimensional, sin deformación

#### 40 Aplicabilidad industrial

**[0305]** El agregado de nanofibras de la presente invención permite fabricar una tela que tiene excelente sensación en las manos y una tela de textura de alto rendimiento, que no podría conseguirse con los hilos ultrafinos convencionales.

**[0306]** El material fibroso que incluye el agregado de nanofibras de la presente invención puede usarse como artículos intermedios, tales como hilo, una bola de fibras cortadas, paquete, tejido tejido, tejido tricotado, fieltro, tejido no tejido, piel sintética y lámina. Puede usarse también, preferentemente, en aplicaciones de la vida civil, tales como ropa, materiales para ropa, productos para interior, productos para interior de vehículo, artículos de uso doméstico (paños de limpieza, cosméticos y artículos para tratamiento de belleza, productos higiénico-sanitarios, juguetes, etc.), materiales relacionados con el medio ambiente e industriales (materiales de construcción, telas para dar textura, filtros, dispositivos para eliminar material peligroso, etc.), componentes IT (componentes de detectores, componentes de batería, componentes para robot, etc.), dispositivos médicos (filtro para sangre, columna de circulación extrasomática, andamiaje, vendajes para heridas, vasos sanguíneos artificiales, dispositivos de administración de medicinas, etc.) y otros artículos fibrosos.

## REIVINDICACIONES

1. Un agregado de nanofibras fabricado a partir de un polímero termoplástico, en el que la finura de fibra individual promedio en numero está en un intervalo de  $1 \times 10^{-7}$  a  $2 \times 10^{-4}$  dtex y, en proporción de finura, el 60% o más de las fibras individuales están en un intervalo de  $1 \times 10^{-7}$  a  $2 \times 10^{-4}$  dtex en finura de fibra individual.
- 5 2. Un agregado de nanofibras de acuerdo con la reivindicación 1, que tiene una morfología de tipo hilo filamentosos y/o una morfología de hilo hilado.
3. Un agregado de nanofibras de acuerdo con la reivindicación 1 ó 2, en el que la finura de fibra individual promedio en numero está en un intervalo de  $1 \times 10^{-7}$  a  $1 \times 10^{-4}$  dtex y, en proporción de finura, el 60% o más de las fibras individuales están en un intervalo de  $1 \times 10^{-7}$  a  $1 \times 10^{-4}$  dtex en finura de fibra individual.
- 10 4. Un agregado de nanofibras de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que, en proporción de finura, el 50% o más de las fibras individuales que constituyen el agregado de nanofibras están en una sección que tiene una anchura de 30 nm de diámetro de las fibras individuales.
5. Un agregado de nanofibras de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el polímero termoplástico comprende un polímero fabricado por policondensación.
- 15 6. Un agregado de nanofibras de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el polímero termoplástico tiene un punto de fusión de 160 °C o mayor.
7. Un agregado de nanofibras de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el polímero termoplástico comprende uno seleccionado entre poliéster, poliamida y poliolefina.
8. Un agregado de nanofibras de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que tiene una  
20 resistencia de 1 cN/dtex o mayor.
9. Un agregado de nanofibras de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que tiene una proporción de adsorción de humedad de 4% o mayor.
10. Un agregado de nanofibras de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que tiene una tasa de alargamiento al absorber agua del 5% o mayor en la dirección longitudinal del hilo.
- 25 11. Un agregado de nanofibras de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que contiene un agente químico funcional.
12. Un material fibroso que incluye el agregado de nanofibras de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11.
13. Un material fibroso de acuerdo con la reivindicación 12, en el que la masa por área unitaria de la fibra está en un  
30 intervalo de 20 a 2000 g/m<sup>2</sup>.
14. Un material fibroso de acuerdo con la reivindicación 12, en el que el agregado de nanofibras está encapsulado en un espacio hueco de una fibra hueca.
15. Un material fibroso de acuerdo con la reivindicación 14, en el que la fibra hueca tiene multitud de poros que miden 100 nm o menos de diámetro en la dirección longitudinal.
- 35 16. Un material fibroso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 12 a 15, que contiene un agente químico funcional.
17. Un material fibroso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 12 a 16, en el que el material fibroso se selecciona entre hilos, una bola de fibras cortadas, paquete, tejido tejido, tejido tricotado, fieltro, tejido no tejido, piel sintética y lámina.
- 40 18. Un material fibroso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 12 a 17, en el que el material fibroso es un tejido no tejido laminado fabricado por apilamiento de una lámina de tejido no tejido que incluye el agregado de nanofibras y una lámina de otro tejido no tejido.
19. Un material fibroso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 12 a 18, en el que el material fibroso es un artículo fibroso seleccionado entre ropa, materiales para ropa, productos para interior, productos para interior de  
45 vehículo, artículos para uso doméstico, materiales relacionados con el medio ambiente, materiales industriales, componentes IT y dispositivos médicos.
20. Un líquido que contiene el agregado de nanofibras de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11.
21. Una fibra de aleación de polímero adecuada para su uso como un precursor para un agregado de nanofibras de

- acuerdo con la reivindicación 1, fibra de aleación de polímero que tiene una estructura de islas en el mar que consiste en dos o más clases de polímeros orgánicos de diferentes niveles de solubilidad, en el que el componente de isla está fabricado de un polímero de baja solubilidad que es un polímero termoplástico y el componente de mar está fabricado de un polímero de alta solubilidad, mientras que el diámetro de los dominios de isla promedio en
- 5 número está en el intervalo de 1 a 150 nm, teniendo el 60% o más de los dominios de isla en proporción de área, tamaños en un intervalo de 1 a 150 nm de diámetro, y los componentes de isla están dispersados en configuración lineal.
22. Una fibra de aleación de polímero de acuerdo con la reivindicación 21, en la que el diámetro de los dominios de isla promedio en número está en un intervalo de 1 a 100 nm y el 60% o más, en proporción de área de los dominios
- 10 de isla está en un intervalo de 1 a 100 nm de diámetro de los dominios de isla.
23. Una fibra de aleación de polímero de acuerdo con la reivindicación 21 ó 22 en la que, entre los dominios de isla incluidos en la fibra de aleación de polímero, el 60% o más, en proporción de área, de los dominios de isla está en una sección que tiene una anchura de 30 nm de diámetro de los dominios de isla.
24. Una fibra de aleación de polímero de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 21 a 23, en la que el
- 15 contenido del componente de isla está en un intervalo de 10 a 30% en peso de toda la fibra.
25. Una fibra de aleación de polímero de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 21 a 24, en la que el componente de mar está fabricado de un polímero que es altamente soluble en una solución alcalina o agua caliente.
26. Una fibra de aleación de polímero de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 21 a 25, en la que el
- 20 componente de isla tiene un punto de fusión de 160 °C o mayor.
27. Una fibra de aleación de polímero que es una fibra conjugada que comprende la aleación de polímero de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 21 a 26 y otro polímero que están conjugados juntos.
28. Una fibra de aleación de polímero de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 21 a 27, en la que el valor de CR, que es una medida de la característica de rizado, es del 20% o mayor, o el número de rizos es de cinco por
- 25 25 mm o mayor.
29. Una fibra de aleación de polímero de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 21 a 28, que tiene una irregularidad Uster del 5 % o menor.
30. Una fibra de aleación de polímero de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 21 a 29, que tiene una resistencia de 1,0 cN/dtex o mayor.
- 30 31. Un material fibroso que incluye la fibra de aleación de polímero de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 21 a 30.
32. Un material fibroso de acuerdo con la reivindicación 31, en la que el material fibroso se selecciona entre hilos, una bola de fibras cortadas, paquete, tejido tejido, tejido tricotado, filtro, tejido no tejido, piel sintética y lámina.
33. Un material fibroso de acuerdo con la reivindicación 31 ó 32, que incluye las fibras de aleación de polímero y
- 35 otras fibras.
34. Un material fibroso de acuerdo con la reivindicación 31 ó 32, en la que el material fibroso es un artículo fibroso seleccionado entre ropa, materiales para ropa, productos para interior, productos para interior de vehículo, artículos para uso doméstico, materiales relacionados con el medio ambiente, materiales industriales, componentes IT y dispositivos médicos.
- 40 35. Un método de fabricación de una fibra de aleación de polímero de acuerdo con la reivindicación 21 por hilado en estado fundido de una aleación de polímero que se fabrica combinando en estado fundido un polímero de baja solubilidad y un polímero de alta solubilidad, en el que se satisfacen las siguientes condiciones (1) a (3):
- (1) el polímero de baja solubilidad y el polímero de alta solubilidad que se han pesado independientemente se alimentan por separado en una amasadora y se combinan en condiciones de fusión moderada;
- 45 (2) el contenido del polímero de baja solubilidad en la aleación de polímero está en un intervalo de 10 a 50% en peso; y
- (3) la viscosidad en estado fundido del polímero de alta solubilidad es de 100 Pa·s o menor, o la diferencia en el punto de fusión entre el polímero de alta solubilidad y el polímero de baja solubilidad está en un intervalo de -20 a +20 °C.
- 50 36. Un método de fabricación de una fibra de aleación de polímero de acuerdo con la reivindicación 35, en el que el



