

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 396 548**

51 Int. Cl.:

D01F 2/06 (2006.01)

D01F 2/08 (2006.01)

D01D 5/253 (2006.01)

A61L 15/28 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **08.03.2004 E 04718220 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **17.10.2012 EP 1606439**

54 Título: **Fibra de viscosa normal regenerada sólida**

30 Prioridad:

27.03.2003 AT 4882003

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

22.02.2013

73 Titular/es:

**LENZING AKTIENGESELLSCHAFT (100.0%)
WERKSTRASSE 2
4860 LENZING, AT**

72 Inventor/es:

**SCHMIDTBAUER, JOSEF;
SCHMIDT, HEINRICH;
BOXAN, CHRISTOPH y
BLAIR, DANIEL, THOMAS**

74 Agente/Representante:

PONTI SALES, Adelaida

ES 2 396 548 T3

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

DESCRIPCIÓN

Fibra de viscosa normal regenerada sólida.

[0001] La presente invención se refiere a una fibra de viscosa normal regenerada sólida y a un procedimiento para la fabricación de esta fibra.

5 **[0002]** Los materiales fibrosos según el estado de la técnica que se usan habitualmente para la fabricación de tampones son fibras de viscosa comunes, las denominadas fibras de viscosa trilobulares y el algodón. Según el ensayo syngina, descrito más adelante, la capacidad de absorción específica de estas fibras asciende a aproximadamente 4,5 g/g para el algodón, 5,5 g/g para la viscosa común y 6,5 g/g para las fibras de viscosa trilobulares.

10 **[0003]** El objetivo de los fabricantes de tampones consiste en lograr un grado de absorción determinado con gastos de material fibroso y costes mínimos.

[0004] Mientras que el algodón, por su capacidad de absorción insuficiente, ya no sirve como material fibroso para tampones, la fabricación de fibras trilobulares es mucho más cara y la elaboración de tampones a partir de ellas resulta mucho más difícil en comparación con la viscosa común.

15 **[0005]** Se ha informado de muchas estrategias diferentes para incrementar la capacidad de absorción de las fibras de celulosa:

1. una modificación química mediante el injerto de monómeros sobre la fibra de celulosa

2. una modificación química mediante la incorporación de polímeros absorbentes, tales como carboximetilcelulosa, quitosán, carbamato de celulosa, alginato o goma guar, en la matriz de fibras de celulosa

20 3. una modificación física de las fibras, como, por ejemplo, fibras huecas o fibras huecas colapsadas, como se conocen, por ejemplo, por el documento US-A 4,129,679, o

4. fibras multilobulares (las denominadas fibras "trilobulares") que se obtienen mediante el uso de hileras con orificios de extrusión multilobulares con al menos 3 lóbulos con una relación longitud / anchura de 2: 1 a 10: 1, como se conoce, por ejemplo, por el documento EP-A10301874.

25 **[0006]** El inconveniente de la modificación química de la fibra de celulosa reside en que para aplicaciones médicas muy delicadas, como la de los tampones, es necesario realizar un costoso procedimiento de ensayo toxicológico y fisiológico que requiere mucho tiempo, y la aparición del síndrome de choque tóxico (TSS) disuade a la mayoría de los fabricantes de tampones de usar materiales fibrosos modificados químicamente aun cuando los agentes químicos se consideren seguros.

30 **[0007]** El inconveniente de las fibras huecas y de las fibras huecas colapsadas reside en que son difíciles de fabricar debido a su elevada capacidad de retención de agua, a causa de la cual las fibras se hinchan mucho durante el lavado y se pegan entre sí durante el secado debido a la formación de puentes de hidrógeno, lo que las hace quebradizas en estado seco y jabonosas en estado húmedo y dificulta su rotura y la elaboración de un tejido cardado a partir de ellas.

35 **[0008]** El uso de fibras trilobulares ha aumentado constantemente en los últimos años, a pesar de que resulta muchos más difícil elaborar tampones a partir de fibras trilobulares. Los lóbulos cortos de las fibras son muy frágiles y se pueden dañar fácilmente por las fuerzas mecánicas que se ejercen durante el procesamiento de las fibras, especialmente durante el cardado bajo la formación de polvo fibroso.

40 **[0009]** La fabricación de fibras de viscosa multilobulares se ha descrito, por ejemplo, en las patentes de Estados Unidos 5,634,914 y 5,458,835 y en el documento EP-A10301874. El procedimiento dado a conocer en ellos describe la hilatura de una viscosa utilizada habitualmente y que puede contener una cantidad determinada de un modificador conocido en el estado de la técnica, a través de orificios de extrusión de forma multilobular, en especial de forma trilobular, en un baño de hilatura convencional. La característica fundamental de este procedimiento radica en que la forma de los orificios de extrusión multilobulares en la hilera es similar a la forma deseada de la sección transversal de los filamentos. Según las enseñanzas de estos documentos, la geometría del orificio de la hilera determina la forma de la sección transversal de las fibras, y mediante un diseño correspondiente de los orificios de extrusión se puede obtener una relación longitud / anchura determinada para la sección transversal de las fibras.

45 **[0010]** El estado de la técnica relacionado con las fibras multilobulares enseña, además, que este tipo de fibras multilobulares posee una mayor capacidad de absorción en comparación con las fibras de viscosa del estado de la técnica, especialmente en tampones, y que tales fibras deben tener al menos 3 lóbulos y que cada lóbulo de estas fibras debe presentar una relación longitud / anchura de al menos 2: 1, con especial preferencia de 3: 1 a 5: 1. Cuanto mayor sea la relación longitud / anchura, tanto mayores serán la proporción de volumen libre y la capacidad

de absorción de las fibras, siempre que los lóbulos no sean tan largos y finos que se doblen sobre sí mismos.

[0011] En estos documentos también se menciona, sin aportar más pruebas, que en las condiciones de una hilatura de regeneración lenta se pueden alcanzar capacidades de absorción aún más elevadas para las fibras multilobulares, por ejemplo reduciendo el nivel de ácido y/o aumentando el nivel de sulfato y/o añadiendo un modificador de la viscosidad.

[0012] Por el documento US-A 4,362,159 se conoce el hecho de que los espacios huecos en la sección transversal de las fibras de viscosa aumentan la capacidad de absorción de estas fibras y de los productos fabricados a partir de ellas. El documento US-A 4,129,679 da a conocer adicionalmente que una sección transversal multilobular de las fibras de viscosa confiere a los productos fabricados a partir de los filamentos una capacidad de absorción especial debido a la capacidad del haz de filamentos para contener grandes cantidades de agua intersticial entre los lóbulos de filamentos adyacentes.

[0013] Sorprendentemente se ha descubierto ahora que mediante hileras con aberturas multilobulares es posible producir una fibra de viscosa en la que la sección transversal de la fibra presente una forma esencialmente triangular sin lóbulos y con una relación longitud / anchura de al menos 2: 1. Con esta fibra se evitan los inconvenientes de las fibras multilobulares, siendo la fibra, sorprendentemente, muy absorbente aunque no presente una sección transversal multilobular.

