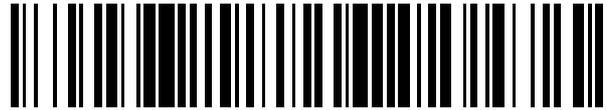


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 408 315**

51 Int. Cl.:

D01D 5/00

(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **18.02.2006 E 06722505 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **10.04.2013 EP 1856312**

54 Título: **Procedimiento para producir nano y mesofibras a través de un proceso de electrohilado de dispersiones coloidales**

30 Prioridad:

24.02.2005 DE 102005008926

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

20.06.2013

73 Titular/es:

**BASF SE (100.0%)
STOCKWIESENWEG 9
35287 AMONEBURG, DE**

72 Inventor/es:

**GREINER, ANDREAS;
WENDORFF, JOACHIM y
ISHAQUE, MICHAEL**

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 408 315 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

Procedimiento para producir nano y mesofibras a través de un proceso de electrohilado de dispersiones coloidales

5 La presente invención hace referencia a un procedimiento para producir fibras de polímeros, en particular nano y mesofibras de acuerdo con un proceso de electrohilado, así como a las fibras obtenidas a través de este procedimiento.

10 El experto conoce una gran cantidad de procedimientos para la producción de nano y mesofibras, de los cuales en la actualidad se le atribuye una mayor importancia al proceso de electrohilado ("electrospinning"). En este proceso, a modo de ejemplo, descrito por D.H. Reneker, H.D. Chun en Nanotecnología 7 (1996), página 216 y sig., una masa fundida de polímeros o una solución de polímeros es expuesta a un campo eléctrico elevado como a un terminal que
 15 sirve como electrodo. Esto puede lograrse por ejemplo debido al hecho de que la masa fundida de polímeros o la solución de polímeros es extruida en un campo eléctrico a una presión reducida, a través de una cánula que se encuentra conectada al polo de una fuente de tensión. Debido a la carga electrostática de la masa fundida de polímeros o de la solución de polímeros producida de ese modo se origina un flujo de material orientado hacia el contraelectrodo, el cual se solidifica durante el recorrido hacia el contraelectrodo. En función de las geometrías de los electrodos, mediante este procedimiento, se obtienen fibras denominadas como velos o los así llamados materiales no tejidos o ensamblados.

20 En la solicitud DE-A1-101 33 393 se revela un procedimiento para la producción de fibras huecas con un diámetro interno de 1 a 100 nm, donde es electrohilada una solución de un polímero insoluble en agua – por ejemplo una solución poli-L-láctida en diclorometano o una solución de poliamida-46 en piridina. Un procedimiento similar se conoce a través de las solicitudes WO-A1-01/09414 y DE-A1-103 55 665.

25 Por la solicitud DE-A1-196 00 162 se conoce un procedimiento para producir alambres para cortadoras de césped o tejidos textiles, donde poliamida, poliéster o polipropileno como polímero formador de fibras, un caucho de polietileno/polipropileno modificado de un anhídrido de ácido maleico, así como uno o varios estabilizadores de desarrollo, son colocados de forma conjunta, separados por fusión y mezclados unos con otros antes de que esta masa fundida sea electrohilada.

A través del electrohilado de masas fundidas de polímeros sólo pueden producirse fibras con diámetros mayores a 1 µm. Sin embargo, para una pluralidad de aplicaciones, como por ejemplo para aplicaciones de filtración, se requieren nano y/o mesofibras con un diámetro menor a 1 µm, las cuales a través de los procedimientos de electrohilado conocidos sólo pueden producirse utilizando soluciones de polímeros.

30 En efecto, estos procedimientos presentan la desventaja de que los polímeros a ser electrohilados deben primero ser colocados en una solución. Por tanto, para polímeros insolubles en agua, como la poliamida, poliolefina, poliéster, poliuretano y similares, deben emplearse solventes no acuosos – por lo general – solventes orgánicos – que generalmente son tóxicos, inflamables, irritantes, explosivos y/o corrosivos.

35 En el caso de polímeros solubles en agua, como el alcohol polivinílico, óxido de polietileno, pirrolidona polivinílica, hidroxipropilcelulosa y similares, ciertamente se puede prescindir del empleo de solventes no acuosos. No obstante, las fibras obtenidas de ese modo naturalmente son solubles en agua, por lo cual sus aplicaciones técnicas se encuentran restringidas en alto grado. Debido a ello, estas fibras, después del electrohilado, deben ser estabilizadas con respecto al agua a través de al menos un paso adicional de procesamiento, por ejemplo a través de una reticulación química, lo cual representa una inversión técnica considerable y un aumento de los costes de
 40 producción de las fibras.