mezclado en estado fundido se realiza en una amasadora de extrusión de doble tornillo y la longitud de la sección de amasado de la amasadora de extrusión de doble tornillo es del 20 al 40% de la longitud eficaz de un tornillo.

37. Un método de fabricación de una fibra de aleación de polímero de acuerdo con la reivindicación 35, en el que el mezclado en estado fundido se realiza en una mezcladora estática, y el número de divisiones realizadas en la 5 mezcladora estática es de  $100 \times 10^4$  o mayor.

38. Un método de fabricación de una fibra de aleación de polímero de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 35 a 37, en el que la tensión de cizalla generada entre la pared del orificio de la hilera y el polímero por la operación de hilado en estado fundido es de 0,2 MPa o menor.

39. Un método de fabricación de una fibra híbrida, en el que un agregado de nanofibras de acuerdo con cualquiera 10 de las reivindicaciones 1 a 11 es impregnado con un monómero orgánico y, posteriormente, el monómero orgánico se polimeriza.

40. Un método de fabricación de un material fibroso, en el que un material fibroso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 12 a 19 es impregnado con un monómero orgánico y, posteriormente, el monómero orgánico se polimeriza.

15

FIG. 1

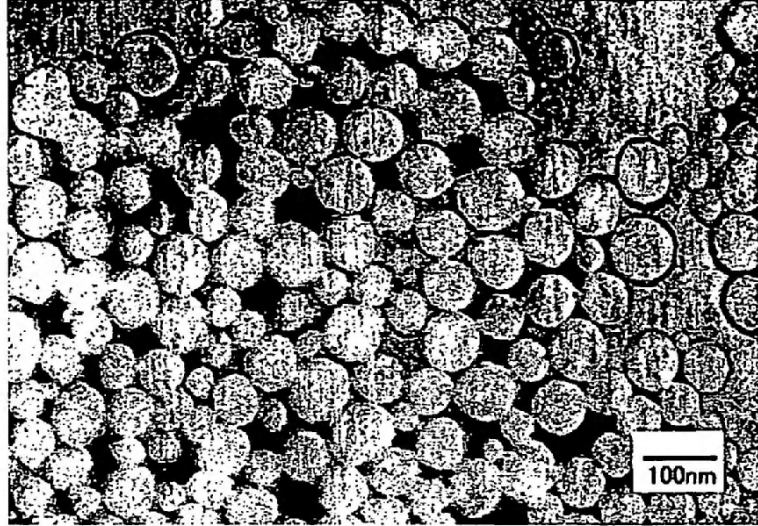


FIG. 2

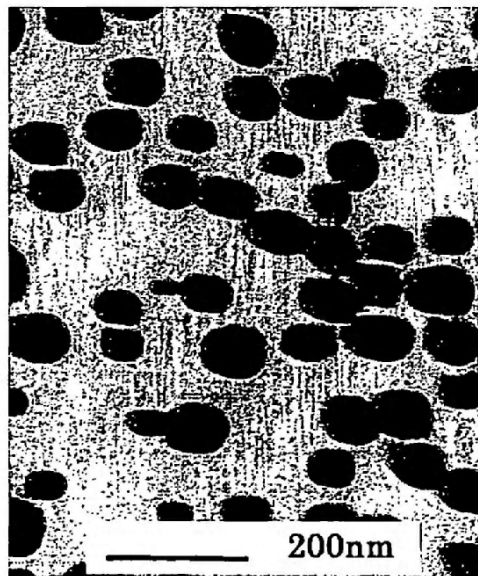


FIG. 3

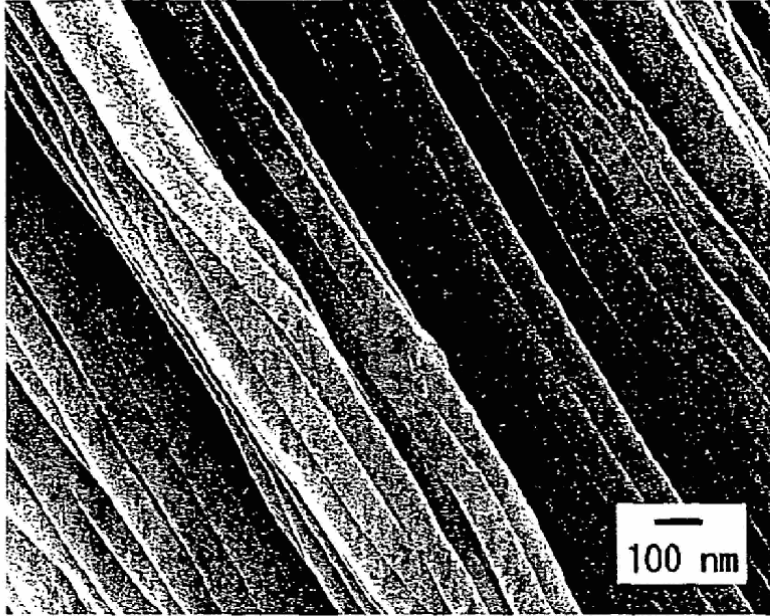
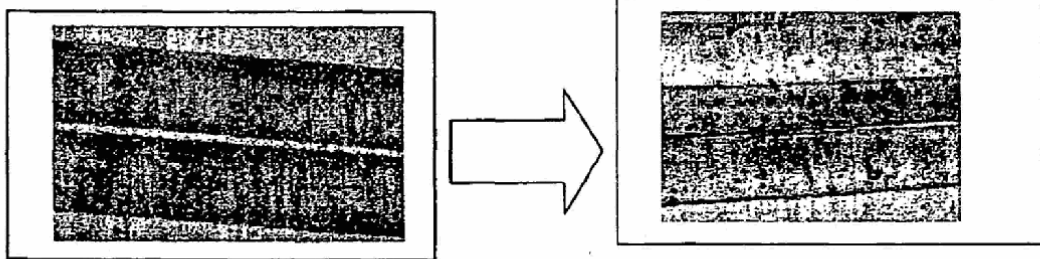