[0014] Por lo tanto, la presente invención se refiere a una fibra de viscosa normal regenerada sólida que tiene una sección transversal esencialmente triangular cuya área es menos de 2,50 veces, preferentemente menos de 2,40 veces, con especial preferencia menos de 2,25 veces mayor que el área del mayor triángulo equilátero inscrito en esta sección transversal, y que presenta una capacidad de absorción en el ensayo syngina, definido más adelante, superior a 6,0 g/g de fibra y un título de 0,5 dtex a 0,6 dtex.

[0015] Para los fines de la presente invención, el término "sólido" significa que la fibra presenta una estructura sólida no hueca ni colapsada.

[0016] El término "normal" significa que la fibra es una fibra de celulosa regenerada obtenida mediante el procedimiento de la viscosa y que en estado acondicionado presenta una fuerza de ruptura B_c [cN] inferior a $1,3 \cdot \sqrt{T} + 2T$ y en estado húmedo, una fuerza B_m [cN] necesaria para causar un estiramiento del 5 % inferior a $0,5 \cdot \sqrt{T}$, siendo T la densidad lineal media en dtex.

[0017] La sección transversal de la fibra de acuerdo con la invención se asemeja aproximadamente a una forma triangular. Como mejor se define esta forma triangular es mediante la comparación del área de la sección transversal de la fibra con el área del mayor triángulo equilátero inscrito en esta sección transversal.

[0018] Cuanto menor sea la diferencia entre el área de la sección transversal de la fibra y el área de este mayor triángulo inscrito, tanto más se asemeja la sección transversal de la fibra a una forma triangular.

[0019] En el caso de una sección transversal de forma aproximadamente triangular, el área de la sección transversal de la fibra no es mucho mayor que el área del mayor triángulo equilátero inscrito en esta sección transversal, como se aprecia en la fig. 1.

[0020] Según la fig. 2, sin embargo, el área de la sección transversal de la fibra es mucho mayor que el área del triángulo inscrito cuando está inscrito un triángulo en una fibra que presenta una sección transversal trilobular con lóbulos con una relación longitud / anchura superior a 2: 1.

[0021] De acuerdo con la presente invención, la relación entre el área de la sección transversal de la fibra y el área del mayor triángulo equilátero inscrito deberá ser inferior a un factor de 2,50, preferentemente inferior a 2,40, con especial preferencia inferior a 2,25, determinándose el área de la sección transversal y este factor según el procedimiento explicado en detalle más adelante. Para los fines de la presente invención, este factor se denominará "relación delta".

[0022] El artículo "Verzug, Verstreckung und Querschnittsmodifizierung" del Dr. Erich Treiber, Chemiefasern 5/1967, 344 – 348, da a conocer filamentos con un alto módulo en húmedo (HWM) fabricados con una hilera trilobular. El título del filamento ascendió a 3,3 den, la resistencia ascendió en estado acondicionado a 4 g/den y en estado húmedo, a 2,4 g/den y el estiramiento ascendió al 10 % y 14 %, respectivamente. La sección transversal de este filamento se representa en la fig. 8a) de esta publicación y representa una relación delta de 1,67.

[0023] La publicación de Treiber no dice nada acerca de las propiedades de absorción de tales filamentos. En general, el experto esperaría que la capacidad de retención de agua de las fibras HWM fuera considerablemente menor que la de las fibras de viscosa.

[0024] La fibra de acuerdo con la invención preferentemente se presenta en forma de una fibra cortada.

[0025] El título de la fibra se encuentra en el intervalo de 0,5 dtex a 6,0 dtex, preferentemente de 2,5 dtex a 4 dtex.

[0026] Aunque la fibra de acuerdo con la invención es una fibra sólida y no posee ningún lóbulo con una relación longitud / anchura superior a 2: 1, como se da a conocer en el documento EP-A1 0301874, la fibra presenta propiedades de absorción superiores:

5 una capacidad de absorción específica syngina superior a 6,0 g/g según el procedimiento de ensayo descrito más adelante,

una capacidad de retención de agua, medida conforme a la norma DIN 53814 aplicando el esquema de cálculo Wt, de 70 a 110 %, preferentemente de 80 a 90 %.

10 **[0027]** Además, por su sección transversal característica, la fibra de acuerdo con la invención es menos frágil que las fibras trilobulares y presenta una excelente procesabilidad durante el cardado.

[0028] La fibra de acuerdo con la invención es perfectamente adecuada para productos absorbentes como, por ejemplo, un tampón. Por lo tanto, la presente invención también proporciona un producto absorbente, como, por ejemplo, un tampón, que contiene la fibra de acuerdo con la invención en forma cortada.

15 **[0029]** Se ha constatado que la fibra de acuerdo con la invención se puede fabricar mediante un procedimiento que comprende los siguientes pasos:

- la hilatura de una solución de hilatura de viscosa normal mediante una hilera con orificios de hilatura en un baño de regeneración, por medio de lo cual se forman filamentos,

- presentando estos orificios de hilatura una abertura multilobular, preferentemente una abertura trilobular,

20 - teniendo los lóbulos de esta abertura una relación longitud / anchura inferior a 3: 1,

- presentando esta solución de hilatura de viscosa un índice de madurez de 10 a 20 ° Hottenroth, preferentemente de 12 a 16 ° Hottenroth, y

- conteniendo esta solución de hilatura de viscosa entre 0,1 y 7 % en peso, preferentemente entre 2 y 6 % en peso, respecto a la celulosa, de un modificador de celulosa,

25 - conteniendo el baño de regeneración,

- entre 70 y 100 g/l, preferentemente entre 75 y 85 g/l, de ácido sulfúrico,

- entre 240 y 380 g/l, preferentemente entre 270 y 300 g/l, de sulfato sódico,

- entre 5 y 30 g/l, preferentemente entre 7 y 12 g/l, de sulfato de cinc, y

- presentando el baño de regeneración una temperatura de 25 a 55 °C, preferentemente de 30 a 35 °C,

30 - el estirado y el tratamiento posterior de los filamentos según procedimientos conocidos.

[0030] Para los fines de la presente invención, una solución de hilatura de viscosa normal es una solución de viscosa según el estado de la técnica que se usa para la fabricación de fibras de viscosa normales que se caracterizan típicamente por una concentración de celulosa superior al 7 % en peso, preferentemente superior al 8 % en peso, una relación de álcalis inferior a 0,9, típicamente alrededor de 0,6, un valor gamma inferior a 50 y un

35 índice de madurez de 20 ° Hottenroth o inferior.

[0031] El modificador de viscosa es preferentemente un polietilenglicol con una masa molecular de 600 a 3.000, preferentemente de 1.200 a 1.500.

[0032] Todos los valores indicados en la presente invención en % en peso se calculan en base al peso de celulosa.

40 **[0033]** En una forma de realización preferida del procedimiento, los filamentos se tratan con un éster de ácido graso. Preferentemente, el éster de ácido graso usado para el tratamiento de los filamentos es un éster de ácido graso de polioxietilen-sorbitán, como, por ejemplo, TWEEN®20 (disponible en ICI Surfactants).

[0034] Los filamentos se pueden tratar con el éster de ácido graso en una cantidad de 0,03 a 0,7 % (calculada en p/p en base a celulosa), preferentemente de 0,3 a 0,4 %.