45 Es objeto de la presente invención el evitar ésta y otras desventajas del estado del arte, y proporcionar un método para producir fibras de polímeros estables con respecto al agua, en particular nano y mesofibras, a través de un procedimiento de electrohilado, en el cual pueda prescindirse del uso de solventes no acuosos para la producción de una solución de polímeros, así como de un tratamiento posterior de las fibras electrohiladas para estabilizar las mismas con respecto al agua.

Las características principales de la invención se indican en la parte significativa de la reivindicación 1. En las reivindicaciones 2 a 11 se indican otras variantes.

Conforme a la invención, este objeto se alcanzará proporcionando un procedimiento en el cual una dispersión coloidal de al menos un polímero esencialmente insoluble en agua es electrohilada en un medio acuoso.

50 Dentro del marco de la presente invención, de forma llamativa, se descubrió que es posible obtener fibras con una elevada resistencia al agua si, en lugar de las masas fundidas o soluciones de polímeros utilizadas en las procedimientos de electrohilado conocidos, dispersiones coloidales de al menos un polímero esencialmente

5 insoluble en agua son electrohiladas en un medio acuoso. Llamó también la atención del experto el hecho de que a través del procedimiento conforme a la invención pueden ser producidas nano y mesofibras con un diámetro menor a 1 μm , lo cual, con los procedimientos conocidos hasta el momento, sólo podía lograrse al emplear soluciones de polímeros. De manera ventajosa en comparación con los procedimientos basados en el empleo de soluciones de polímeros insolubles en agua, en el procedimiento conforme a la invención se prescinde de la utilización de solventes no acuosos tóxicos, inflamables, irritantes, explosivos y/o corrosivos. Además, en comparación con los procedimientos conocidos, basados en el empleo de soluciones acuosas de polímeros insolubles en agua, se prescinde de un paso adicional de procesamiento posterior para la estabilización de las fibras con respecto al agua.

10 Conforme a la invención, en el procedimiento para producir fibras de polímeros, una dispersión coloidal de al menos un polímero esencialmente insoluble en agua es electrohilada en un medio acuoso, donde como polímeros esencialmente insolubles en agua, en el sentido de la presente invención, se comprenden en particular polímeros con una solubilidad en agua menor a 0,1 % en peso.

15 Una dispersión en el sentido de la presente invención, de forma acorde a los conocimientos teóricos básicos, denomina una mezcla de al menos dos fases que no pueden mezclarse una con otra, donde una de las dos fases es líquida. En función del estado de agregación de la segunda fase o de la fase adicional se clasifica entre aerosoles, emulsiones y suspensiones, donde la segunda fase o la fase adicional es gaseosa en el caso de los aerosoles, líquida en el caso de las emulsiones y sólida en el caso de las suspensiones. Las dispersiones de polímeros coloidales a ser utilizadas conforme a la invención se denominan también como látex en el lenguaje especializado.

20 En principio, las dispersiones de polímeros coloidales acordes a la invención pueden ser producidas a través de todos los procedimientos para este fin que son conocidos por el experto, donde especialmente a través del electrohilado de látex producido a través de la polimerización de la emulsión se obtienen resultados particularmente positivos.

25 De acuerdo con una forma de ejecución preferente de la presente invención, en el procedimiento conforme a la invención se emplea una dispersión acuosa coloidal seleccionada del grupo constituido por poli (p-xilileno), halogenuros de polivinilideno, poliésteres, poliéteres, polietilenos, polipropilenos, poli (etileno/propileno) (EPDM), poliolefinas, policarbonatos, poliuretanos, polímeros naturales, ácidos policarboxílicos, ácidos polisulfónicos, polisacáridos sulfatados, polilactidos, poliglicósidos, poliamidas, poli(alquilestiroles), policarilnitrilos, poli(acrilamidas, poliiimidias, polifenilenos, polisilanos, polisiloxanos, polibenzimidazoles, polibenzotiazoles, polioxazoles, polisulfidos, poliesteramidas, poliárilén-vinilenos, polietercetonas, poliuretanos, polisulfones, ormóceres, siliconas, copoliésteres
30 completamente aromáticos, poli(alquile)acrilatos, poli(alquile)metacrilatos, polihidroxietilmetacrilatos, tereftalato de polietileno, tereftalato de polibutileno, polimetacrilonitrilos, polivinilacetatos, poliisoprenos, neoprenos, buna N, polibutadienos, politetrafluoretileno, celulosas modificadas y no modificadas, homo y copolimerizados de α -olefinas. Todos los polímeros mencionados pueden ser utilizados en los látex a ser empleados conforme a la invención, respectivamente por separado o en cualquier combinación deseada de unos con otros y en la proporción de mezcla
35 deseada.

Se obtienen en particular buenos resultados a través de la utilización de homo o copolimerizados basados esencialmente en acrilatos, estiroles, vinilacetatos, viniléteres, butadienos, isoprenos, metacrilatos, alfa-metilestiroles, acrilamida, ácido vinilsulfónico, ésteres vinilsulfónicos, ésteres vinílicos, alcohol vinílico, acrilonitrilo, sulfonas vinílicas y/o halogenuros vinílicos.