FIG. 4



Fibra de aleación de polímero  
(No tratada)

Agregado de nanofibras  
(Después de tratamiento con álcali)

FIG. 5

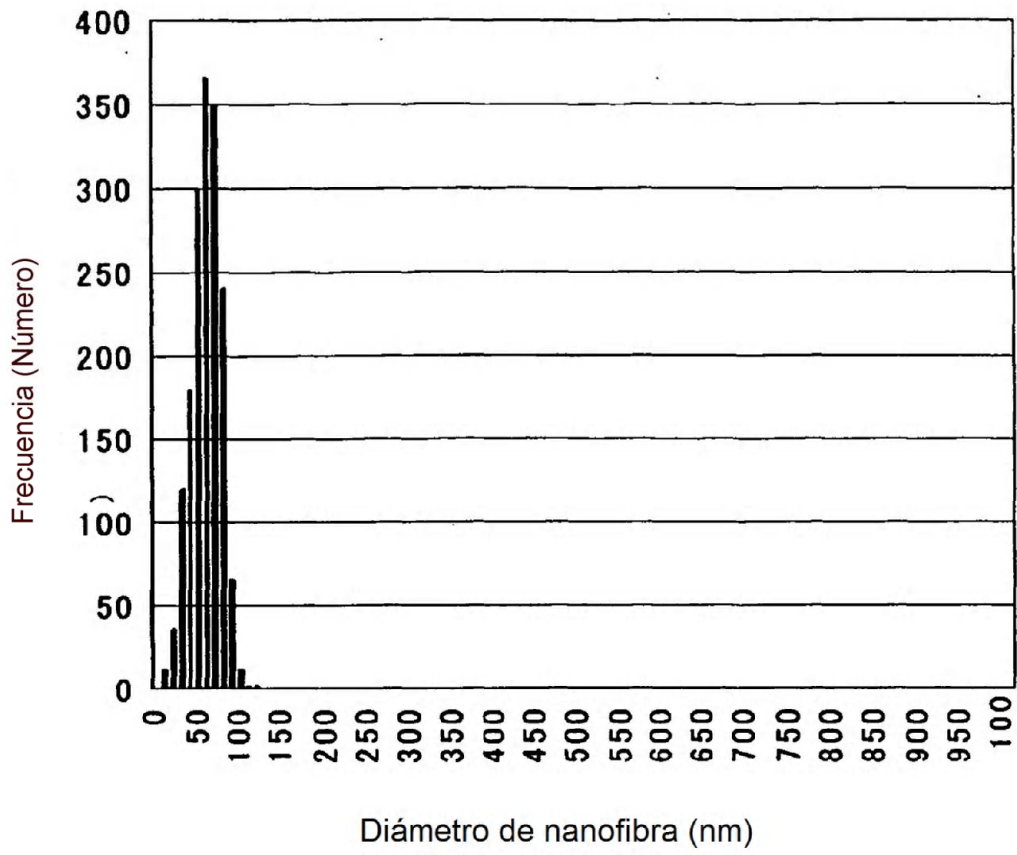