45 **[0035]** El estirado y el tratamiento posterior de los filamentos (como, por ejemplo, cortado, apresto y secado) se

pueden efectuar mediante procedimientos conocidos como tales para el experto. Típicamente, los filamentos, tras abandonar el baño de regeneración, se estiran en un segundo baño y/o al aire en una relación de estirado de 40 % a 90 %, preferentemente de 55 % a 70 %.

5 **[0036]** En el procedimiento del estado de la técnica para la fabricación de fibras trilobulares, como se da a conocer, por ejemplo, en la parte experimental del documento EP-A1 0301874, se aplican unas condiciones de regeneración que permiten fijar rápidamente la sección transversal de las fibras en la misma forma que en el caso de la extrusión a través del orificio trilobular de la hilera.

10 **[0037]** En el procedimiento de acuerdo con la invención, sin embargo, es de una importancia crucial que los parámetros del proceso estén equilibrados de tal manera, que los filamentos extruidos mediante una hilera trilobular se regeneren lentamente, permitiendo que los filamentos contraigan los lóbulos hacia el núcleo, por medio de lo cual se forma una sección transversal esencialmente triangular (denominada en lo sucesivo "en forma de Δ ").

[0038] Para una composición determinada de la viscosa se puede obtener un procedimiento de regeneración lento añadiendo, por ejemplo, un modificador de viscosa a la solución de hilatura, en combinación con una reducción de la concentración de ácido sulfúrico y una temperatura baja del baño de hilatura.

15 **[0039]** Se puede demostrar que para obtener fibras en forma de Δ en lugar de fibras en forma de Y en la hilatura mediante hileras con aberturas trilobulares, resulta fundamental sobre todo la combinación de un modificador con un baño de hilatura de regeneración lenta.

20 **[0040]** Sin la adición de un modificador la sección transversal de las fibras obtenidas a partir de una hilera trilobular tiene forma de Y, incluso cuando la concentración de ácido sulfúrico y la temperatura del baño de hilatura son reducidas.

[0041] Sin embargo, si se añade una cantidad determinada de un modificador, por ejemplo de PEG 1500, a la solución de hilatura de viscosa, la sección transversal de las fibras hiladas en las mismas condiciones es una sección transversal en forma de Δ .

25 **[0042]** Por otra parte, cuando se usa un baño de hilatura convencional con una concentración mayor de ácido sulfúrico, las fibras resultantes presentan una sección transversal en forma de Y, independientemente de si se usa un modificador o no.

[0043] Cuando se usan hileras cuyas aberturas poseen tres lóbulos que presentan una relación longitud / anchura bastante reducida, por ejemplo solo ligeramente superior a 2: 1 o inferior a 2: 1, es posible fabricar fibras en forma de Δ incluso cuando se usa un baño de hilatura con una concentración mayor de ácido sulfúrico.

30 **[0044]** De forma alternativa, las fibras de acuerdo con la invención se pueden fabricar usando hileras con orificios triangulares en lugar de hileras trilobulares. En este caso, las condiciones de regeneración se deben adaptar adecuadamente para conservar la sección transversal triangular de la fibra. Se ha constatado que la hilatura de una solución de hilatura de viscosa normal con una relación de álcalis de 0,6 mediante una hilera con orificios en forma de triángulos equiláteros en un baño de hilatura convencional o un baño de hilatura de regeneración lenta, con o sin
35 la adición de polietilenglicol como modificador, no produce fibras con una relación delta inferior a 2,50 y una capacidad de absorción en el ensayo syngina superior a 6 g/g de fibra. Sin embargo, si se hila una viscosa con una relación de álcalis elevada mediante una hilera triangular en un baño de hilatura que contiene una concentración elevada de sulfato de cinc, se pueden obtener fibras en forma de Δ de acuerdo con la presente invención.

40 **[0045]** Sorprendentemente se ha descubierto que las fibras con una sección transversal triangular, como se han definido anteriormente, presentan una capacidad de absorción en el ensayo syngina significativamente mayor que las fibras de viscosa comunes y de igual o incluso mayor grado que las fibras de viscosa trilobulares, aunque su sección transversal no comprenda lóbulos con una relación longitud / anchura superior a 2: 1. Además, por su forma compacta, la fibra de acuerdo con la invención ofrece ventajas significativas en el cardado y en la fabricación de tampones.

45 Breve descripción de los dibujos

[0046]

La fig. 1 muestra un triángulo inscrito en la sección transversal de una fibra triangular.

La fig. 2 muestra un triángulo inscrito en la sección transversal de una fibra trilobular de acuerdo con la invención (no de acuerdo con la invención).

50 La fig. 3 representa el aparato usado para la realización del procedimiento de ensayo syngina.

La fig. 4 representa la prensa mecánica que se usa para la preparación de la muestra de ensayo para el

procedimiento de ensayo syngina.

La fig. 5 es una vista en corte de un componente de la prensa mecánica de la fig. 4 según las líneas A – A.

La fig. 6 es una vista en corte de otro componente de la prensa mecánica de la fig. 4 según las líneas B – B.

La fig. 7 es una vista en corte ampliada de la zona Y de la fig. 5.

5 La fig. 8 es una vista en corte ampliada de la zona Z de la fig. 6.

Las figs. 9 a 15 muestran, en representación ampliada, las formas de las fibras fabricadas según los ejemplos 1 a 7.

Procedimiento de ensayo

Toma de una microfotografía de la sección transversal de una fibra

10 **[0047]** Se enhebra un haz de fibras cortadas orientadas en paralelo por un orificio en una placa de acero fino que presenta un diámetro de 1 a 2 mm. Las fibras sobresalientes se cortan con una cuchilla de afeitar en paralelo a la superficie de la placa de acero. La placa se coloca debajo de un microscopio y se toma una microfotografía de la sección transversal de las fibras con un aumento de 1070: 1.

Determinación del mayor triángulo equilátero inscrito y determinación de la razón entre el área de la sección transversal de la fibra y el área del mayor triángulo inscrito

15 **[0048]** Esta determinación se puede realizar con un PC mediante un software gráfico conocido instalado en él y un software de cálculo programado por el usuario , como se describe a continuación.

20 1) El perfil de una fibra individual se transfiere a un mapa de bits, destacándose la fibra sobre el fondo mediante valores tricromáticos. Para una valoración gráfica solo se seleccionan aquellos perfiles de fibras que sean completamente visibles y se puedan aislar fácilmente de los perfiles adyacentes y generen un fuerte contraste con el fondo. La sección transversal de la fibra se cubre con una retícula gruesa. El tamaño de la retícula es aproximadamente la vigésima parte de la anchura o altura del perfil.

2) El mayor triángulo con el baricentro C que se puede dibujar en el perfil se determina, para un ángulo fijo entre la altura y el eje y, incrementando de forma constante la longitud de los lados del triángulo hasta alcanzar el límite del perfil.

25 3) El mayor triángulo se calcula como en el punto 2) para todos los baricentros en la retícula, así como para todos los ángulos de 0 ° a 360 °, en pasos de 0,5 °, y se determina el baricentro que corresponde al mayor triángulo posible. Después se determina para todos los píxeles (x, y) en la zona que rodea este punto el mayor triángulo con el baricentro (x, y), obteniéndose de este modo el mayor triángulo equilátero posible que se puede inscribir.

