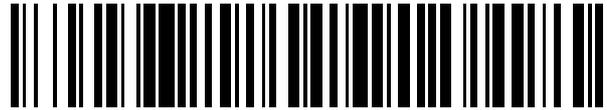


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 443 151**

51 Int. Cl.:

**D01F 2/28**

(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **20.07.2010 E 10757382 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **23.10.2013 EP 2470695**

54 Título: **Fibras de carboxietilcelulosa, su uso en apósitos y artículos de higiene y procedimiento para su preparación**

30 Prioridad:

**28.08.2009 AT 13572009**

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

**18.02.2014**

73 Titular/es:

**LENZING AG (100.0%)  
Werkstrasse 2  
4860 Lenzing, AT**

72 Inventor/es:

**KRAJCIK, RASTISLAV y  
RAHBARAN, SHAYDA**

74 Agente/Representante:

**PONTI SALES, Adelaida**

**ES 2 443 151 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

Fibras de carboxietilcelulosa, su uso en apósitos y artículos de higiene y procedimiento para su preparación

5 **[0001]** La presente invención se refiere a fibras de carboxietilcelulosa, a un procedimiento para su preparación así como a su uso para el cuidado de heridas, especialmente en apósitos, en otros productos para aplicaciones médicas como, por ejemplo, torundas, vendajes y similares, así como en artículos de higiene y, en todos estos usos, especialmente para la creación de la superficie de contacto con el cuerpo. A pesar de una capacidad de absorción extraordinariamente alta, los productos preparados a partir de las fibras según la invención no se adhieren a las  
10 heridas ni a la piel y presentan una cohesión en estado hinchado tan elevada, que especialmente los apósitos preparados a partir de dichas fibras pueden volver a retirarse en una pieza de la herida sin dañarla.

## Estado de la técnica

15 **[0002]** En principio, las fibras de celulosa son adecuadas para su aplicación para el cuidado de heridas y también en el área de la higiene, ya que la celulosa presenta una buena compatibilidad con la piel y también con las heridas. Además de las fibras de celulosa naturales, como el algodón, desde hace tiempo también pueden obtenerse comercialmente y son conocidas para estas áreas de aplicación las fibras celulósicas artificiales como viscosa, lyocell, cupro o fibras polinósicas. Según la definición de la BISFA, lyocell es una fibra hilada a partir de un  
20 disolvente orgánico. En los documentos US 4246221 y US 4196282, entre otros, se describen posibles procedimientos de preparación de las mismas. Los procedimientos de preparación de las restantes fibras celulósicas artificiales mencionadas se conocen desde hace mucho más tiempo.

25 **[0003]** El uso de materiales celulósicos absorbentes en aplicaciones médicas, por ejemplo, en apósitos, se conoce desde hace mucho tiempo, por ejemplo, del documento US 4203435.

**[0004]** El documento AT 363578 describe la preparación de fibras absorbentes a base de celulosa mediante el hilado de carboximetilcelulosa y otros derivados de celulosa en viscosa.

30 **[0005]** Igualmente se usan polisacáridos modificados químicamente como componentes absorbentes de apósitos y compresas, por ejemplo, según el documento EP 0092999, en forma de un hidrocoloide de carboximetilcelulosa dispersable en agua o, según el documento EP 0680344, en forma de fibras de celulosa que se carboximetilan después de su hilado a partir de una disolución de NMMO.

35 **[0006]** Sin embargo, los apósitos que contienen fibras de carboximetilcelulosa presentan la desventaja de que la derivatización de las fibras tiene lugar mediante el empleo de ácido monocloroacético, lo que conduce a una disminución de la resistencia de las fibras y, con ello, más tarde, a una insuficiente cohesión de la capa de gel hinchada por la absorción de líquido.