FIG. 6

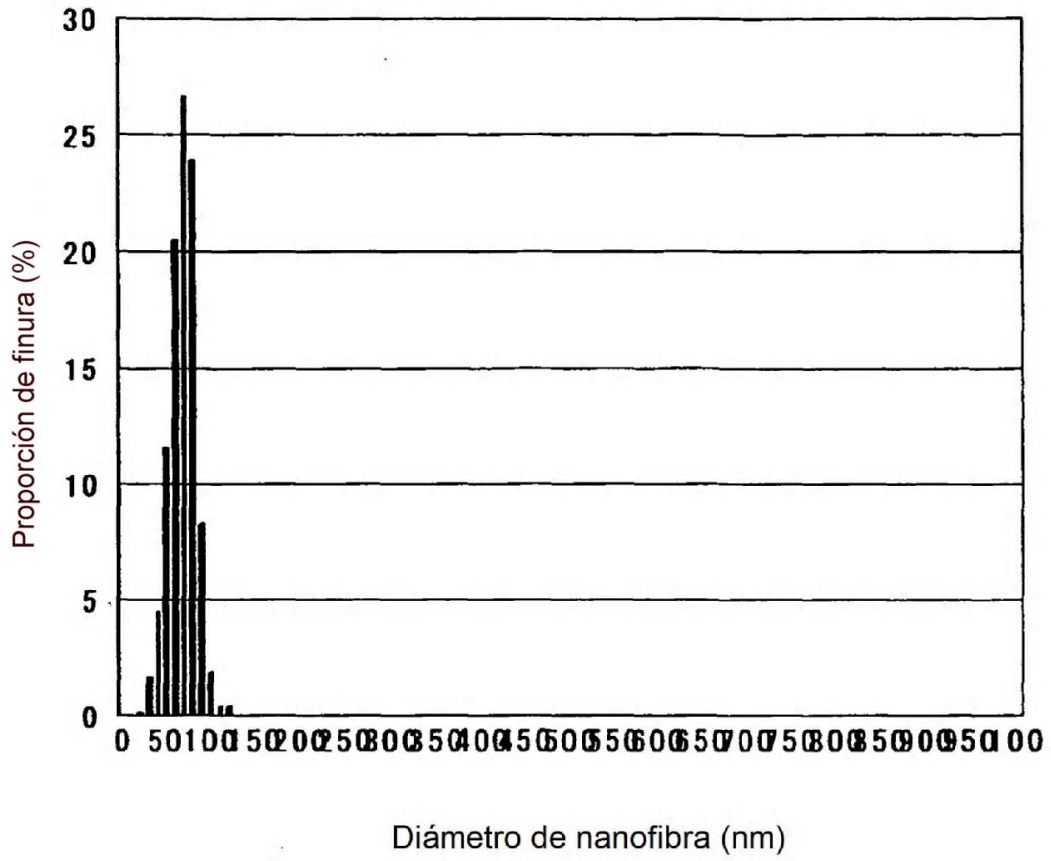


FIG. 7

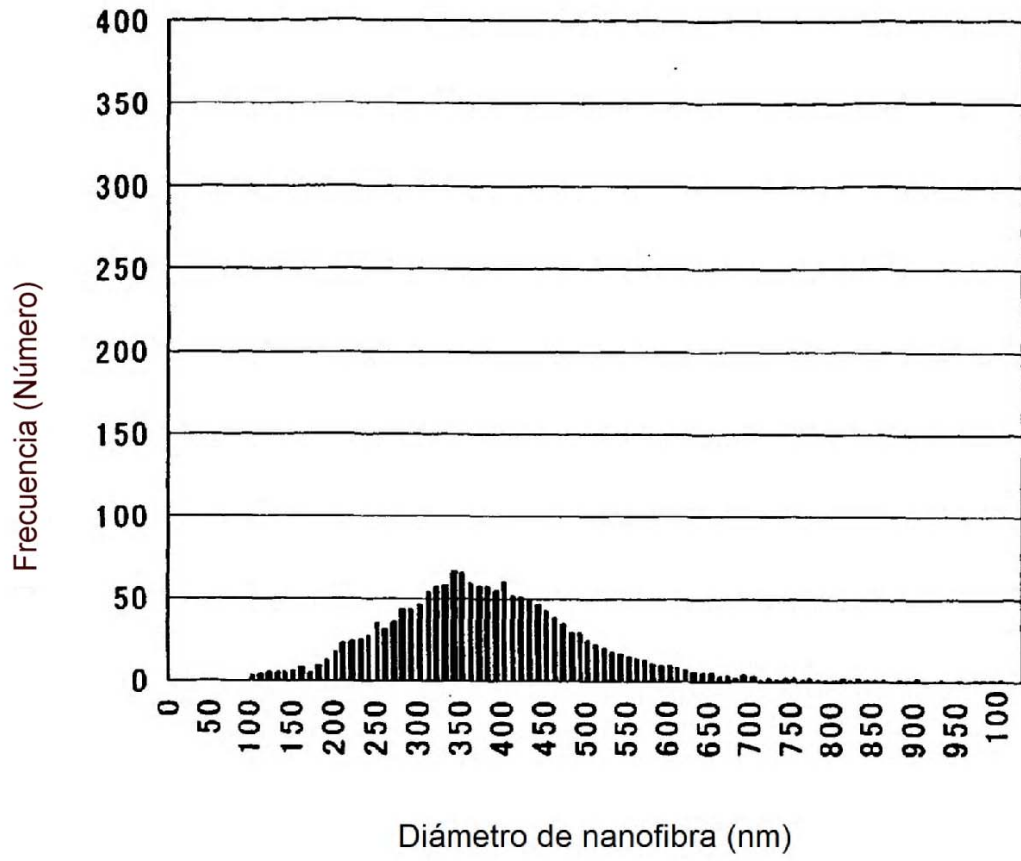


FIG. 8

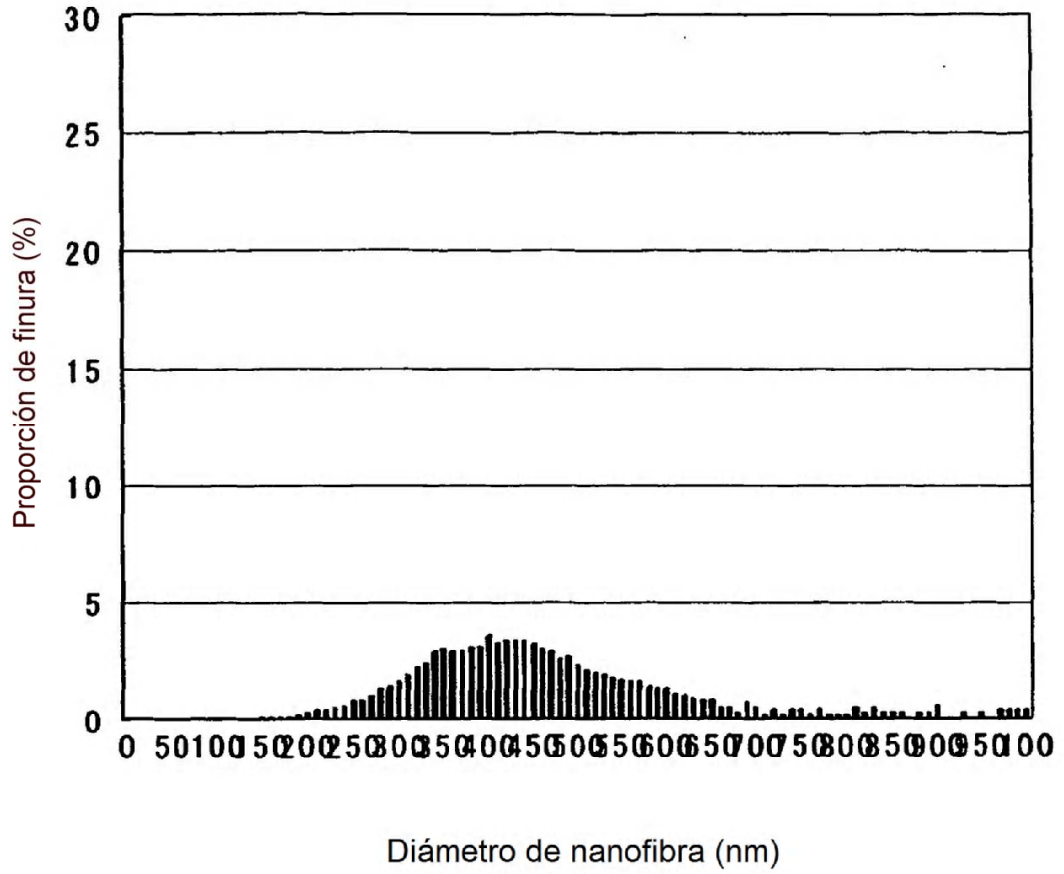


FIG. 9