30 4) El área de la sección transversal de la fibra se determina mediante los píxeles de color que identifican la fibra. El área del triángulo equilátero óptimo se determina según el punto 3). La relación delta se obtiene ahora dividiendo el área de la sección transversal de la fibra por el área del triángulo equilátero óptimo.

[0049] El proceso se repite para un número total de 12 fibras individuales de la misma muestra y se calcula la relación delta media.

Ensayo syngina

35 **[0050]** El ensayo syngina evalúa la capacidad de absorción de las fibras en un tampón. El ensayo descrito a continuación es una versión simplificada del procedimiento de ensayo ERT 350.0-02 de la EDANA.

[0051] La fig. 3 muestra el aparato usado para la realización del procedimiento de ensayo, en la que

1. designa la célula de medición
2. designa un recipiente de alimentación
- 40 3. designa un tubo de rebose
4. designa una salida de líquido
5. designa un preservativo
- 6, 7, 11 y 13. designan en cada caso anillos de goma
8. designa un tampón o un tapón en forma de tampón

9. designa un tubo

10. designa un tubo de llenado

12. designa una salida de líquido y

14. designa una probeta graduada

5 A, B. designan válvulas.

[0052] El principio del procedimiento de ensayo consiste en simular el entorno vaginal en el laboratorio ejerciendo una presión normalizada sobre un tampón dentro de una membrana elástica que es formada por un preservativo.

[0053] Mediante la introducción de una cantidad determinada de líquido hasta que el tampón empiece a presentar fugas también se pueden medir las capacidades de retención de agua y de absorción de líquido, así como el desplazamiento de agua. El peso del tampón se determina antes (seco) y después del ensayo (húmedo) para calcular el peso del líquido absorbido.

Reactivos

[0054] Como líquido syngina se usa agua destilada o desionizada.

Preparación de una muestra

15 **[0055]** Se pesan 2,75 g de fibras cortadas con una humedad del 8 al 11 % y se introducen en una máquina de cardado, modelo USTER MDTA 3, equipada con una pieza giratoria 3. La velocidad del rodillo de cardado asciende a 1.390 rpm. Cada ciclo dura 75 s. La cinta de carda resultante, que mide aproximadamente 90 cm, se dobla tres veces para generar una cinta con una longitud de 30 cm que se prensa entre 2 rodillos o se compacta en un rodillo de calandria. Si se ejerce una presión demasiado alta durante la compactación de la cinta de carda, se puede formar un material rígido y acartonado, lo que debe evitarse.

[0056] El peso de la cinta de carda compactada se ajusta a 2,70 g y ésta se introduce en un aparato para formar un cilindro por arrollamiento. Durante este proceso el rollo desciende mediante un cilindro opuesto con un peso de 150 g.

25 **[0057]** La muestra se introduce después en una prensa mecánica para tapones. Ésta es un aparato mecánico que puede generar tapones en forma de tampones. Los tapones presentan el mismo volumen, la misma masa y la misma orientación de las fibras que un tampón digital comercial, incluidas las 8 ranuras a lo largo del lado del cilindro. El tapón se prensa durante 10 minutos con 110 Nm y, por motivos de redundancia, se pesa de nuevo justo antes del ensayo.

30 **[0058]** En las figs. 4 a 8 se representa la prensa por medio de la cual se fabrican las piezas prensadas en forma de tampón para la realización del ensayo syngina.

[0059] La prensa 41 está dispuesta sobre una plataforma base 42 y se compone de un anclaje inferior 43 dispuesto de forma rígida y en el que está alojado un enganchador inferior 44 y de un anclaje superior 45 giratorio en sentido horizontal y desplazable en sentido vertical mediante un dispositivo de elevación 47, el cual está unido a un enganchador superior 46.

35 **[0060]** La fig. 5 muestra un corte a través del enganchador superior 46 según las líneas A-A de la fig. 4. El enganchador superior comprende cuatro dientes de enganche superiores 461-464.

[0061] La fig. 6 muestra un corte a través del enganchador inferior 44 según las líneas B-B de la fig. 4. El enganchador inferior comprende cuatro dientes de enganche inferiores 441-444.

40 **[0062]** La fig. 7 muestra un detalle ampliado de la zona Y de la fig. 5. Las dimensiones exactas de los cuatro dientes de enganche superiores 461-464 se obtienen a partir del dimensionado de la fig. 7 (en mm). Una línea de puntos y trazos representa un diente de enganche inferior 442.

[0063] La fig. 8 muestra un detalle ampliado de la zona Z de la fig. 6. Las dimensiones exactas de los cuatro dientes de enganche inferiores 441-444 se obtienen a partir del dimensionado de la fig. 8 (en mm). Una línea de puntos y trazos representa un diente de enganche superior 463.

45 **[0064]** Para la preparación de la muestra, la cinta de carda elaborada, compactada y enrollada previamente (peso = 2,7 g) se introduce verticalmente en la abertura entre los dientes de enganche superiores 441-444 y se fija con la ayuda de una llave dinamométrica ejerciendo una ligera presión sobre los dientes de enganche inferiores. A continuación se gira y desplaza hacia abajo el enganchador superior 46 hasta que los dientes de enganche inferiores 441-444 y los dientes de enganche superiores 461-464 se encuentren en un plano y yazcan

alternadamente uno junto al otro, como se aprecia en las figuras 7 y 8. La cinta de carda enrollada se encuentra ahora en el espacio 48 predefinido por los dientes de enganche 441-444 y 461-464 (véanse las figuras 7 y 8) y se prensa a continuación apretando los dientes de enganche. Con este fin se introduce una llave dinamométrica en un cuello cuadrado (no representado) previsto en el anclaje inferior 43 y se aprieta hasta alcanzar un par de fuerzas de 5 110 Nm. El proceso de prensado dura 10 minutos. De este modo la pieza prensada adquiere su forma característica con 8 ranuras.

[0065] Este tapón se puede usar sin más modificaciones para el ensayo syngina. La longitud del tapón asciende a aproximadamente 53 mm y su diámetro se encuentra entre 14 y 15 mm; su dimensión longitudinal o radial no se altera durante al menos 7 días.

10 **[0066]** Si se usa un tampón como muestra, deberá retirarse la envoltura o el aplicador. Justo antes del ensayo se deberá desenrollar la muestra de ensayo y cortar el hilo de recuperación.

[0067] El número de muestras por ensayo debería ascender a tres.

Colocación y sustitución del preservativo

15 **[0068]** Como membrana de ensayo se usa un preservativo recto no lubricado, con una resistencia de 17 MPa a 30 MPa. El preservativo se abre y se estira. El preservativo se marca a una distancia de 20 mm y de 160 mm del extremo abierto.

[0069] El preservativo se introduce a través de la cámara 1 del aparato de ensayo (fig. 3) con la ayuda de una barra de manera que la marca de 160 mm quede en el borde de la abertura más pequeña de la cámara 1 (en el fondo de la cámara 1).

20 **[0070]** Se realiza un corte en la punta del preservativo y éste se sujeta con una cinta elástica de tal manera, que la marca de 160 mm permanezca en el borde de la abertura más pequeña de la cámara 1.