40 **[0007]** En el estado de la técnica se describen asimismo procedimientos para la preparación de carboxietilcelulosa. Así, por ejemplo, el documento US 20060137838 propone la preparación de carboxietilcelulosa a partir de celulosa de la misma manera que carboximetilcelulosa, mediante el uso de los correspondientes ácidos de cloroalquilo como reactivos. Este procedimiento se adecúa bien a la preparación de carboximetilcelulosa. Sin embargo, la preparación análoga de fibras de carboxietilcelulosa de esta manera no es económicamente posible.  
45 Mediante la reproducción de estas instrucciones no pudo obtenerse ningún rendimiento de importancia económica de fibras de carboxietilcelulosa. Las fibras no presentaron una capacidad de retención de agua significativamente mayor que las fibras de control sin derivatizar. Por lo tanto, se supone que las indicaciones respectivas a la preparación de carboxietilcelulosa son solo de tipo teórico y no están técnicamente comprobadas.

50 **[0008]** El documento US 5667637 da a conocer la preparación de carboxietilcelulosa a partir de celulosa con acrilamida para aplicaciones papeleras.

55 **[0009]** En la bibliografía se propone también frecuentemente el uso de carboxietilcelulosa para apósitos, pero solo en enumeraciones de distintas alternativas teóricamente posibles a la carboximetilcelulosa. No se exponen propiedades de relevancia práctica de tales carboxietilcelulosas ni se ofrecen ejemplos concretos de las mismas. Tampoco se encuentran indicaciones sobre la resistencia de dichas fibras.

## Objetivo

60 **[0010]** A la vista del estado de la técnica, el objetivo consistió en poner a disposición un material a base de celulosa alternativo para la absorción de líquidos y, especialmente, de líquidos corporales, por ejemplo, para uso en apósitos y otros productos para aplicaciones médicas o aplicaciones de higiene y, en ello, especialmente para la creación de la superficie de contacto con el cuerpo, así como un procedimiento para su preparación. Este material debe presentar en estado hinchado una cohesión mayor que los materiales conocidos hasta ahora que permiten, por

ejemplo, volver a retirar de la herida en una pieza un apósito preparado a partir de estos.

**Descripción de la invención**

5 **[0011]** Este objetivo pudo conseguirse mediante la puesta a disposición por primera vez de fibras de carboxietilcelulosa insolubles en agua que presentan una resistencia en estado acondicionado de al menos 15 cN/tex y una capacidad de retención de agua de al menos el 400%, mientras mantienen su forma fibrosa.

10 **[0012]** Las fibras de carboxietilcelulosa presentan preferentemente una capacidad de retención de agua de al menos el 600%, con preferencia especial de al menos el 800%.

15 **[0013]** La resistencia de estas fibras de caboxietilcelulosa en estado acondicionado es preferentemente de al menos 20 cN/tex. En principio, son posibles resistencias de hasta las de las fibras no derivatizadas, es decir, de hasta aproximadamente 40 cN/tex. Sorprendentemente, se encontró que las fibras de carboxietilcelulosa adecuadas para las áreas de aplicación mencionadas presentan propiedades mecánicas suficientes cuando se preparan por derivatización de fibras de lyocell, viscosa o modal. Estas propiedades mecánicas permiten, por ejemplo, que un apósito preparado con el uso de las fibras según la invención forme un gel transparente al ponerse en contacto con agua o con un líquido procedente de una herida, pero siga manteniendo una alta resistencia que le permita volver a despegarse de una herida sin dejar restos. Para los artículos de higiene también es de gran importancia que las fibras empleadas sigan presentando una cohesión mecánica suficiente después de producirse la absorción de líquidos corporales y el consiguiente hinchamiento para dar un gel.

25 **[0014]** Dado que, como ya se ha expuesto anteriormente, los procedimientos propuestos en el estado de la técnica para la preparación de fibras de carboxietilcelulosa no conducen a un éxito en la práctica, en un primer lugar existía la necesidad de desarrollar un procedimiento de preparación adecuado.

30 **[0015]** Por lo tanto, el objeto de la presente invención es también un procedimiento para la preparación de estas fibras de carboxietilcelulosa insolubles en agua, en el que se hacen reaccionar fibras celulósicas artificiales con acrilamida en una lejía alcalina fuerte, en que como fibras artificiales se emplean fibras de lyocell, viscosa o modal, las fibras vuelven a tratarse después de la reacción en una etapa posterior con una lejía alcalina y, al menos en una etapa del procedimiento, la disolución de reacción contiene del 1 al 75% en peso de etanol.

