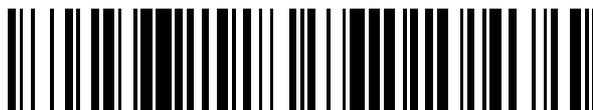


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 466 369**

51 Int. Cl.:

C08L 1/14 (2006.01)

C08L 1/12 (2006.01)

D01F 2/28 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **26.10.2009 E 09823535 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **26.03.2014 EP 2343337**

54 Título: **Composición termoplástica de éster de celulosa y fibras hechas de la misma**

30 Prioridad:

29.10.2008 JP 2008278137

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

10.06.2014

73 Titular/es:

**TORAY INDUSTRIES, INC. (100.0%)
1-1, Nihonbashi-Muromachi 2-chome Chuo-ku
Tokyo, 103-8666, JP**

72 Inventor/es:

**YAMADA, HIROYUKI y
ARANISHI, YOSHITAKA**

74 Agente/Representante:

UNGRÍA LÓPEZ, Javier

ES 2 466 369 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

Composición termoplástica de éster de celulosa y fibras hechas de la misma

5 Campo técnico

La presente invención se refiere a fibras hechas de una composición termoplástica de éster de celulosa capaz de mantener excelentes propiedades mecánicas, incluso tras el tratamiento de teñido a alta temperatura, y especialmente adecuada para formar fibras, productos textiles tricotados y productos textiles tejidos mezclados con fibras de poliéster, y también se refiere a una estructura fibrosa que contiene dichas fibras.

Antecedentes de la técnica

Las fibras de éster de celulosa hechas de un acetato de celulosa, acetato propionato de celulosa, etc. tienen excelentes características de las que carecen las fibras sintéticas tales como las fibras de poliéster y las fibras de poliamida. Es decir, las fibras de éster de celulosa tienen muchas propiedades, tales como brillo excelente, tono intenso de color, capacidad de revelado del color, tacto seco y capacidad de absorción/liberación de la humedad como fibras de ropa y, por lo tanto, se han usado sobre todo para confeccionar prendas de vestir de alta calidad.

En los últimos años, las necesidades de los consumidores en el campo de la confección están orientadas a la diversificación y al aumento de la calidad, y en este sentido, se están realizando estudios para usar las características tanto de las fibras de éster de celulosa como de las fibras sintéticas, tales como fibras de tereftalato de polietileno, para proporcionar fibras de un mayor valor añadido que tengan las características excelentes de ambos tipos de fibras.

Dichas fibras de alto valor añadido propuestas incluyen nuevas fibras de éster de celulosa obtenidas mediante hilatura por fusión (véanse los documentos de patente 1 a 3). En particular, el documento de patente 1 propone fibras de acetato propionato de celulosa que son excelentes en cuanto a la capacidad de revelado del color y el secado rápido, y los documentos 2 y 3 proponen fibras de ésteres mixtos de ácido graso de celulosa con excelentes propiedades mecánicas. Sin embargo, estas fibras de éster de celulosa propuestas tienen el problema de que no se pueden teñir junto con las fibras de tereftalato de polietileno (PET), etc. en el mismo baño, ya que si se tiñen a una temperatura elevada de 120 °C, se reduce la resistencia de la fibra en tan gran medida que ya no pueden resistir su uso en la práctica. Por lo tanto, dado que es difícil mezclar las fibras de ésteres mixtos de ácido graso de celulosa, y las fibras de PET o similares para la obtención de un material compuesto para confeccionar prendas de vestir, en su mayoría, se usan solas, limitándose la ampliación de sus aplicaciones. A modo de referencia, en los ejemplos del documento de patente 1, la temperatura de teñido de las fibras de ésteres mixtos de ácido graso de celulosa (acetato propionato de celulosa) fue de 90 °C, y la temperatura de teñido del PET (ejemplo comparativo) fue de 130 °C, lo que indica la dificultad de teñir ambos tipos de fibras en el mismo baño.

Además, otro documento (véase el documento de patente 4) propone un artículo moldeado obtenido mediante la mezcla de dos ésteres de celulosa de diferente grado de sustitución. Sin embargo, esta propuesta no sugiere en absoluto las características de la presente invención sobre la posibilidad de obtener una composición termoplástica de éster de celulosa adecuada para la hilatura por fusión mediante la adición de un plastificante que cumpla un cierto requisito y un acetato de celulosa, y sobre que las fibras obtenidas tengan mejores propiedades mecánicas tras el tratamiento de teñido a alta temperatura.