[0071] El preservativo se pasa por la abertura grande de la cámara 1 de manera que la marca de 20 mm quede en el borde de la abertura y se sujeta allí con una cinta elástica.

25 **[0072]** Los preservativos de ensayo se sustituyen (a) cuando se vuelvan permeables, (b) mensualmente, según lo que ocurra antes.

Modo de proceder

[0073] El tampón o el tapón prensado preparado conforme al apartado anterior "Preparación de una muestra" se pesa con la mayor precisión posible de 0,01 gramos. El peso se registra.

30 **[0074]** Con la cámara 1 del aparato de ensayo vacía se introduce el tampón 8 en el preservativo 5, como se muestra en la fig. 3, de manera que el centro del tampón esté en el centro de la cámara 1 y el extremo inferior (el extremo en el que se encuentra el hilo de recuperación) esté posicionado en el fondo de la cámara 1. Resulta útil usar una pinza para colocar el tapón en el centro de esta célula.

[0075] Después se abre la válvula A de manera que la cámara 1 se llene de agua. En la cámara 1 se introduce un tubo pequeño 9 de manera que toque el extremo superior del tampón / tapón 8. La válvula A se vuelve a cerrar.

35 **[0076]** A continuación se abre la válvula B para compensar la presión (se establece una presión correspondiente a una columna de agua de 170 mm, como se aprecia en la fig. 3). Se inserta el tubo de llenado 10 con un anillo de goma 11. El tubo 10 se llena con 25 ml de líquido de ensayo. Se pone en marcha un cronómetro.

40 **[0077]** Al cabo de 3 minutos se cierra la válvula B (salvo que todavía se desplace algo de agua a través de la salida de líquido 4). Si todavía queda líquido encima del tubo de llenado 10 y del tubo pequeño 9, éste se aspira con una pipeta Socorex. Se retira el tubo de llenado 10 y se eleva la célula de medición.

[0078] Se retira el tubo 9, se abre la válvula A y se relaja el preservativo, lo que facilita la extracción del tampón / tapón 8 con una pinza. Después se cierra la válvula A y se fija la cámara 1.

[0079] El tampón / tapón extraído se pesa inmediatamente con la mayor precisión posible de 0,01 gramos. Se anota el peso en húmedo. El agua restante se evacúa de la cámara 1.

45 **[0080]** El ensayo se deberá repetir con un nuevo tapón de la misma muestra de fibras.

[0081] Para el ensayo se deberá llenar la cámara 1 sin burbujas de aire.

Cálculo y expresión de los resultados

[0082] La capacidad de absorción de cada tampón / tapón de muestra se calcula de la siguiente manera:

$A = B - C$, donde

A = capacidad de absorción del tampón / tapón en gramos

B = peso en gramos del tampón / tapón saturado (húmedo)

5 C = peso en gramos del tampón / tapón seco.

[0083] Los resultados se expresan hasta la primera cifra decimal. Se calcula la capacidad de absorción media de todas las muestras de ensayo.

[0084] La capacidad de absorción específica syngina en g de líquido de ensayo/g de fibra se calcula dividiendo la capacidad de absorción media (A) por el peso medio de los tampones / tapones secos (C) en gramos.

10 Capacidad de retención de agua

[0085] La capacidad de retención de agua de las fibras se mide conforme al procedimiento de ensayo descrito en la norma DIN 53814, aplicándose el esquema de cálculo Wt.

Capacidad de agua

[0086] La capacidad de agua de las fibras se mide según el procedimiento de ensayo respecto a la capacidad de absorción de guatas de viscosa absorbentes, descrito en la Farmacopea Europea 4 01/2002: 0034.

Ejemplo 1: Fibra en forma de Δ

[0087] Una viscosa que contenía 8,70 % de celulosa, 5,20 % de álcalis y 2,3 % de azufre y que presentaba un índice de madurez de 14,2 ° Hottenroth y una viscosidad obtenida con el viscosímetro de caída de bola de 58 segundos (bfs, determinada de acuerdo con la hoja de instrucciones de Zellcheming III/5/E) se hiló a una temperatura de 32 °C mediante una hilera trilobular en un baño de regeneración que contenía 76,5 g/l de ácido sulfúrico, 272 g/l de sulfato sódico y 10,4 g/l de sulfato de cinc. La hilera tenía 625 orificios trilobulares con 3 lóbulos de 72x33 μm (relación longitud / anchura: 2,18). Antes de la hilatura se añadió a la viscosa un 5 % en peso de una solución acuosa de polietilenglicol 1500.

[0088] La velocidad de hilatura ascendió a 50 m/min. Los filamentos se estiraron un 55 % en un segundo baño caliente que contenía 17 g/l de ácido sulfúrico, se cortaron en mechas de 40 mm de longitud, se lavaron, se desulfuraron, se blanquearon, se dotaron a 70 °C y un valor de pH de 5 de 10 g/l de éster de ácido graso de polioxietilen-sorbitán (Tween 20, disponible en ICI Surfactants) y se secaron.

[0089] Las fibras presentaban un título de 3,0 dtex, una capacidad de retención de agua del 103 % y un valor del agua de imbibición de 23,8 g/g. La capacidad de absorción syngina según el ensayo syngina antes descrito ascendió a 6,7 g/g. La relación delta de la fibra era de 2,26. Su forma típica se representa en la fig. 9.

Ejemplo comparativo 2: Hilatura sin el uso de un modificador

[0090] Se hiló una fibra de viscosa en las mismas condiciones que en el ejemplo 1, a excepción de que no se añadió polietilenglicol a la viscosa.

[0091] Las fibras presentaban un título de 2,9 dtex, la capacidad de retención de agua ascendió al 120 % y el valor del agua de imbibición era de 24,8 g/g. La capacidad de absorción syngina de acuerdo con el ensayo syngina antes descrito ascendió a 5,9 g/g.

[0092] La relación delta de la fibra era de 4,85. Su forma trilobular se representa en la fig. 10.

Ejemplo comparativo 3: Alto contenido de ácido sulfúrico en el baño de regeneración

[0093] Una viscosa que contenía 8,65 % de celulosa, 5,16 % de álcalis y 2,3 % de azufre y que presentaba un índice de madurez de 14 ° Hottenroth y una viscosidad de 63 bfs se hiló a una temperatura de 49 °C mediante una hilera trilobular, como se ha descrito en el ejemplo 1, en un baño de regeneración que contenía 131 g/l de ácido sulfúrico, 367 g/l de sulfato sódico y 11 g/l de sulfato de cinc. Antes de la hilatura se añadió a la viscosa un 2,5 % en peso de una solución acuosa de polietilenglicol 1500.

[0094] La velocidad de hilatura ascendió a 50 m/min. Los filamentos se estiraron un 76 % en un segundo baño caliente que contenía 19 g/l de ácido sulfúrico, se cortaron en mechas de 40 mm de longitud, se lavaron, se desulfuraron, se blanquearon, se dotaron a 70 °C y un valor de pH de 5 de 5 g/l de éster de ácido graso de polioxietilen-sorbitán (Tween 20, disponible en ICI Surfactants) y se secaron.

[0095] Las fibras presentaban un título de 3,2 dtex, una capacidad de retención de agua del 87 % y un valor del agua de imbibición de 23,7 g/g. La capacidad de absorción syngina según el ensayo syngina antes descrito ascendió a 6,6 g/g.