40 Todos los polímeros arriba mencionados pueden ser empleados de forma reticulada o no reticulada, siempre que su solubilidad en agua sea menor a 0,1 % en peso.

45 Se obtienen resultados particularmente buenos con suspensiones de polímeros coloidales, donde el diámetro promedio de las partículas de al menos un polímero esencialmente insoluble en agua se ubica entre 1 nm y 1 μm . Por lo general, el diámetro promedio de las partículas de látex se ubica entre 0,03 μm y 2,5 μm , preferentemente entre 0,05 μm y 1,2 μm (determinado a través de ultracentrifugadora, según W. Scholtan y H. Lange en Kolloid-Z. und Polymere (Revista Coloide y Polímero) 250 (1972), pág. 782-796).

50 Siempre que el látex a ser utilizado conforme a la invención se encuentre basado en dos o más monómeros las partículas de látex pueden estar dispuestas de cualquier forma conocida por el experto. A modo de ejemplo se mencionan sólo partículas con estructura de gradientes, estructura de cubierta del núcleo, estructura tipo salame, estructura multinúcleo, estructura multicapa y la así llamada morfología tipo frambuesa, donde no obstante a esta estructura se le atribuye sólo una importancia secundaria.

El concepto de látex se comprende también como la mezcla de dos o más látex. La producción de la mezcla puede efectuarse a través de todos los procedimientos conocidos para ello, por ejemplo a través de la mezcla de dos látex en cualquier momento antes del hilado.

Conforme a otra forma de ejecución preferente de la presente invención, la dispersión coloidal, junto con al menos un polímero insoluble en agua, contiene adicionalmente al menos un polímero soluble en agua, donde dentro del sentido de la presente invención como polímero soluble en agua se comprende un polímero con una solubilidad en agua de por lo menos 0,1 % en peso.

5 El polímero soluble en agua puede consistir en un homopolímero, copolímero, polímero de bloque, copolímero de injerto, polímero estrella, polímero altamente ramificado, dendrímero o en una mezcla de dos o más de los tipos de polímeros mencionados. De acuerdo a lo observado empíricamente a través de la presente invención, el agregado de al menos un polímero soluble en agua no sólo acelera la formación de las fibras. Se mejora asimismo de forma considerable la calidad de las fibras obtenidas. Si las fibras producidas entran en contacto con agua el polímero soluble en agua desaparece sin conducir a una desintegración de las fibras.

10 En principio, a la dispersión coloidal de al menos un polímero esencialmente insoluble en agua en un medio acuoso se le pueden añadir todos los polímeros solubles en agua conocidos por el experto, donde en particular se logran muy buenos resultados al seleccionarlos del grupo constituido por óxidos de polietileno, hidroximetilcelulosas, hidroxietilcelulosas, hidroxipropilcelulosas, carboximetilcelulosas, ácidos maleicos, alginatos, colágenos, alcohol polivinílico, poli-N-vinilpirrolidona, combinaciones de éstos, copolímeros de éstos, copolímeros de injerto de éstos, polímeros estrella de éstos, polímeros altamente ramificados de éstos y dendrímeros de éstos.

15 La producción de la dispersión coloidal de al menos un polímero esencialmente insoluble en agua en un medio acuoso, conteniendo además al menos un polímero soluble en agua, conforme a otra forma de ejecución de la invención, puede efectuarse de cualquier modo conocido por el experto, por ejemplo a través de la polimerización de la emulsión.

20 Independientemente de la forma de ejecución, el contenido sólido de la dispersión coloidal a ser utilizada conforme a la invención, referido a la dispersión, asciende del 5 a 80 % en peso, preferentemente del 10 al 70 % en peso y de forma especialmente preferente del 10 al 65 % en peso.

25 En la otra forma de ejecución de la presente invención, la dispersión coloidal a ser utilizada en el procedimiento conforme a la invención, la cual comprende al menos un polímero insoluble en agua y al menos un polímero soluble en agua en un medio acuoso, con respecto al contenido sólido de la dispersión, contiene del 0 a 80 % en peso, preferentemente del 10 al 80 % en peso y de forma especialmente preferente del 17 al 70 % en peso de un polímero soluble en agua.

30 La dispersión coloidal a ser empleada conforme a la invención puede ser electrohilada a través de cualquier modo conocido por el experto, por ejemplo a través de la extrusión del látex a una presión reducida, mediante una cánula que se encuentra conectada al polo de una fuente de tensión, en un contraelectrodo que se encuentra dispuesto distanciado de la salida de la cánula. De forma preferente, la distancia entre la cánula y el contraelectrodo que actúa como colector, así como la tensión entre los electrodos, se regulan de modo tal, que entre los electrodos se conforma un campo eléctrico preferentemente de 0,5 a 2 kV/cm, de forma especialmente preferente de 0,75 a 1,5 kV/cm y de forma muy especialmente preferente de 0,8 a 1 kV/cm.