Documentos de la técnica anterior

Documentos de patente

[Documento de patente 1] JP 2004-169242 A
 [Documento de patente 2] JP 2004-27378 A
 Documento de patente 3] JP 2004-182979 A
 [Documento de patente 4] JP 2007-277582 A

Sumario de la invención

Problema por resolver mediante la invención

El objeto de la presente invención consiste en resolver el problema convencional anteriormente mencionado, proporcionando fibras hechas de una composición termoplástica de éster de celulosa capaz de mantener excelentes propiedades mecánicas incluso después del tratamiento de teñido a alta temperatura, tal como a una temperatura de 120 °C, y especialmente adecuada para formar fibras, productos textiles tricotados y productos textiles tejidos mezclados con fibras de poliéster, y también proporciona una estructura fibrosa hecha de las fibras.

Medios para resolver el problema

Los inventores realizaron un estudio intensivo para resolver el problema anteriormente mencionado y, como resultado de ello, obtuvieron fibras capaces de mantener excelentes propiedades mecánicas incluso después del
5 tratamiento de teñido a alta temperatura mediante la formación de fibras a partir de una composición termoplástica obtenida mediante la adición de un acetato de celulosa específico a éster mixto de ácido graso de celulosa, y un plastificante. De este modo, se completa la presente invención.

Se describe, aunque sin formar parte de la presente invención, una composición termoplástica de éster de celulosa
10 que comprende al menos del 70 al 95 % en peso de un éster mixto de ácido graso de celulosa con un grado de medio sustitución de 2,4 a 2,8, del 5 al 25 % en peso de plastificante y del 1 al 10 % en peso de un acetato de celulosa con un grado medio de sustitución de 2,3 a 2,6.

Además, se describe que el éster mixto de ácido graso de celulosa anteriormente mencionado es un acetato
15 propionato de celulosa.

Por lo tanto, la presente invención tiene la siguiente configuración. La primera versión de la presente invención es
20 fibras formadas por una composición termoplástica de éster de celulosa que contiene al menos del 70 al 95 % en peso de un éster mixto de ácido graso de celulosa con un grado medio de sustitución de 2,4 a 2,8, del 2 al 25 % en peso de un plastificante y del 1 al 10 % en peso de un acetato de celulosa con un grado medio de sustitución de 2,3 a 2,6, donde el contenido total de los componentes de la composición termoplástica de éster de celulosa que contiene el éster mixto de ácido graso de celulosa, el plastificante y el acetato de celulosa asciende al 100 %,

La segunda versión de la presente invención es una estructura fibrosa que contiene al menos parcialmente fibras
25 formadas por la composición termoplástica de éster de celulosa anteriormente mencionada.

Efecto de la invención

Las fibras de la presente invención hechas de la composición termoplástica de éster de celulosa tienen buenas
30 propiedades mecánicas capaces de resistir su uso en la práctica incluso después del tratamiento de teñido a alta temperatura y se pueden usar adecuadamente como fibras para confeccionar prendas de vestir. Dado que las fibras hechas de la composición termoplástica de éster de celulosa de la presente invención pueden mantener excelentes propiedades mecánicas, incluso después del tratamiento de teñido a alta temperatura realizado a una temperatura de 120 °C, son adecuadas para la formación de fibras, productos textiles tricotados y productos textiles tejidos
35 mezclados con fibras de poliéster para ser sometidos a un tratamiento de teñido a alta temperatura.

Modos para llevar a cabo la invención

Las fibras hechas de la composición termoplástica de éster de celulosa de la presente invención se explican a
40 continuación en detalle.

Es importante que la composición termoplástica de éster de celulosa contenida en las fibras de la invención
45 contenga al menos del 70 al 95 % en peso de un éster mixto de ácido graso de celulosa con un grado medio de sustitución de 2,4 a 2,8, del 5 al 25 % en peso de un plastificante y del 1 al 10 % en peso de un acetato de celulosa con un grado medio de sustitución de 2,3 a 2,6.