[0096] La relación delta de la fibra era de 4,07. Su forma típica se representa en la fig. 11.

5 **Ejemplo 4: Fibra en forma de Δ**

[0097] Una viscosa que contenía 8,65 % de celulosa, 5,14 % de álcalis y 2,3 % de azufre y que presentaba un índice de madurez de 13,6 ° Hottenroth y una viscosidad de 65 bfs se hiló a una temperatura de 31 °C mediante una hilera trilobular, como se ha descrito en el ejemplo 1, en un baño de regeneración que contenía 85 g/l de ácido sulfúrico, 276 g/l de sulfato sódico y 11 g/l de sulfato de cinc. Antes de la hilatura se añadió a la viscosa un 5 % en peso de una solución acuosa de polietilenglicol 1500.

[0098] La velocidad de hilatura ascendió a 50 m/min. Los filamentos se estiraron un 55 % en un segundo baño caliente que contenía 19 g/l de ácido sulfúrico, se cortaron en mechas de 40 mm de longitud, se lavaron, se desulfuraron, se blanquearon, se dotaron a 70 °C y un valor de pH de 5 de 10 g/l de éster de ácido graso de polioxietilen-sorbitán (Tween 20, disponible en ICI Surfactants) y se secaron.

15 [0099] Las fibras presentaban un título de 2,9 dtex. La capacidad de absorción syngina según el ensayo syngina antes descrito ascendió a 6,9 g/g.

[0100] La relación delta de la fibra era de 1,91. Su forma típica se representa en la fig. 12.

Ejemplo 5: Fibra Δ , hilera trilobular de lóbulos cortos

20 [0101] Una viscosa que contenía 8,67 % de celulosa, 5,15 % de álcalis y 2,3 % de azufre y que presentaba un índice de madurez de 15 ° Hottenroth y una viscosidad de 62 bfs se hiló a una temperatura de 53 °C mediante una hilera trilobular en un baño de regeneración que contenía 85 g/l de ácido sulfúrico, 277 g/l de sulfato sódico y 11 g/l de sulfato de cinc. La hilera tenía 625 orificios, presentando cada orificio 3 lóbulos de 45x33 μm (relación longitud/anchura: 1,36) sobre un núcleo en forma de un triángulo equilátero. El radio de la circunferencia asciende a 80 μm . Antes de la hilatura se añadió a la viscosa un 5 % en peso de una solución acuosa de polietilenglicol 1500.

25 [0102] La velocidad de hilatura ascendió a 50 m/min. Los filamentos se estiraron un 55 % en un segundo baño caliente que contenía 17,6 g/l de ácido sulfúrico, se cortaron en mechas de 40 mm de longitud, se lavaron, se desulfuraron, se blanquearon, se dotaron a 70 °C y un valor de pH de 5 de 5 g/l de éster de ácido graso de polioxietilen-sorbitán (Tween 20, disponible en ICI Surfactants) y se secaron.

30 [0103] Las fibras presentaban un título de 3,2 dtex, una capacidad de retención de agua de 78,5 % y un valor del agua de imbibición de 18,6 g/g. La capacidad de absorción syngina según el ensayo syngina antes descrito ascendió a 6,1 g/g.

[0104] La relación delta de la fibra era de 1,63. Su forma típica se representa en la fig. 13.

Ejemplo 6: Fibra Δ , hilera triangular

35 [0105] Una viscosa que contenía 8,23 % de celulosa, 7,15 % de álcalis y 2,20 % de azufre y que presentaba un índice de madurez de 14,5 ° Hottenroth y una viscosidad de 52 bfs se hiló a una temperatura de 49 °C mediante una hilera triangular en un baño de regeneración que contenía 98 g/l de ácido sulfúrico, 351 g/l de sulfato sódico y 28,2 g/l de sulfato de cinc. La hilera tenía 625 orificios, presentando cada orificio la forma de un triángulo equilátero con $s = 129 \mu\text{m}$.

40 [0106] La velocidad de hilatura ascendió a 55 m/min. Los filamentos se estiraron un 82 % en un segundo baño caliente que contenía 19,6 g/l de ácido sulfúrico, se cortaron en mechas de 40 mm de longitud, se lavaron, se desulfuraron, se blanquearon, se dotaron a 70 °C y un valor de pH de 5 de 10 g/l de éster de ácido graso de polioxietilen-sorbitán (Tween 20, disponible en ICI Surfactants) y se secaron.

[0107] Las fibras presentaban un título de 2,96 dtex. La capacidad de absorción syngina según el ensayo syngina antes descrito ascendió a 6,4 g/g.

45 [0108] La relación delta de la fibra era de 2,03. Su forma típica se representa en la fig. 14.

Ejemplo comparativo 7: Fibra trilobular con hilera de 89x25 μm (relación longitud / anchura 3,56)

50 [0109] Una viscosa que contenía 8,80 % de celulosa y 5,20 % de álcalis y que presentaba un índice de madurez de 13,5 ° Hottenroth y una viscosidad de 70 bfs se hiló a una temperatura de 30 °C mediante una hilera trilobular en un baño de regeneración que contenía 76 g/l de ácido sulfúrico, 266 g/l de sulfato sódico y 10,4 g/l de sulfato de cinc. La hilera tenía 625 orificios trilobulares con 3 lóbulos de 89x25 μm (relación longitud / anchura: 3,56). Antes de

ES 2 396 548 T3

la hilatura se añadió a la viscosa un 5 % en peso de una solución acuosa de polietilenglicol 1500.

[0110] La velocidad de hilatura ascendió a 50 m/min. Los filamentos se estiraron un 55 % en un segundo baño caliente que contenía 17 g/l de ácido sulfúrico, se cortaron en mechas de 40 mm de longitud, se lavaron, se desulfuraron, se blanquearon, se dotaron a 70 °C y un valor de pH de 5 de 10 g/l de éster de ácido graso de 5 polioxietilen-sorbitán (Tween 20, disponible en ICI Surfactants) y se secaron.

[0111] Las fibras presentaban un título de 2,97 dtex y un valor del agua de imbibición de 25,0 g/g. La capacidad de absorción syngina según el ensayo syngina antes descrito ascendió a 6,8 g/g.

[0112] La relación delta de la fibra era de 2,64. Su forma típica se representa en la fig. 15.