35 En particular se obtienen buenos resultados cuando el diámetro interno de la cánula es de 50 a 500 μm .

40 De acuerdo con el fin de aplicación de las fibras producidas, puede ser conveniente posteriormente combinarlas químicamente unas con otras o, por ejemplo, reticularlas unas con otras a través de un mediador químico. Gracias a ello puede por ejemplo mejorarse aún más la estabilidad de una de las láminas que forman las fibras, en particular con respecto a la resistencia al agua y a la temperatura.

A través del procedimiento conforme a la invención pueden obtenerse fibras, en particular nano y mesofibras.

Preferentemente, el diámetro de las fibras producidas conforme a la invención es de 10 nm a 50 μm , especialmente preferente de 50 nm a 2 μm y de forma muy especialmente preferente de 100 nm a 1 μm . La longitud de las fibras depende del uso previsto y, por lo general, es de 50 μm hasta varios kilómetros.

45 A través del procedimiento conforme a la invención no sólo pueden producirse fibras compactas, sino en particular también fibras huecas, en particular con un diámetro interno menor a 1 μm y, especialmente preferente, menor a 100 nm. Para producir fibras huecas de esta clase, la fibra producida a través del procedimiento conforme a la invención arriba mencionado puede ser revestida por ejemplo con una sustancia seleccionada del grupo constituido por compuestos polímeros y metales inorgánicos y, a continuación, el polímero insoluble en agua que se encuentra en el interior es desintegrado por ejemplo térmicamente químicamente, biológicamente, inducido por radiación, fotoquímicamente, a través de plasma, ultrasonido o extracción con un solvente. Los materiales adecuados para el revestimiento y para la descomposición del material interno de la fibra se describen por ejemplo en la solicitud DE-A1-101 33 393.

Otros objetos, características ventajas y posibilidades de aplicación de la invención resultan de la siguiente descripción de los ejemplos de ejecución y de los dibujos. Todas las características descritas y/o representadas a través de las ilustraciones conforman el objeto de la invención, en sí mismas o en la combinación deseada, independientemente de su resumen en las reivindicaciones o de su aplicación retroactiva.

5 Los dibujos muestran:

Fig. 1 una representación esquemática de un dispositivo apropiado para la ejecución del procedimiento de electrohilado conforme a la invención,

Fig. 2 estructuras diferentes de dos partículas que pueden utilizarse en los látex acordes a la invención, compuestas por dos polímeros diferentes,

10 Fig. 3 una vista de un microscopio electrónico de barrido de las fibras obtenidas en el ejemplo 1,

Fig. 4 una vista de un microscopio electrónico de barrido de las fibras obtenidas en el ejemplo 2,

Fig. 5 una vista de un microscopio electrónico de barrido de las fibras obtenidas en el ejemplo 3, y

Fig. 6 vistas de un microscopio electrónico de barrido de las fibras obtenidas en el ejemplo 4 antes (A) y después del tratamiento del agua (B, C).

15 El dispositivo para electrohilado representado en la figura 1, apropiado para ejecutar el procedimiento conforme a la invención, comprende una jeringa 3 que en su punta se encuentra provista de un boquilla capilar 2 que se encuentra conectada al polo de una fuente de tensión 1, donde dicha jeringa sirve para alojar la dispersión coloidal 4 conforme a la invención. Frente a la salida de la boquilla capilar 2, a una distancia de unos 20 cm, se encuentra dispuesto un contraelectrodo 5 cuadrático que se encuentra conectado al otro polo de la fuente de tensión 1, donde dicho
20 contraelectrodo actúa como colector par las fibras formadas.

Durante el funcionamiento del dispositivo se les regula a los electrodos 2, 5 una tensión de entre 18 kV y 35 kV y la dispersión coloidal 4 es transportada bajo una presión reducida a través de la boquilla capilar 2 de la jeringa 3. Debido a la carga electrostática producida a través del intenso campo eléctrico de 0,9 a 2 kV/cm del polímero
25 esencialmente insoluble en agua en la dispersión coloidal se produce un flujo de material orientado hacia el contraelectrodo 5, el cual se solidifica durante el recorrido hacia el contraelectrodo 5, produciéndose la formación de las fibras 6, a consecuencia de lo cual en el contraelectrodo 5 se separan fibras 7 con diámetros dentro del rango de los micrómetros y los nanómetros.