El éster mixto de ácido graso de celulosa usado en la presente invención se refiere a una celulosa, en la que tres
50 grupos hidroxilo existentes en cada unidad de glucosa están protegidos por dos o más grupos acilo. En vista de la miscibilidad con el plastificante añadido y el acetato de celulosa como otro componente, la termoplaticidad, la eficacia de la operación de fabricación de las fibras, el coste, etc., los ejemplos del éster mixto de ácido graso de celulosa incluyen un acetato propionato de celulosa, acetato butirato de celulosa, acetato propionato butirato de celulosa, acetato hexanoato de celulosa, acetato octanoato de celulosa, acetato decanoato de celulosa, etc. Entre ellos, se puede usar preferentemente un acetato propionato de celulosa.

El grado medio de sustitución del éster mixto de ácido graso de celulosa usado en la presente invención es de 2,4 a
55 2,8. Si el grado medio de sustitución se mantiene en un intervalo de 2,4 a 2,8, la termoplaticidad del éster mixto de ácido graso de celulosa se vuelve buena, y el éster mixto de ácido graso de celulosa se puede formar de manera estable en fibras mediante un método de hilatura por fusión. Además, en este caso, también es excelente en la miscibilidad con el acetato de celulosa y la buena capacidad de amasado, así como la eficacia de operación de
60 fabricación de fibras. Es más preferido que el grado medio de sustitución del éster mixto de ácido graso de celulosa sea de 2,5 a 2,7. Entretanto, el grado medio de sustitución se refiere al número de los grupos hidroxilo a los que los grupos acilo están ligados químicamente, entre los tres grupos hidroxilo existentes en cada unidad de glucosa de la celulosa. El grado medio de sustitución máximo es de 3,0.

El contenido del éster mixto de ácido graso de celulosa en la composición termoplástica de éster de celulosa de la
65 presente invención es del 70 al 95 % en peso. Si el contenido de éster mixto de ácido graso de celulosa es inferior al

70 % en peso, las características tales como la higroscopicidad y la capacidad de revelado del color del éster mixto de ácido graso de celulosa se deterioran. Si el contenido es superior al 95 % en peso, la fluidez térmica se convierte en baja, dificultando la hilatura por fusión.

5 En vista de las propiedades mecánicas de las fibras, la eficacia de la operación de fabricación de las fibras y la resistencia a la descomposición térmica del polímero, es preferible que el peso molecular medio en peso del éster mixto de ácido graso de celulosa en la composición termoplástica de éster de celulosa de la presente invención sea de 50.000 a 300.000. Un intervalo más preferido es de 80.000 a 270.000, y un intervalo incluso más preferido es de 100.000 a 250.000.

10 La composición termoplástica de éster de celulosa usada en la presente invención contiene un acetato de celulosa en un intervalo del 1 al 10 % en peso. El efecto de la presente invención se puede mostrar mediante el uso de un acetato de celulosa que cumpla un requisito específico. Si las fibras hechas de una composición, cuyo ingrediente principal es un éster de ácido graso de celulosa que no contiene un acetato, se someten a un tratamiento de teñido a alta temperatura, la estructura fibrosa se sistematiza notablemente en la reducción de las propiedades mecánicas tras el tratamiento de teñido a alta temperatura.

20 Por otro lado, las fibras hechas de la composición termoplástica de éster de celulosa que contiene el acetato de celulosa de la presente invención tienen buenas propiedades mecánicas incluso después del tratamiento de teñido a alta temperatura. En comparación con la viscosidad de fusión del éster mixto de ácido graso de celulosa existente como componente principal de la composición termoplástica de éster de celulosa de la presente invención, la viscosidad de fusión del acetato de celulosa muestra un valor muy alto. Por consiguiente, en el caso donde las fibras se forman mediante hilatura por fusión, el comportamiento de deformación por adelgazamiento de los filamentos de una composición que contiene un acetato de celulosa se lleva a cabo en el lado de aguas arriba de la línea de hilatura, en comparación con el comportamiento de deformación por adelgazamiento de los filamentos de una composición que no contiene un acetato de celulosa. Por consiguiente, en la región donde la deformación por adelgazamiento del éster mixto de ácido graso de celulosa no tiene lugar si no hay acetato de celulosa, la deformación por adelgazamiento del éster mixto de ácido graso de celulosa se ve obligada a producirse si hay un acetato de celulosa. Como resultado de ello, se reduce la tensión de hilatura de las fibras formadas a partir de la composición termoplástica de éster de celulosa que contiene un acetato de celulosa, y las fibras obtenidas se inhiben en la orientación molecular del éster mixto de ácido graso de celulosa. Entretanto, en las fibras hechas de una composición termoplástica de éster de celulosa que contiene un acetato, el acetato de celulosa se dispersa finamente en las fibras en el orden de los nm. Si las fibras son sometidas a un tratamiento de teñido a alta temperatura, el acetato de celulosa inhibe el ordenamiento de la estructura fibrosa del éster mixto de ácido graso de celulosa existente como componente principal, y por lo tanto, como resultado de ello, se pueden mantener buenas propiedades mecánicas incluso después de un tratamiento de teñido a alta temperatura.