35 **[0016]** En principio, el título de las fibras empleadas puede elegirse libremente y queda determinado por la aplicación prevista. Sin embargo, para muchas aplicaciones se prefiere una estructura no demasiado gruesa en la superficie de cara al cuerpo. Por lo tanto, se prefiere un título de fibras individuales de 0,5 dtex a 6,0 dtex, con preferencia especial de 1,4 a 3,3 dtex. Las fibras con un título de fibras individuales inferior a 0,5 dtex no tienen relevancia práctica.

40 **[0017]** Las fibras celulósicas artificiales pueden emplearse en forma de fibras individuales cortadas, también denominadas fibras cortadas, filamentos, cables de fibras continuas, telas no tejidas, tejidos, géneros de punto y/u otras estructuras textiles planas.

45 **[0018]** La lejía alcalina preferida es sosa cáustica. Sin embargo puede emplearse cualquier lejía fuerte. La concentración de la lejía debe ser del 2-10%, aunque preferentemente del 4-6%. De manera sorprendente, se encontró que la disolución acuosa puede contener del 1 al 75% de etanol, preferentemente, del 15 al 30% de etanol.

50 **[0019]** La cantidad de acrilamida empleada se correlaciona estrechamente con el grado de sustitución. Por unidad de glucosa anhidra pueden emplearse de dos a diez moléculas de acrilamida en la reacción. Preferentemente se emplean de seis a diez moléculas de acrilamida por glucosa anhidra y con preferencia especial siete u ocho moléculas de acrilamida. La reacción se desarrolla durante 30-120 minutos, preferentemente durante 50-70 minutos, a una temperatura de 30-90°C, preferentemente a 40-60°C. Además, después de esta reacción, la temperatura de reacción puede elevarse hasta 90°C y el tratamiento puede proseguirse durante otros 30-120 minutos. Preferentemente, la elevación es de 10-40°C. Con preferencia especial, la temperatura se eleva a 60-80°C y se deja proseguir la reacción otros 50-70 minutos. Los valores así alcanzados para la capacidad de retención de agua en una disolución de NaCl al 0,9% alcanzan el 200-600%.

60 **[0020]** Sorprendentemente, estos valores aumentan de manera considerable mediante un tratamiento posterior de las fibras con una lejía alcalina al 3-10%, preferentemente con una lejía al 4-6%. Como lejía se usa preferentemente sosa cáustica, pero en principio es adecuada cualquier disolución de un hidróxido de metal alcalino. La disolución de lejía acuosa puede contener del 1 al 75% de etanol, preferentemente del 30 al 70%. Este tratamiento posterior dura 30-120 minutos, preferentemente 50-70 minutos, a una temperatura de 30-90°C, preferentemente a 60-80°C.

**[0021]** Si en la etapa de la reacción y/o del tratamiento posterior no se añade etanol, el producto final presenta

una capacidad de retención de agua considerablemente inferior que cuando se procede según la invención.

**[0022]** Después del tratamiento posterior, las fibras de carboxietilcelulosa (CEC) se lavan y se secan. Para el lavado se usa una mezcla de etanol, agua y un ácido débil. Preferentemente, se usa una disolución con el 20-80% de etanol, el 19-79% de agua y el 1-10% de un ácido débil, preferentemente con el 40-70% de etanol, el 29-59% de agua y el 1-10% de un ácido débil. Como ácido débil se usa preferentemente ácido cítrico o ácido acético. Por último, las fibras se lavan con una disolución de un éster de ácido graso en etanol, preferentemente con un éster de ácido graso de polioxietileno y sorbitano, por ejemplo Tween 20 al 1%, en etanol y a continuación se secan.

**[0023]** Las fibras finales tienen un pH de neutro a débilmente ácido (pH 5,5-7,5) y una capacidad de retención de agua del 400% hasta de más del 1.200% en una disolución de sal común al 0,9%.