A través del dispositivo arriba mencionado, conforme a la invención, es electrohilada en un medio acuoso una
30 dispersión coloidal de al menos un polímero esencialmente insoluble en agua. Siempre que las partículas de polímeros utilizadas en la dispersión se compongan de dos o más polímeros insolubles en agua, dentro de las partículas éstas pueden estar dispuestas de cualquier forma conocida por el experto, por ejemplo en la estructura de gradientes representada en la figura 2 (fig. 2A), estructura de cubierta del núcleo (fig. 2B), estructura tipo salame (fig. 2C), estructura multinúcleo (fig. 2D), estructura multicapa (fig. 2E) o morfología tipo frambuesa (fig. 2F).

La determinación del contenido de sólidos dentro de la dispersión se efectúa gravimétricamente a través de un
35 Mettler Toledo HR73 Halogen Moisture Analyser (Analizador halógeno de humedad HR73 de Mettler Toledo), calentando aprox. 1 ml de la muestra durante 2 minutos a 200°C, secando la muestra hasta alcanzar un peso constante y pesándola a continuación.

El tamaño promedio de las partículas es el valor medio del peso d_{50} , determinado a través de una ultracentrifugadora
40 analítica (según W. Scholtan y H. Lange en *Kolloid-Z. und Polymere* (Revista Coloide y Polímero) 250 (1972), pág. 782-796).

El tamaño, es decir el diámetro y la longitud de las fibras, se determina a través de la evaluación de las vistas de un microscopio electrónico de barrido.

El látex utilizado en los siguientes ejemplos se compone de un poli(n-butilacrilato) parcialmente reticulado con un
45 contenido de sólido de aprox. 40 % en peso, referido al peso total de la dispersión pura. Como emulsionante se emplea un alquilsulfonato C15. El tamaño promedio de las partículas asciende a unos 90 nm.

Como polímero insoluble en agua se utiliza óxido de polietileno (POE), cuyo peso molecular asciende a 900.000 g/mol.

Ejemplo 1

(Fibras electrohiladas con poliacrilato y 11 % en peso de POE)

5 A través de la disolución de 0,41 g de poli(n-butilacrilato) en 1 ml de agua fue producida una dispersión coloidal conforme a la invención de al menos un polímero esencialmente insoluble en agua en un medio acuoso, conteniendo además un polímero soluble en agua conforme a la otra forma de ejecución de la presente invención.

La proporción de sólido de la dispersión, es decir, del látex de poli(n-butilacrilato) asciende por tanto a aproximadamente 40 % en peso. A esta mezcla se le agregaron 0,045 g de óxido de polietileno (POE).

10 La dispersión acuosa así producida fue electrohilada en el dispositivo representado en la figura 1. De este modo, la dispersión, a una temperatura de 20°C bajo una presión reducida, fue transportada a través de una jeringa 3 con una boquilla capilar 2 proporcionada en su punta, con un diámetro interno de 0,3 mm, con un desplazamiento de la muestra de 0,525 ml/h, donde la distancia de los electrodos 2, 5 ascendió a unos 20 cm y, entre los electrodos 2, 5 se aplicó una tensión de 18 kV.

En la figura 3 se representa una vista de un microscopio electrónico de barrido de las fibras obtenidas de este modo.

Ejemplo 2

15 (Fibras electrohiladas con poliacrilato y 20 % en peso de POE)

En este ejemplo, al látex de poli(n-butilacrilato) (0,41 g de poli(n-butilacrilato) disuelto en 1 ml de agua se le agregaron 0,084 g de óxido de polietileno. Esta dispersión coloidal fue electrohilada bajo las condiciones descritas en el ejemplo 1.

En la figura 4 se representa una vista de un microscopio electrónico de barrido de las fibras obtenidas de este modo.

20 Ejemplo 3

(Fibras electrohiladas con poliacrilato y 70 % en peso de POE)

25 Otra dispersión coloidal conforme a la invención con al menos un polímero esencialmente insoluble en agua y un polímero esencialmente soluble en agua fue producida a través de la disolución de 0,34 g de poli(n-butilacrilato) en 1 ml de agua. La proporción de sólidos del látex de poli(n-butilacrilato) asciende por tanto a aprox. el 35 % en peso. A esta mezcla se le agregaron 0,238 g de óxido de polietileno (POE).

También esta dispersión coloidal acuosa fue electrohilada bajo las condiciones descritas en el ejemplo 1. En la figura 5 se representan vistas de un microscopio electrónico de barrido de las fibras obtenidas de este modo.

Ejemplo 4

(Fibras electrohiladas con poliacrilato y 50 % en peso de POE)

30 Del mismo modo que en el ejemplo 1 fue producida y electrohilada una dispersión coloidal de látex de poli(n-butilacrilato) con una proporción de sólidos de 40 % en peso en agua, referido al contenido de sólidos, con 50 % en peso de óxido de polietileno como polímero insoluble en agua. A continuación, las fibras así obtenidas fueron incubadas en agua a 20°C.