30 La composición termoplástica de éster de celulosa usada en la presente invención contiene un acetato de celulosa en un intervalo del 1 al 10 % en peso. Si el contenido del acetato de celulosa es inferior al 1 % en peso, el efecto de mantener las propiedades mecánicas después del tratamiento de teñido a alta temperatura en el estado de las fibras es bajo. Si el contenido es superior al 10 % en peso, la eficacia de operación de fabricación de las fibras en el momento de formación de las fibras es insuficiente para dificultar la hilatura por fusión y reducir las propiedades mecánicas. Es más preferido que el contenido del acetato de celulosa en la composición termoplástica de éster de celulosa sea del 2 al 9 % en peso, siendo incluso más preferido el intervalo del 3 al 8 % en peso.

45 El grado medio de sustitución del acetato de celulosa usado en la presente invención es de 2,3 a 2,6. En caso de que el grado medio de sustitución del acetato de celulosa se encuentre en el intervalo anteriormente mencionado, se puede inhibir la disminución de las propiedades mecánicas después del tratamiento de teñido a alta temperatura. Además, la miscibilidad con el éster mixto de ácido graso de celulosa se vuelve buena, y el acetato de celulosa se dispersa finamente en el éster mixto de ácido graso de celulosa. Por lo tanto, incluso si las fibras se forman mediante hilatura por fusión, la eficacia de operación de la fabricación de las fibras no disminuye. El grado medio de sustitución se refiere al número de grupos hidroxilo a los que los grupos acilo están unidos químicamente, entre los tres grupos hidroxilo existentes por cada unidad de glucosa de la celulosa como se ha descrito anteriormente, siendo el grado medio de sustitución máximo de 3,0.

55 Es preferible que el grado medio de polimerización del acetato de celulosa usado en la presente invención sea de 100 a 200. En caso de que el grado medio de polimerización de la celulosa de etilo se encuentre en el intervalo anteriormente mencionado, si se calienta y se funde la composición termoplástica de éster de celulosa, la fluidez térmica del acetato de celulosa contenido en la composición se mejora, y la capacidad de deformación en el momento de la formación de las fibras se vuelve suficiente. Por consiguiente, la eficacia de la operación de fabricación de las fibras se estabiliza, a menudo, sin causar la rotura del hilo y, además, dado que el acetato de celulosa se dispersa finamente en las fibras en el orden de los nm, las propiedades mecánicas del hilo hilado y del hilo después del tratamiento de teñido a alta temperatura también se vuelven buenas. Es más preferido que el grado medio de polimerización del acetato de celulosa sea de 120 a 180.

65

El contenido de plastificante en la composición termoplástica de éster de celulosa usada en la presente invención es del 5,0 al 25,0 % en peso. Si el contenido de plastificante es del 5,0 % en peso o superior, se puede reducir la viscosidad de fusión de la composición, y la eficacia de la operación de fabricación de fibras de la hilatura por fusión se vuelve buena. Además, si el contenido de plastificante es del 25,0 % en peso o inferior, las fibras obtenidas

5 mantienen las propiedades como el éster mixto de ácido graso de celulosa, y se puede mejorar la para someterse sin problemas a las etapas posteriores in reducir las propiedades mecánicas de las fibras. Es más preferido que el contenido de plastificante sea del 8,0 al 22,0 % en peso, siendo un intervalo más preferido del 10,0 al 20,0 % en peso.

10 Los ejemplos del plastificante contenido en la composición termoplástica de éster de celulosa de la presente invención incluyen compuestos a base de polialquilenglicol, compuestos a base de glicerol, compuestos a base de caprolactona, compuestos de éster de ácido ftálico, ésteres de ácidos dibásicos alifáticos, compuestos a base de poliéster, compuestos a base de epoxi, compuestos a base de éster de ácido fosfórico y compuestos a base de éster de ácido trimelítico. Se puede usar cualquiera de ellos solo, o se pueden usar dos o más de ellos juntos.