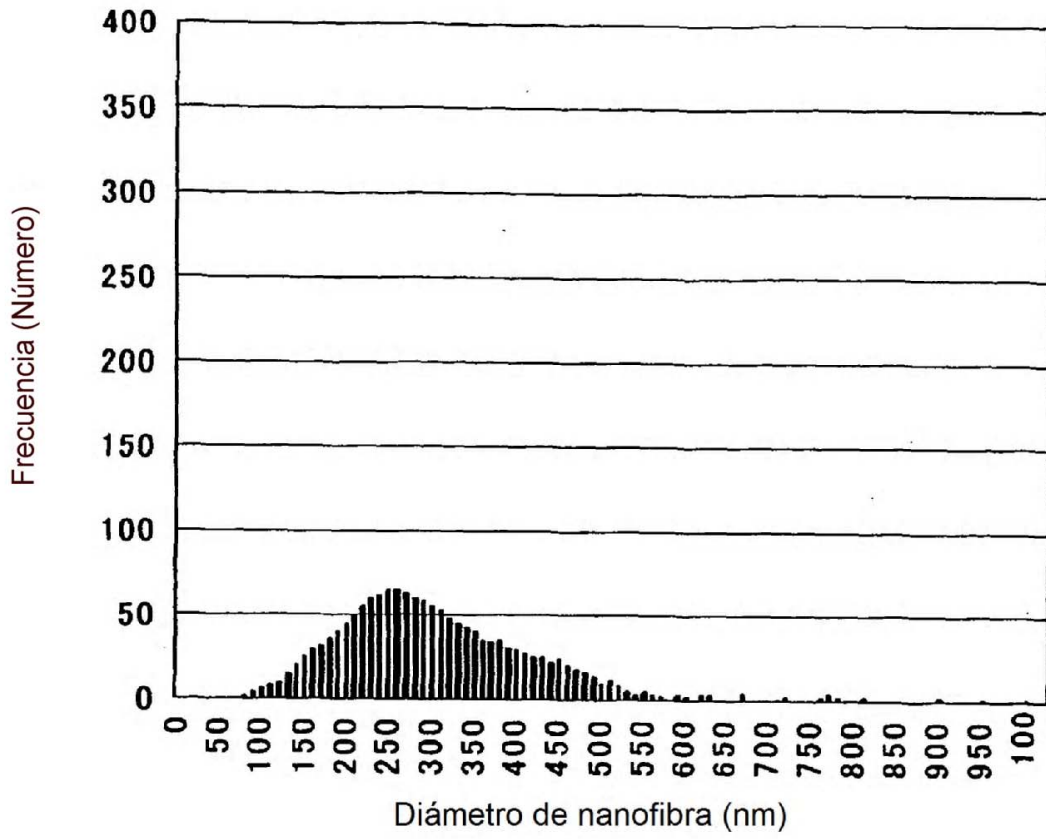




FIG. 10

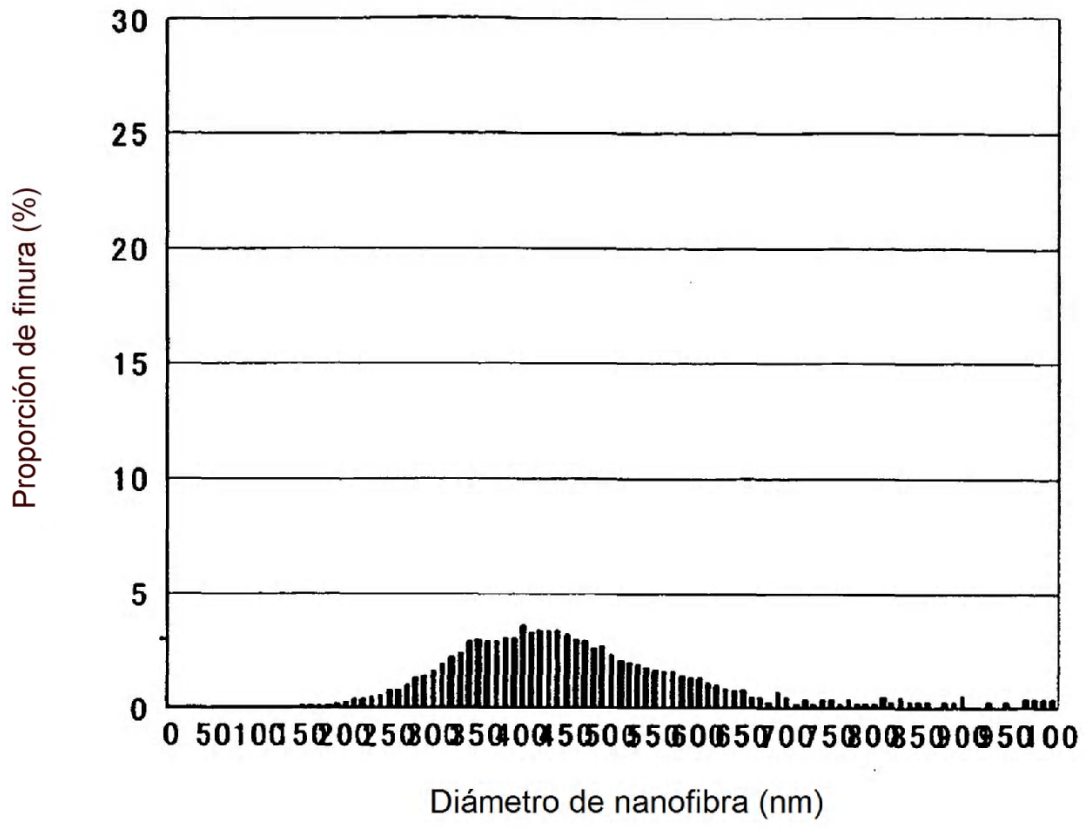


FIG. 11

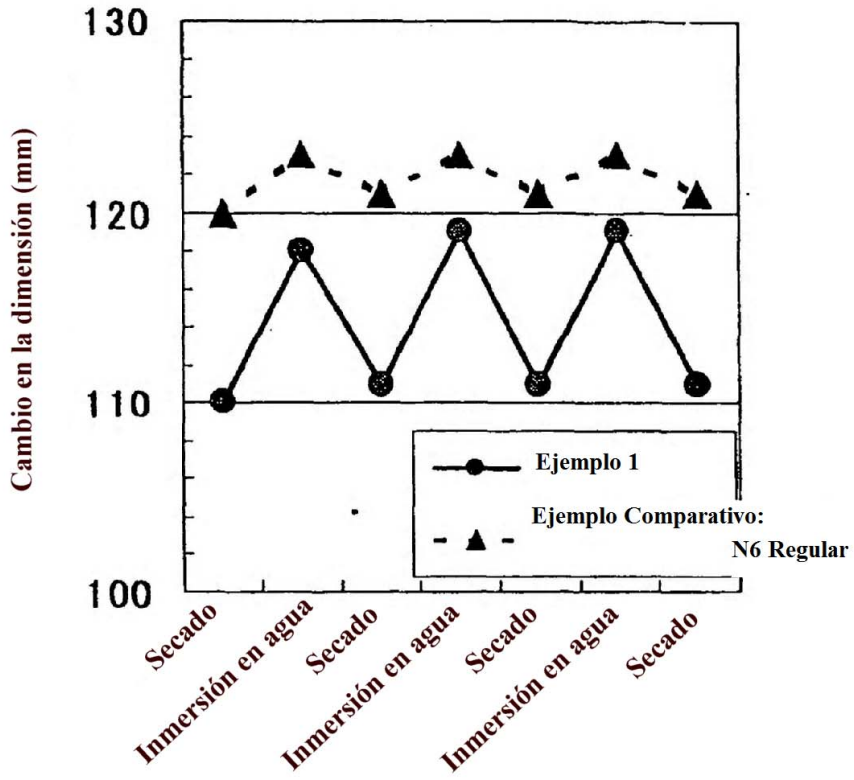


FIG. 12 .