35 En la figura 6 se representan vistas de un microscopio electrónico de barrido de las fibras obtenidas antes del tratamiento del agua y después de 30 minutos de tratamiento del agua. Tal como se observa a través de las vistas, las fibras electrohiladas no se disuelven en caso de una incubación en agua.

40 La presente invención no se restringe a las formas de ejecución anteriormente descritas, sino que puede ser aplicada de formas diversas. Se reconoce sin embargo que la presente invención hace referencia a un procedimiento para la producción de fibras de polímeros en particular de nano y mesofibras a través de un procedimiento de electrohilado, donde es electrohilada en un medio acuoso una dispersión coloidal de al menos un polímero esencialmente insoluble en agua que eventualmente contiene además al menos un polímero soluble en agua.

Lista de referencias

1 Fuente de tensión

2 Boquilla capilar

3 Jeringa

5 4 Dispersión coloidal

5 Contraelectrodo

6 Formación de fibras

7 Estera de fibras

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para producir fibras de polímeros, en particular nano y mesofibras, de acuerdo con un procedimiento de electrohilado, caracterizado porque una dispersión coloidal de al menos un polímero esencialmente insoluble en agua es electrohilada en un medio acuoso.
- 5 2. Procedimiento conforme a la reivindicación 1, caracterizado porque al menos un polímero esencialmente insoluble en agua presenta una solubilidad en el agua menor a 0,1 % en peso.
- 10 3. Procedimiento conforme a la reivindicación 1 ó 2, caracterizado porque al menos un polímero esencialmente insoluble en agua es seleccionado de los grupos constituidos por poli (p- xilileno), halogenuros de polivinilideno, poliésteres, poliéteres, polietilenos, polipropilenos, poli (etileno/propileno) (EPDM), poliolefinas, policarbonatos, poliuretanos, polímeros naturales, ácidos policarboxílicos, ácidos polisulfónicos, polisacáridos sulfatados, polilactidos, poliglicósidos, poliamidas, poli(alquíl)estiroles, policarilnitrilos, poli(acrilamidas, poliimididas, polifenilenos, polisilanos, polisiloxanos, polibenzimidazoles, polibenzotiazoles, polioxazoles, polisulfidos, poliesteramidas, poliarilén-vinilenos, polietercetonas, poliuretanos, polisulfones, ormóceres, siliconas, copoliésteres completamente aromáticos, poli(alquíl)acrilatos, poli(alquíl)metacrilatos, polihidroxietilmetacrilatos, tereftalato de polietileno, tereftalato de polibutileno, polimetacrilonitrilos, polivinilacetatos, poliisoprenos, neoprenos, buna N, polibutadienos, politetrafluoretileno, celulosas modificadas y no modificadas, homo y copolimerizados de alfa-olefinas, así como combinaciones de los mismos.
- 15 4. Procedimiento conforme a la reivindicación 3, caracterizado porque al menos un polímero esencialmente insoluble en agua es un homo o copolimerizado basado esencialmente en acrilatos, estiroles, vinilacetatos, viniléteres, butadienos, isoprenos, metacrilatos, alfa-metilestiroles, acrilamida, ácido vinilsulfónico, ésteres vinilsulfónicos, ésteres vinílicos, alcohol vinílico, acrilonitrilo, sulfonas vinílicas y/o halogenuros vinílicos.
- 20 5. Procedimiento conforme a una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque el diámetro promedio de las partículas de al menos un polímero esencialmente insoluble en agua se ubica entre 1 nm y 1 µm.
- 25 6. Procedimiento conforme a una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque la dispersión coloidal contiene un polímero soluble en agua con una solubilidad en agua de por lo menos 0,1 % en peso.
- 30 7. Procedimiento conforme a la reivindicación 6, caracterizado porque el polímero soluble en agua es seleccionado del grupo constituido por homopolímeros, copolímeros, copolímeros de injerto, polímeros estrella, polímeros altamente ramificados y dendrímeros.
- 35 8. Procedimiento conforme a la reivindicación 6 ó 7, caracterizado porque el polímero insoluble en agua es seleccionado del grupo constituido por óxidos de polietileno, hidroximetilcelulosas, hidroxietilcelulosas, hidroxipropilcelulosas, carboximetilcelulosas, ácidos maleicos, alginatos, colágenos, alcohol polivinílico, poli-N-vinilpirrolidona, combinaciones de éstos, copolímeros de éstos, copolímeros de injerto de éstos, polímeros estrella de éstos, polímeros altamente ramificados de éstos y dendrímeros de éstos.
9. Procedimiento conforme a una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque el contenido sólido de la dispersión coloidal, referido a la dispersión, asciende del 5 a 80 % en peso, preferentemente del 10 al 70 % en peso y de forma especialmente preferente del 10 al 65 % en peso.
- 40 10. Procedimiento conforme a una de las reivindicaciones 6 a 9, caracterizado porque la dispersión coloidal, con respecto al contenido sólido de la dispersión, contiene del 0 a 80 % en peso, preferentemente del 10 al 80 % en peso y de forma especialmente preferente del 17 al 70 % en peso de un polímero soluble en agua.
11. Procedimiento conforme a una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque las fibras obtenidas de acuerdo con el procedimiento de electrohilado son unidas o reticuladas químicamente unas con otras.