15 Especialmente, los compuestos a base de polialquilenglicol, los compuestos a base de glicerol, los compuestos a base de caprolactona, los compuestos de éster de ácido ftálico y los ésteres de ácidos dibásicos alifáticos se pueden usar más preferentemente, porque son buenos en cuanto a su compatibilidad con el éster mixto de ácido graso de celulosa y el acetato de celulosa como los componentes de la composición termoplástica de éster de celulosa de la presente invención y se puede presentar notablemente un efecto de termoplastificación para permitir la hilatura por fusión. Entre ellos, se puede preferir especialmente el uso de un compuesto a base de polialquilenglicol que se pueda disolver usando agua o similar en las etapas posteriores y no produzca humo ni similares en el momento de la hilatura por fusión

20 Los ejemplos particulares de los compuestos a base de polialquilenglicol incluyen polietilenglicol, polipropilenglicol y polibutilenglicol, preferentemente de un peso molecular medio en peso de 200 a 4.000. Se puede usar cualquiera de ellos solo, o también se pueden usar dos o más de ellos.

Es preferible que la composición termoplástica de éster de celulosa usada en la presente invención contenga un antioxidante a base de fosfito, y como antioxidante a base de fosfito, se prefiere especialmente un compuesto a base de pentaeritritol. En caso de que la composición termoplástica de éster de celulosa contenga un antioxidante a base de fosfito, el efecto de impedir la descomposición térmica del éster mixto de ácido graso de celulosa es muy notable en un intervalo de temperaturas de la hilatura altas y en una región de descarga baja, para inhibir el deterioro de las propiedades mecánicas de las fibras y para mejorar el tono de color de las fibras obtenidas. Se prefiere que la cantidad añadida de antioxidante a base de fosfito sea del 0,005 % en peso al 0,500 % en peso en base al peso de la composición termoplástica de éster de celulosa.

30 Además, es necesario que la composición termoplástica de éster de celulosa usada en la presente invención tenga fluidez térmica adecuada para permitir la hilatura por fusión estable. La velocidad de cizalla en la unidad de hilatura es tan baja como de 30 s^{-1} o inferior, y para permitir la hilatura por fusión estable, se prefiere que la viscosidad en estado fundido a una temperatura de $260 \text{ }^\circ\text{C}$ y a una velocidad de cizalla de 24 s^{-1} esté en un intervalo de 50 a 500 Pa.s. Un intervalo más preferido es 100 a 450 Pa.s. La viscosidad en estado fundido a una temperatura de $260 \text{ }^\circ\text{C}$ y a una velocidad de cizalla de 24 s^{-1} se obtiene usando un reómetro capilar, y se describirá en detalle en los ejemplos descritos más adelante.

45 La composición termoplástica de éster de celulosa usada en la presente invención puede contener partículas inorgánicas finas y compuestos orgánicos como agente de mateado, desodorante, retardador de llama, agente de disminución de la fricción del hilo, agente de prevención de la coloración, pigmento de color, tinte, agente de control de la electrificación, agente antimicrobiano, absorbente de luz ultravioleta, absorbente de luz infrarroja, agente de nucleación cristalina, agente blanqueante fluorescente, etc. en una medida tal que las propiedades de la composición termoplástica de éster de celulosa no se vean afectadas.

A continuación, se explican las fibras de la presente invención hechas de la composición termoplástica de éster de celulosa.

55 Las fibras de la presente invención hechas de la composición termoplástica de éster de celulosa contienen al menos del 70 al 95 % en peso de un éster mixto de ácido graso de celulosa con un grado medio de sustitución de 2,4 a 2,8, del 5 al 25 % en peso de un plastificante y del 1 al 10 % en peso de un acetato de celulosa con un grado medio de sustitución de 2,3 a 2,6. Los datos del éster mixto de ácido graso de celulosa, plastificante y acetato de celulosa que constituyen las fibras hechas de la composición termoplástica de éster de celulosa de la presente invención son los mismos que se han descrito anteriormente para la composición termoplástica de éster de celulosa.