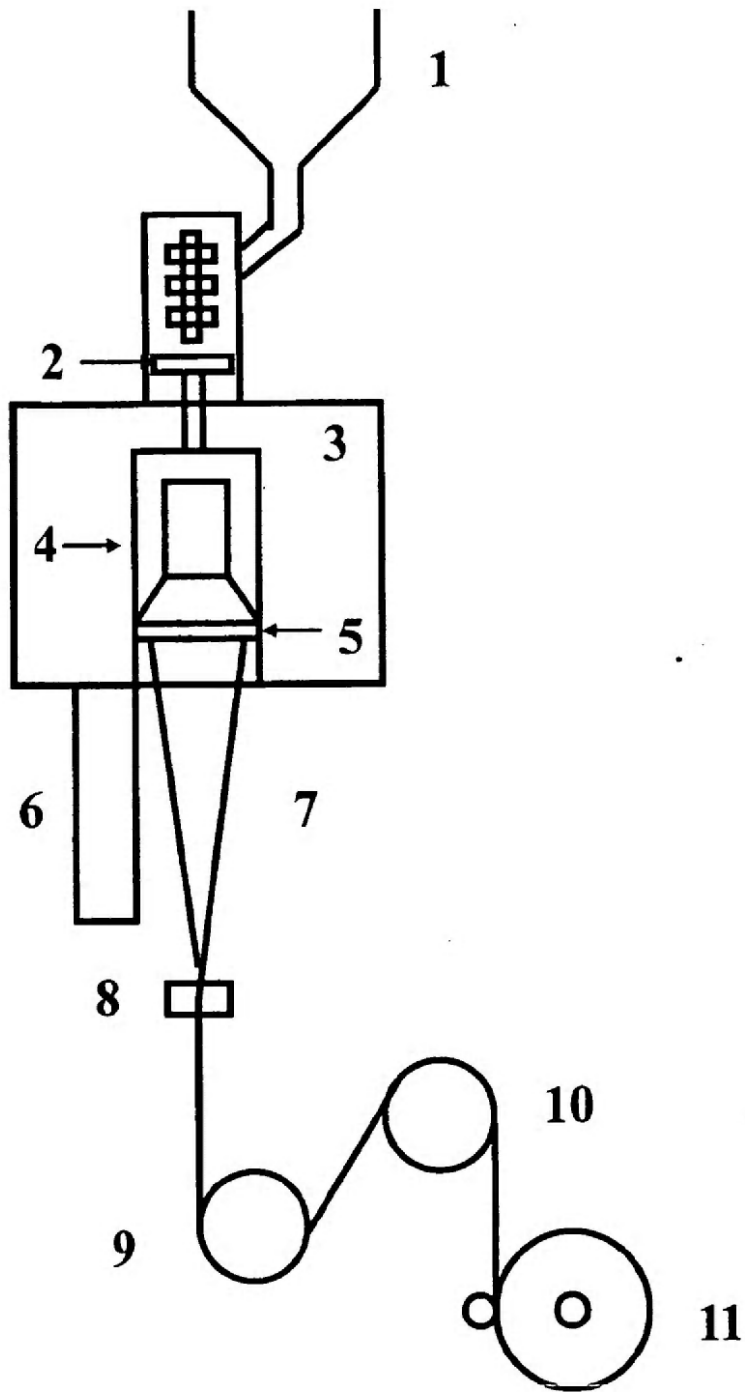


FIG. 13

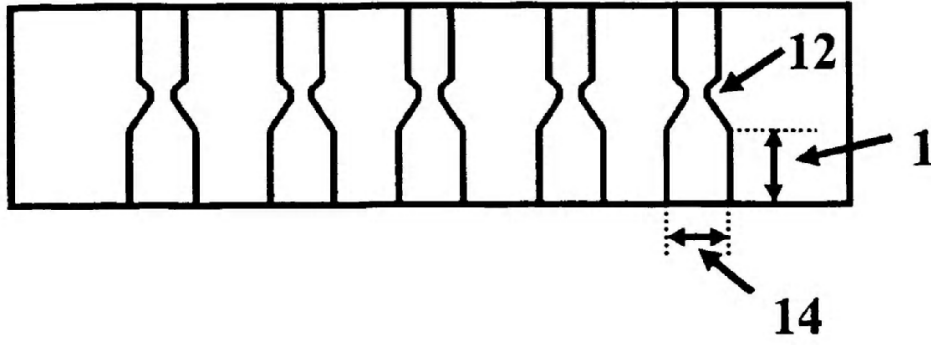


FIG. 14

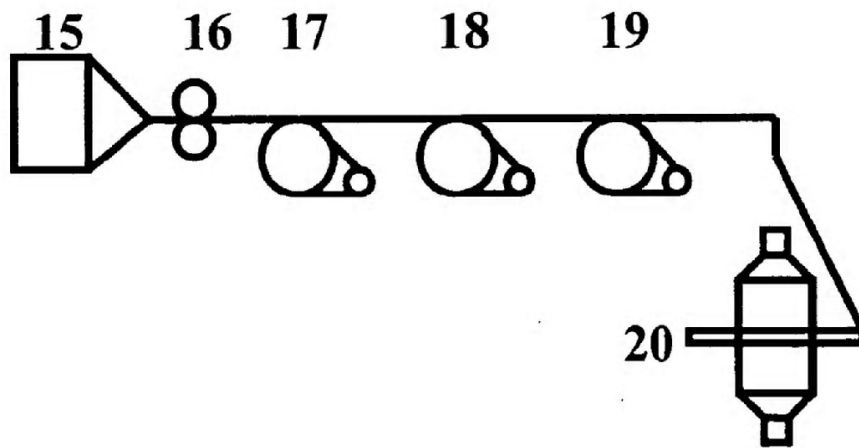


FIG. 15

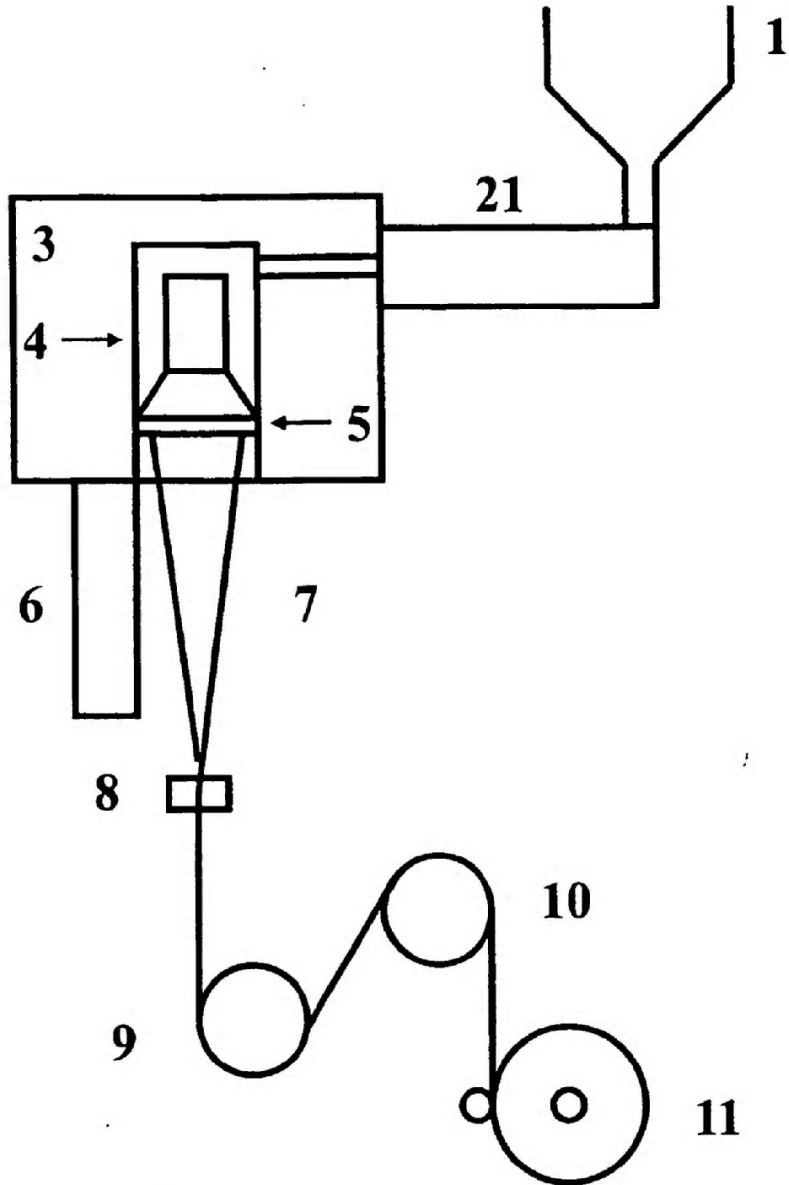


FIG. 16

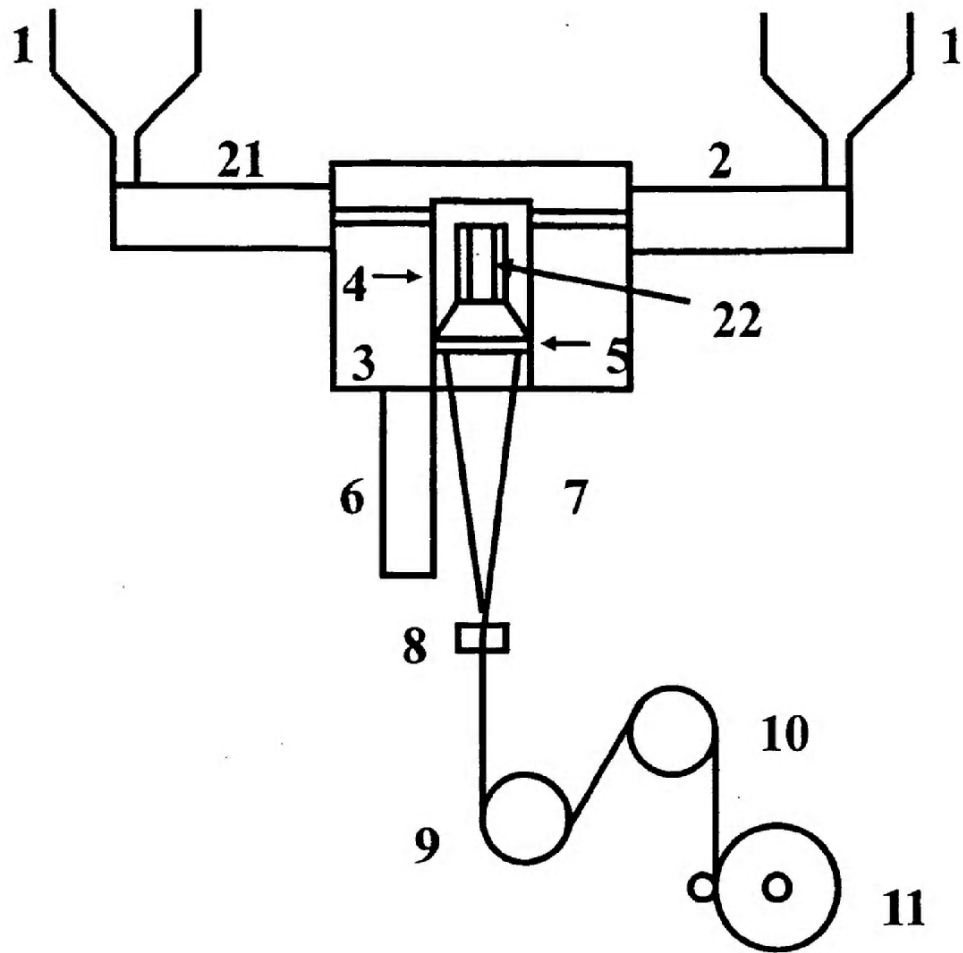


FIG. 17

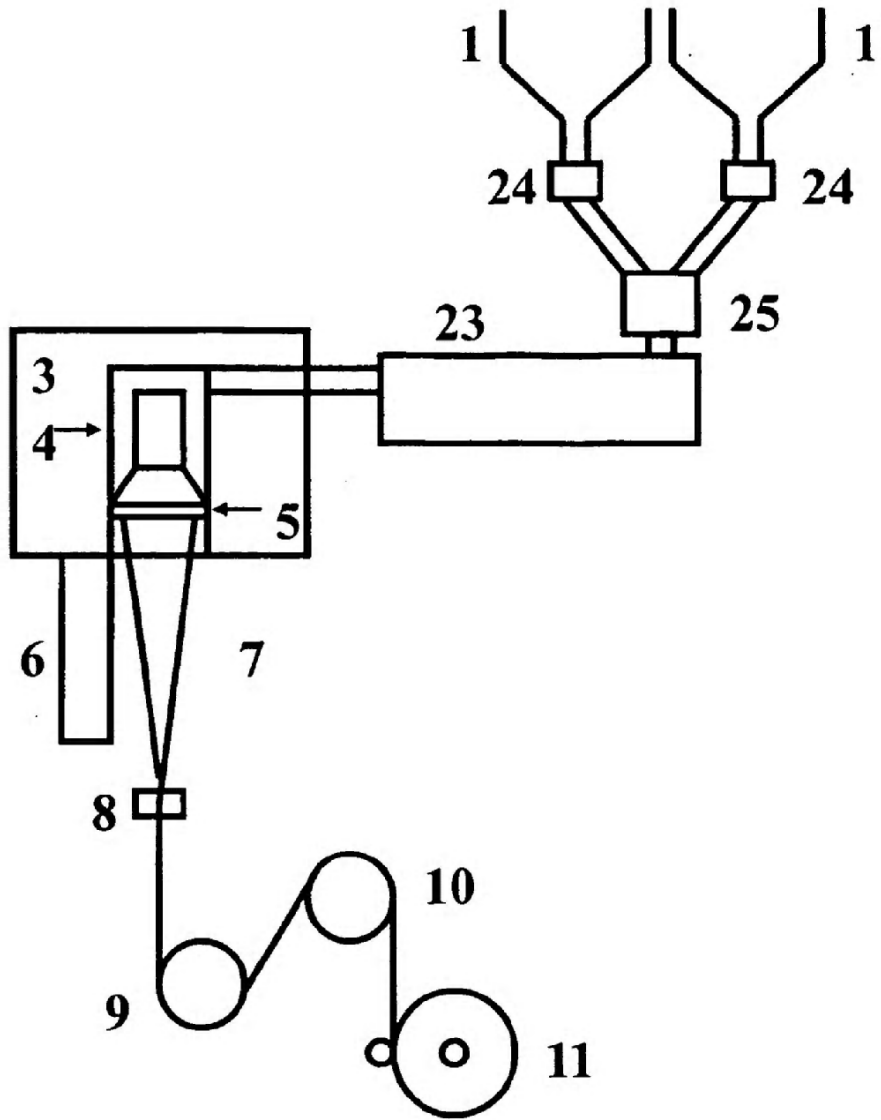


FIG. 18

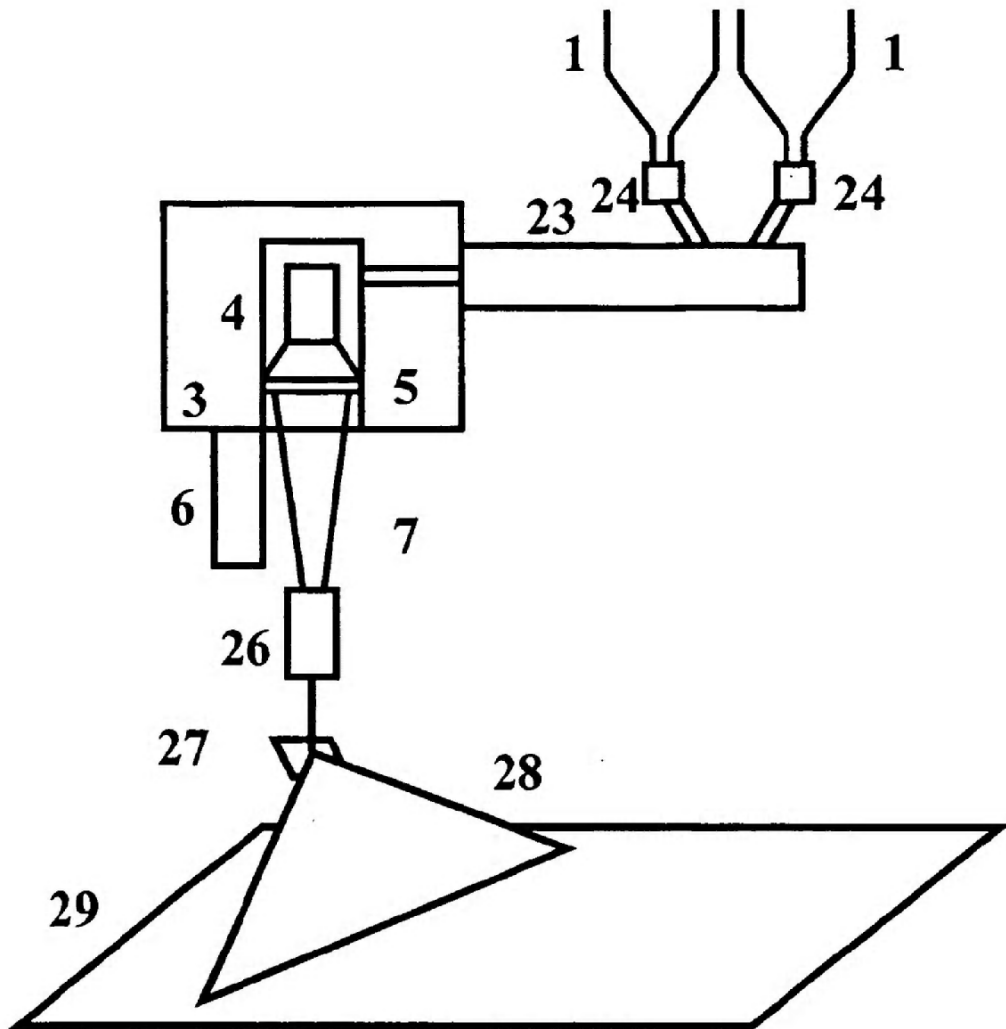




FIG. 19

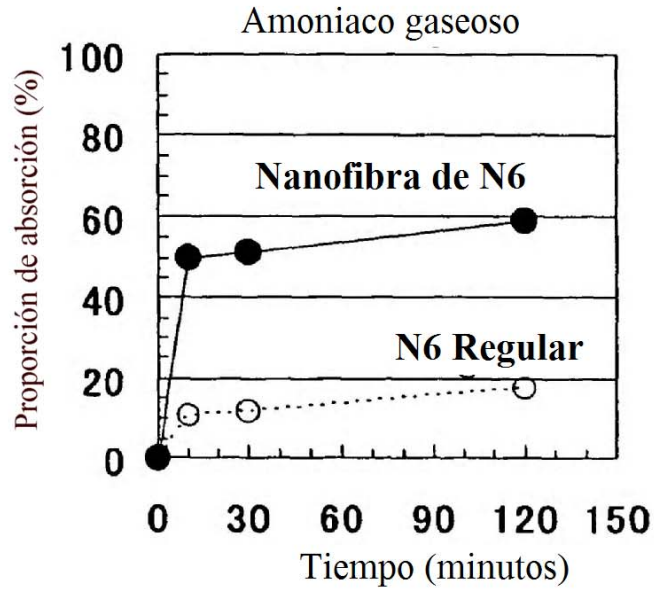


FIG. 20

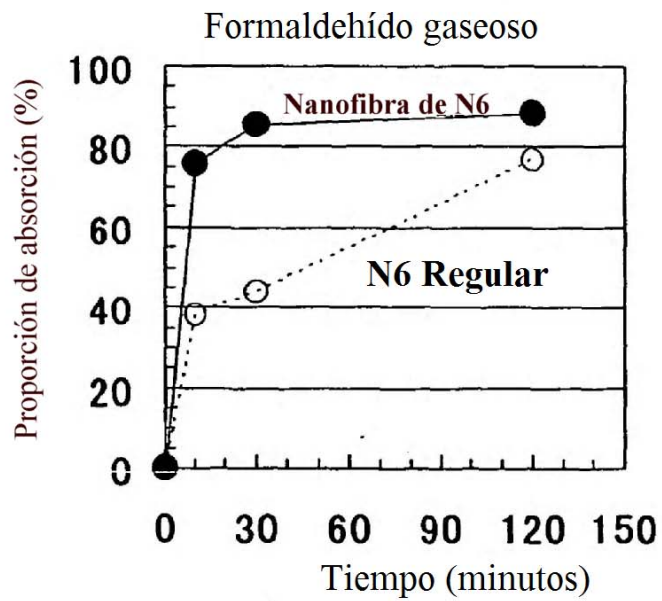


FIG. 21