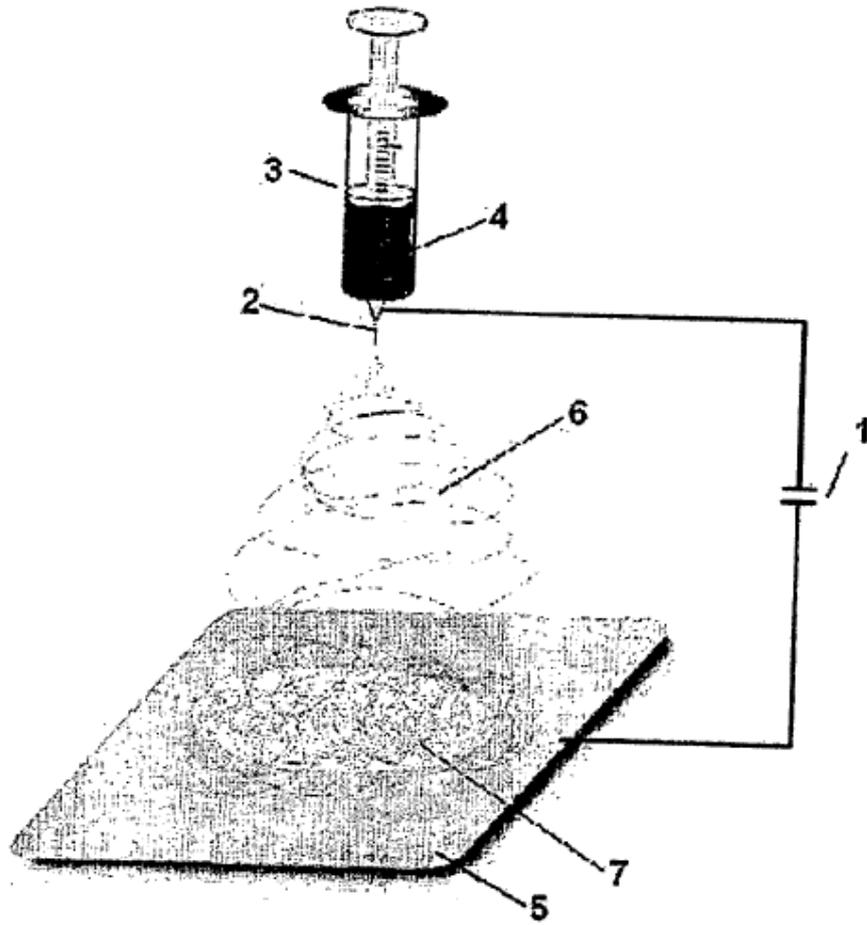


Fig. 1

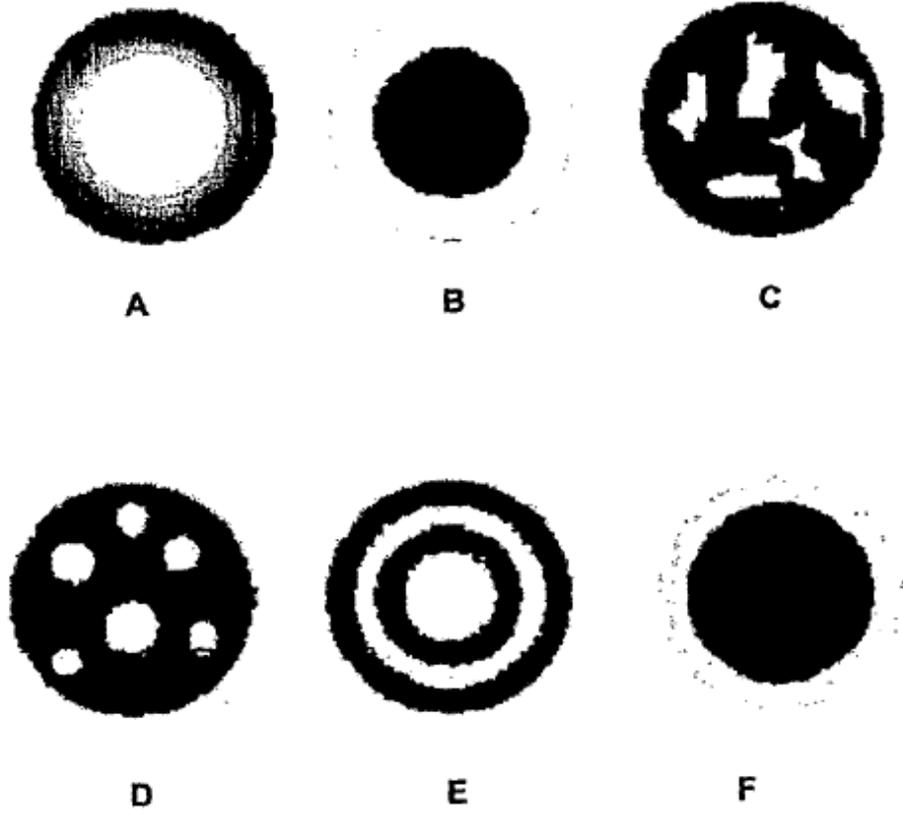


Fig. 2

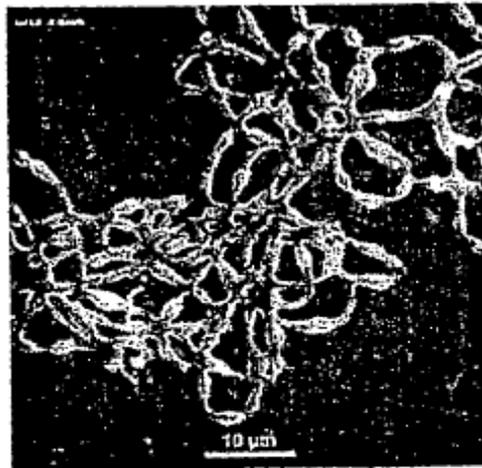