REIVINDICACIONES

1. Fibra de viscosa normal regenerada sólida que presenta una sección transversal esencialmente triangular cuya área es menos de 2,50 veces, preferentemente menos de 2,40 veces, con especial preferencia menos de 2,25 veces mayor que el área del mayor triángulo equilátero inscrito en esta sección transversal, y que
5 presenta una capacidad de absorción en el ensayo syngina antes definido superior a 6,0 g/g de fibra y un título de 0,5 dtex a 6,0 dtex.
2. Fibra de acuerdo con la reivindicación 1 en forma de una fibra cortada.
3. Fibra de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, que presenta un título de 2,5 dtex a 4 dtex.
4. Fibra de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 3, que presenta una capacidad de retención de
10 agua, medida conforme a la norma DIN 53814, de 70 a 110 %, preferentemente de 80 a 90 %.
5. Procedimiento para la fabricación de una fibra de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 4, que comprende los siguientes pasos:
 - la hilatura de una solución de hilatura de viscosa normal mediante una hilera con orificios de hilatura en un baño de regeneración, por medio de lo cual se forman filamentos,
 - 15 - presentando estos orificios de hilatura una abertura multilobular, preferentemente una abertura trilobular,
 - teniendo los lóbulos de esta abertura una relación longitud / anchura inferior a 3: 1,
 - presentando esta solución de hilatura de viscosa un índice de madurez de 10 a 20 ° Hottenroth, preferentemente de 12 a 16 ° Hottenroth, y
 - conteniendo esta solución de hilatura de viscosa entre 0,1 y 7 % en peso, preferentemente entre 2 y 6 % en peso,
20 respecto a la celulosa, de un modificador de viscosa,
 - conteniendo el baño de regeneración,
 - entre 70 y 100 g/l, preferentemente entre 75 y 85 g/l, de ácido sulfúrico,
 - entre 240 y 380 g/l, preferentemente entre 270 y 300 g/l, de sulfato sódico,
 - entre 5 y 30 g/l, preferentemente entre 7 y 12 g/l, de sulfato de cinc, y
 - 25 - presentando el baño de regeneración una temperatura de 25 a 55 °C, preferentemente de 30 a 35 °C,
 - el estirado y el tratamiento posterior de los filamentos según procedimientos conocidos.
6. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 5, **caracterizado porque** el modificador de viscosa es un polietilenglicol con una masa molecular de 600 a 3.000, preferentemente de 1.200 a 1.500.
7. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 5 o 6, **caracterizado porque** los filamentos se tratan
30 con un éster de ácido graso.
8. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 7, **caracterizado porque** el éster de ácido graso es un éster de ácido graso de polioxietilen-sorbitán.
9. Producto absorbente, como, por ejemplo, un tampón, que contiene la fibra de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 4 en forma cortada.

FIG. 1

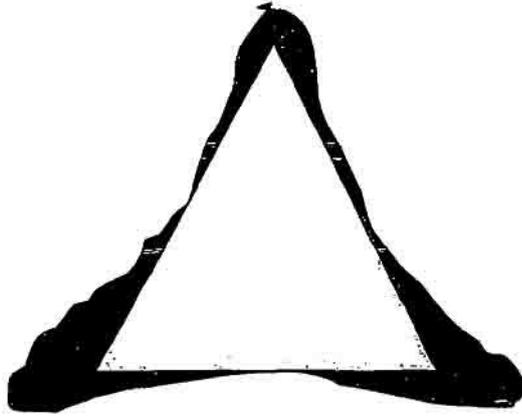


FIG. 2

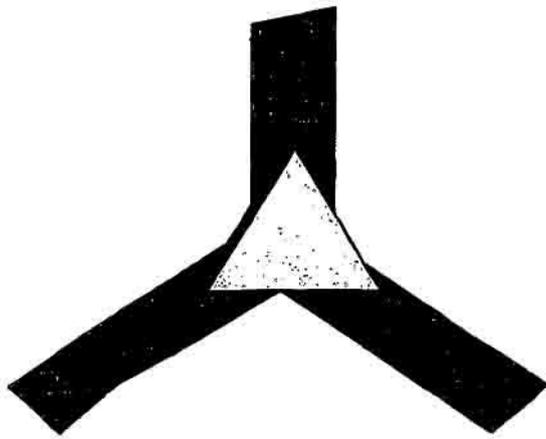
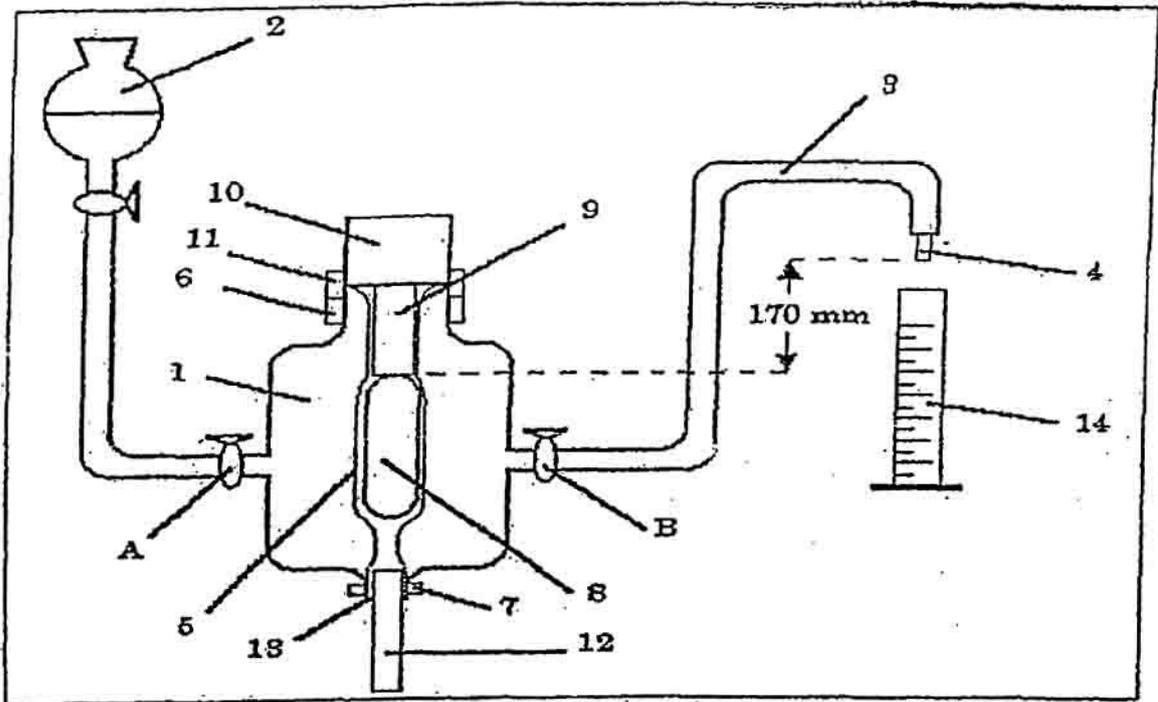
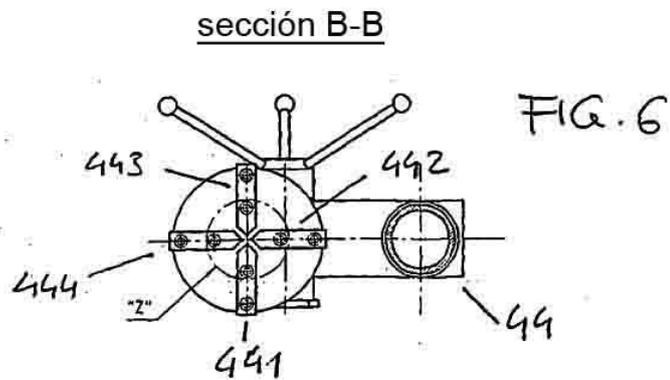
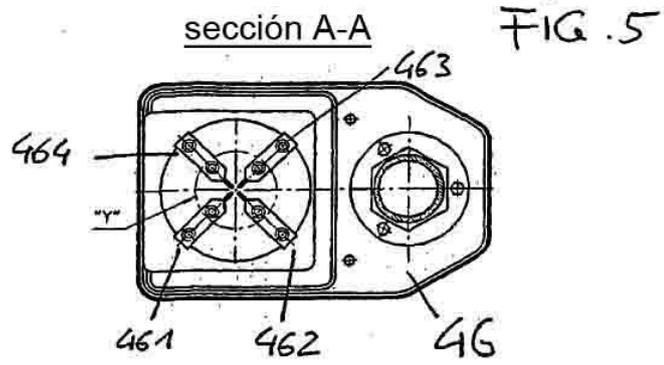
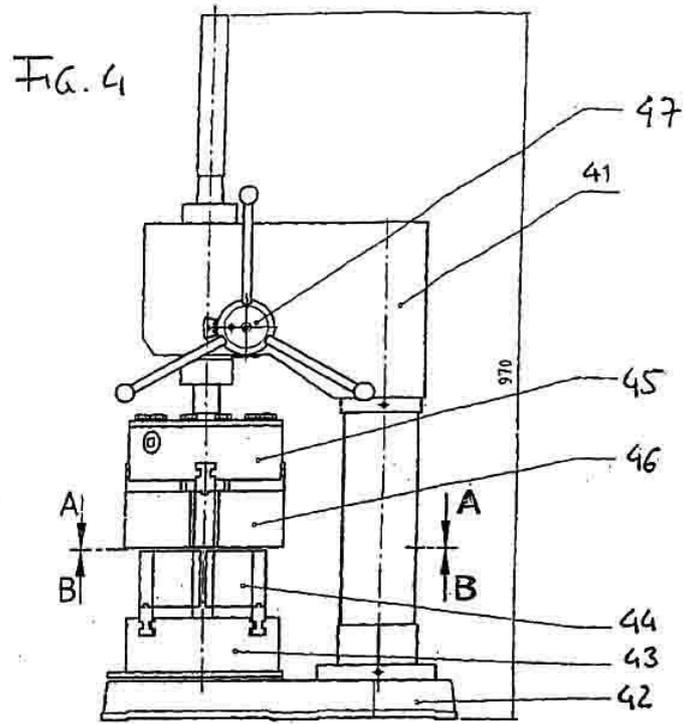
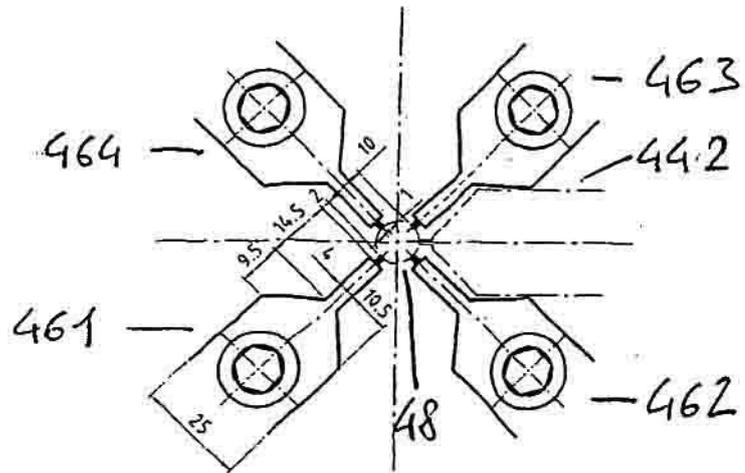