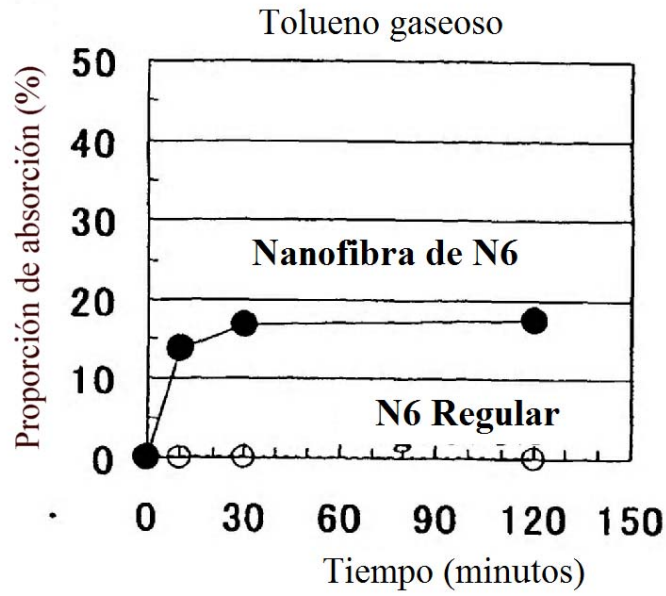
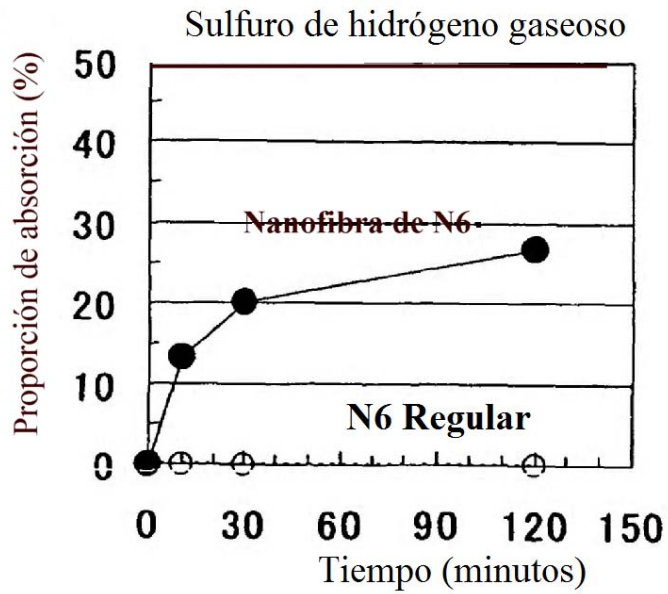


FIG. 22



**REFERENCIAS CITADAS EN LA DESCRIPCIÓN**

*Esta lista de referencias citadas por el solicitante es únicamente para la comodidad del lector. No forma parte del documento de la patente europea. A pesar del cuidado tenido en la recopilación de las referencias, no se pueden excluir errores u omisiones y la EPO niega toda responsabilidad en este sentido.*

5

**Documentos de patentes citados en la descripción**

- JP 2001001252 A [0004]
- JP 2002172163 A [0004]
- JP 3113082 A [0007]
- JP 6272114 A [0007] [0071]
- US 4686074 A [0008] [0020]
- JP 1282390 A [0010]
- JP 53106872 A [0174]
- JP 60028922 A [0181]

**Literatura diferente de patentes citadas en la descripción**

- *Polymer*, 1999, vol. 40, 4585 [0009]
- *Polymer*, 2002, vol. 43, 4403 [0009]
- *Science*, 1999, vol. 285, 2113 [0010]
- **Sumio SAKIBANA**. The Science of Sol-gel Method. Agne Shofu Publishing Inc, [0111]

10