Fig. 3



Fig. 4

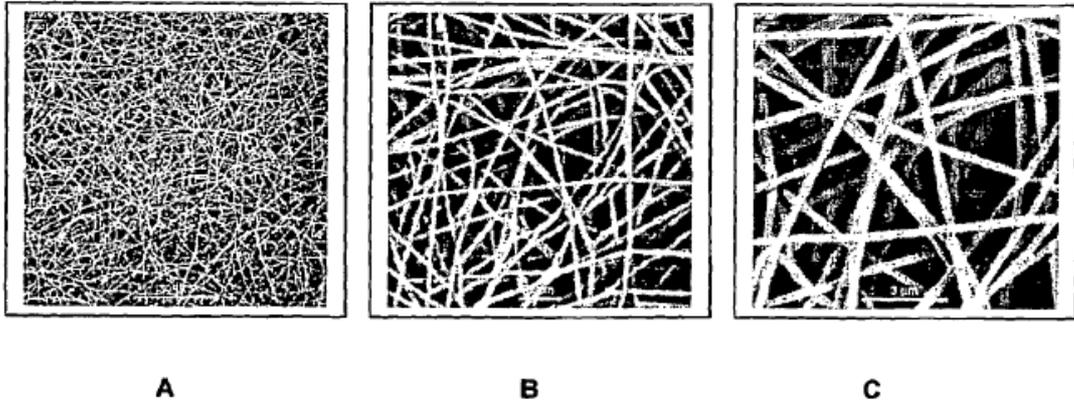


Fig. 5

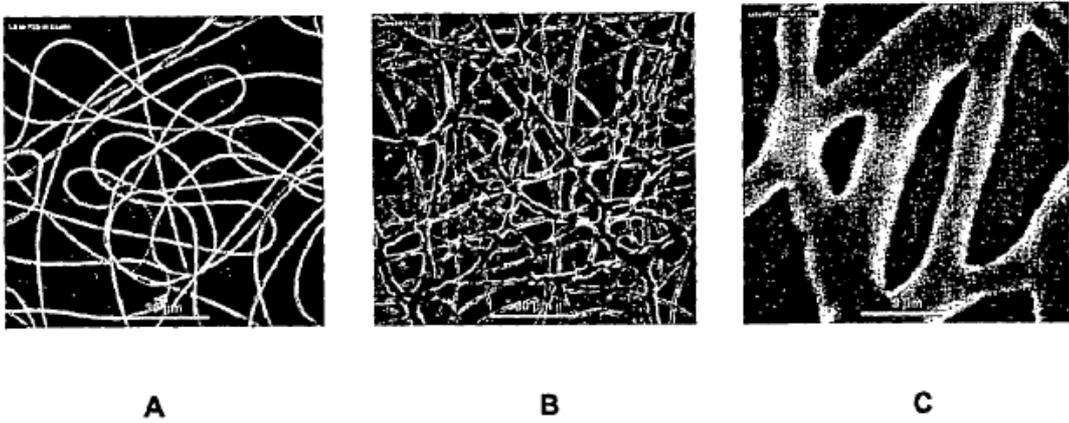


Fig. 6