**[0024]** Las fibras así preparadas pueden usarse principalmente para la preparación de productos para la absorción de líquidos y de líquidos corporales, por ejemplo, para su uso en productos para aplicaciones médicas o aplicaciones de higiene. Estas fibras pueden usarse también para productos para mantener las heridas húmedas, por ejemplo, con una disolución de sal común. En ello, el uso tiene lugar en la superficie de contacto que está de cara al cuerpo o en contacto con este. En el caso de apósitos, parches, vendajes, torundas y similares, esta superficie es normalmente la herida por tratar o cualquier otra llaga en el cuerpo. En el caso de artículos de higiene, por ejemplo, pañales o productos para incontinencia y artículos de higiene femenina, la superficie es una superficie de la piel o sitio del cuerpo correspondiente a la aplicación prevista. Solamente en los artículos de higiene se suele incluir además entre la piel y la capa de fibras una capa de PP o PES, denominada lámina superior. En ello, sorprendentemente, para una aplicación satisfactoria, ha resultado ser decisivo que las fibras de carboxietilcelulosa presenten una resistencia en estado acondicionado de al menos 15 cN/tex, preferentemente de al menos 20 cN/tex, y una capacidad de retención de agua de al menos el 400%. Según el estado de la técnica actual, solo es adecuado para ello el procedimiento según la invención descrito anteriormente.

**[0025]** Preferentemente, las fibras de carboxietilcelulosa pueden emplearse en forma de fibras individuales cortadas, también denominadas fibras cortadas, filamentos, cables de fibras continuas, telas no tejidas, tejidos, géneros de punto y/o otras estructuras textiles planas.

**[0026]** Para el uso en apósitos, pueden añadirse a las fibras de carboxietilcelulosa mismas o también a otra parte del apósito compuestos de Ag, Cu y Zn, quitosano, así como otros componentes antimicrobianos como aditivos.

#### **Ejemplos:**

**[0027]** A continuación, la invención se explicará por medio de ejemplos. Estos han de entenderse como posibles formas de realización de la invención. La invención no se limita de ningún modo al alcance de estos ejemplos.

**[0028]** Determinación de la capacidad de retención de agua (basada en la norma DIN 53814): la capacidad de retención de agua, como medida de la capacidad de absorción de las fibras según la invención, se define como la absorción de líquido por hinchamiento de una cantidad definida de fibras en porcentaje del peso seco y se determina de la manera siguiente: a 0,5 g de fibras colocadas en un recipiente de centrifugación se añade una disolución de sal común al 0,9% hasta que salga líquido por debajo. Después, el recipiente vuelve a llenarse con la disolución de sal común y se deja reposar durante dos horas. Los recipientes de centrifugación se centrifugan a continuación durante 20 minutos a 3.400 rpm (= 9.500 m/s<sup>2</sup>) y las fibras se pesan después en recipientes de pesada. Después, las fibras se secan durante 16-18 horas a 105°C y después de enfriarse se vuelven a pesar. La diferencia de las dos masas, multiplicada por 100 y dividida por el peso seco da como resultado la capacidad de retención de agua en porcentaje. Las fibras de CEC alcanzan valores de capacidad de retención de agua de al menos el 400%, preferentemente de al menos el 600% y con preferencia especial de al menos el 800% en una disolución de sal común al 0,9%.

#### **Ejemplo 1:**

**[0029]** Unas fibras de lyocell con un título de fibras individuales de 1,4 dtex se añaden a una disolución acuosa de NaOH al 5,6%. La disolución contiene además el 25% de etanol y 240 g/l de acrilamida. La mezcla se calienta a 50°C y se deja reaccionar durante 60 minutos. Después, la temperatura se eleva a 70°C y se deja proseguir la reacción otros 60 minutos. Después de la reacción, las fibras se prensan con un rodillo compresor hasta una humedad del 100%. Las fibras prensadas se tratan en una disolución acuosa de NaOH al 4% que contiene el 50% de etanol durante 60 minutos a 70°C. Después de este segundo tratamiento, las fibras vuelven a prensarse y se lavan con una disolución con el 55% de etanol, el 42% de agua y el 3% de ácido cítrico. Como última etapa de tratamiento, se lleva a cabo un lavado con Tween® 20 al 1% en etanol. Después, las fibras se secan. Las fibras así obtenidas tienen una capacidad de retención de agua del 900% en una disolución de NaCl al 0,9% y una resistencia en estado acondicionado de 22 cN/tex.

**Ejemplo 2 (ejemplo de comparación):**

5 **[0030]** Para mostrar claramente el efecto de la adición de etanol durante la reacción y la etapa de tratamiento posterior, en el experimento siguiente se omitió la adición de etanol. Todo lo demás se repitió sin cambios con respecto al ejemplo 1.