FIG. 3





detalle Y (1:1) FIG. 7



detalle Z (1:1) FIG. 8

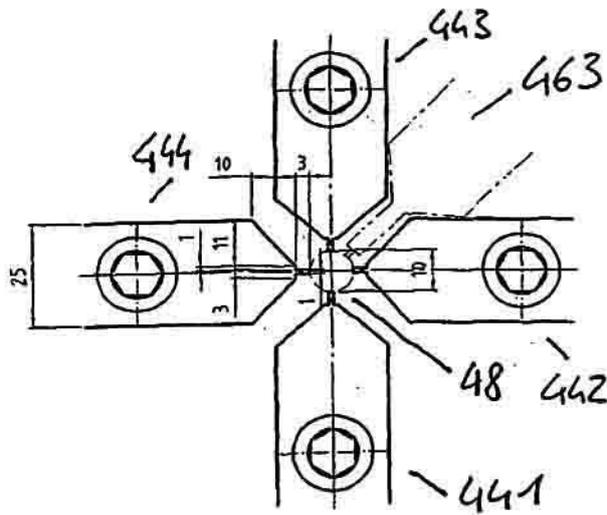


Figura 9

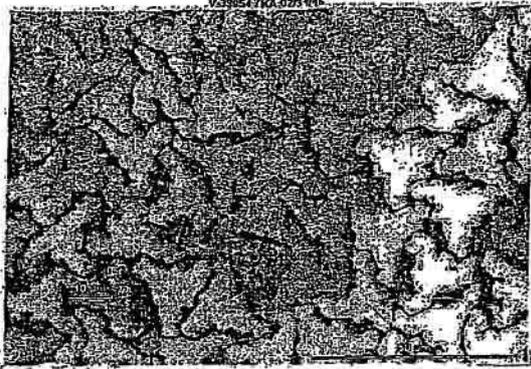


Figura 10

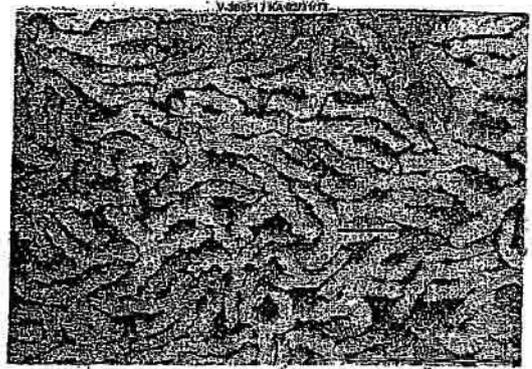


Figura 11



Figura 12

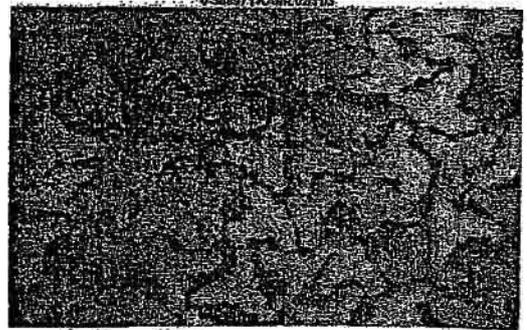


Figura 13

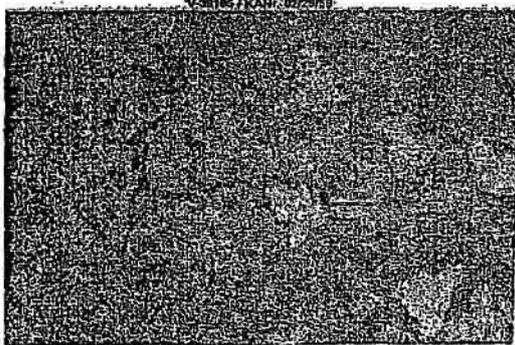


Figura 14



Fig. 15