10 **[0031]** Unas fibras de lyocell con un título de fibras individuales de 1,4 dtex se añaden a una disolución acuosa de NaOH al 5,6%. La disolución contiene además 240 g/l de acrilamida. La mezcla se calienta a 50°C y se deja reaccionar durante 60 minutos. Después, la temperatura se eleva a 70°C y se deja proseguir la reacción otros 60 minutos. Después de la reacción, las fibras se prensan con un rodillo compresor hasta una humedad del 100%. Las fibras prensadas se tratan en una disolución acuosa de NaOH al 4% durante 60 minutos a 70°C. Después de este segundo tratamiento, las fibras vuelven a prensarse y se lavan con una disolución con el 55% de etanol, el 42% de agua y el 3% de ácido cítrico. Como última etapa de tratamiento, se lleva a cabo un lavado con Tween® 20 al 1% en etanol. Después, las fibras se secan. Las fibras así obtenidas tienen una capacidad de retención de agua del 300% en una disolución de NaCl al 0,9%. Dado que las fibras así obtenidas estaban constantemente adheridas entre sí, no pudo determinarse la resistencia de las fibras individuales.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Fibras de carboxietilcelulosa insolubles en agua para la absorción de líquidos y especialmente de líquidos corporales, por ejemplo, para uso en apósitos y otros productos para aplicaciones médicas o aplicaciones de higiene y, en ello, especialmente para la creación de la superficie de contacto con el cuerpo, **caracterizadas porque** presentan una resistencia en estado acondicionado de al menos 15 cN/tex y una capacidad de retención de agua de al menos el 400%, mientras mantienen su forma fibrosa.
- 10 2. Fibras de carboxietilcelulosa según la reivindicación 1, en que las fibras de carboxietilcelulosa presentan preferentemente una capacidad de retención de agua de al menos el 600%, con preferencia especial de al menos el 800%.
- 15 3. Fibras de carboxietilcelulosa según la reivindicación 1, en que las fibras de carboxietilcelulosa presentan una resistencia en estado acondicionado de al menos 20 cN/tex.
4. Fibras de carboxietilcelulosa según una de las reivindicaciones anteriormente mencionadas, preparadas por derivatización de fibras de lyocell, viscosa o modal.
- 20 5. Procedimiento para la preparación de fibras de carboxietilcelulosa insolubles en agua según la reivindicación 1, **caracterizado porque** se hacen reaccionar fibras celulósicas artificiales con acrilamida en una lejía fuerte, en que como fibras celulósicas artificiales se emplean fibras de lyocell, viscosa o modal, las fibras vuelven a tratarse después de la reacción en una etapa posterior con una lejía alcalina y, al menos en una etapa del procedimiento, la disolución de reacción contiene del 1 al 75% en peso de etanol.
- 25 6. Procedimiento según la reivindicación 5, en que las fibras se lavan en una etapa de lavado posterior con una mezcla de etanol, agua y un ácido débil.
- 30 7. Procedimiento según las reivindicaciones 5 a 6, en que las fibras celulósicas artificiales se emplean en forma de fibras individuales, cables de fibras continuas, telas no tejidas, superficies textiles u otros productos textiles acabados.
- 35 8. Uso de fibras de carboxietilcelulosa insolubles en agua para la preparación de productos para la absorción de líquidos y de líquidos corporales, por ejemplo, para uso en productos para aplicaciones médicas o aplicaciones de higiene, **caracterizado porque** las fibras de carboxietilcelulosa presentan una resistencia en estado acondicionado de al menos 15 cN/tex y una capacidad de retención de agua de al menos el 400%.
- 40 9. Uso según la reivindicación 8, en que las fibras de carboxietilcelulosa se emplean en forma de fibras individuales cortadas, filamentos, cables de fibras continuas, telas no tejidas, tejidos, géneros de punto y/o otras estructuras textiles planas.
- 45 10. Uso según la reivindicación 8, en que las fibras de carboxietilcelulosa se preparan según el procedimiento según las reivindicaciones 5 a 9.
11. Uso según la reivindicación 8 en la superficie de contacto con el cuerpo.