65 Las fibras de la presente invención hechas de la composición termoplástica de éster de celulosa, que tienen la composición anteriormente mencionada, pueden mantener excelentes propiedades mecánicas incluso después del tratamiento de teñido a alta temperatura. Las fibras hechas de un éster mixto de ácido graso de celulosa convencional, tal como un acetato propionato de celulosa, por lo general, se tiñen a temperatura inferior a $100 \text{ }^\circ\text{C}$ para inhibir la disminución de las propiedades mecánicas como se puede ver, por ejemplo, en el documento JP

2004-169242 A. Por consiguiente, el tratamiento de teñido de fibras de poliéster y similares a alta temperatura es difícil, y si se someten a un tratamiento de teñido a alta temperatura, sus propiedades mecánicas se reducen en gran medida y, por lo tanto, ya no pueden soportar un uso práctico. Sin embargo, aún sometiendo las fibras hechas de la composición termoplástica de éster de celulosa de la presente invención al tratamiento de teñido a alta temperatura, es posible inhibir la disminución de las propiedades mecánicas de las fibras. De acuerdo con ello, como una gran característica, se pueden usar mezclas con las fibras hechas de un poliéster tal como tereftalato de polietileno.

Es preferible que las fibras hechas de la composición termoplástica de éster de celulosa después del tratamiento de teñido a alta temperatura tengan una resistencia de 0,5 cN/dtex o superior, y un alargamiento del 5 % o superior. En caso de que las fibras cumplan los valores anteriormente mencionados de fuerza y alargamiento, cuando las fibras estén gastadas o usadas, pueden soportar el uso práctico lo suficiente, sin producirse la disminución del nivel de calidad de los productos ni la disminución de la durabilidad en el uso práctico. Se prefiere que la resistencia después del tratamiento de teñido a alta temperatura sea más elevada. Se prefiere más un valor de 0,6 cN/dtex o superior, prefiriéndose más un valor de 0,7 cN/dtex o superior. Por otra parte, se prefiere más que el alargamiento sea del 10 % o superior, prefiriéndose más que sea del 15 % o superior. Entretanto, el tratamiento de teñido a alta temperatura se refiere al tratamiento en agua caliente a una temperatura de 120 °C suponiendo la temperatura de teñido de fibras de poliéster durante 60 minutos.

Por otra parte, el contenido del plastificante de las fibras hechas de la composición termoplástica de éster de celulosa de la presente invención se puede determinar, por ejemplo, mediante el siguiente método. Se puede extraer el plastificante mediante un tratamiento de extracción usando agua o un disolvente orgánico, etc. Por lo tanto, el peso obtenido al restar el peso medido después del tratamiento al peso medido antes del tratamiento corresponde a la cantidad del plastificante contenida en la composición. Por ejemplo, en caso de que el plastificante sea un polialquilenglicol, la cantidad del plastificante se puede determinar mediante el método de extracción de Soxhlet usando metanol. Como otro método, la determinación también se puede realizar midiendo el peso antes de la etapa de lavado y el peso después de la etapa de lavado.

Además, el éster mixto de ácido graso de celulosa y el acetato de celulosa se pueden separar de las fibras hechas de la composición termoplástica de éster de celulosa de la presente invención mediante el siguiente método usando la diferencia entre las solubilidades de ambos componentes en un disolvente. Es decir, si se usa cloruro de metileno o cloroformo como disolvente, el éster mixto de ácido graso de celulosa se puede disolver en el disolvente, y por otra parte, el acetato de celulosa no se puede disolver, pero se sedimenta. Se filtra la mezcla para separar el líquido y el sólido y, posteriormente, se elimina el disolvente. Como resultado de ello, el éster mixto de ácido graso de celulosa y el acetato de celulosa se pueden separar entre sí. Una vez finalizada la separación, se miden los pesos de los respectivos componentes para determinar el contenido de ambos componentes en la composición.

Como método para producir las fibras hechas de la composición termoplástica de éster de celulosa de la presente invención se puede emplear, por ejemplo, el siguiente método.

Es decir, se aglomera una composición que contiene un éster mixto de ácido graso de celulosa con un grado medio de sustitución de 2,4 a 2,8, un plastificante y un acetato de celulosa con un grado medio de sustitución de 2,3 a 2,6 usando una extrusora de doble tornillo o similar, manteniendo la temperatura de moldeo en un intervalo de 180-280 °C. La composición termoplástica de éster de celulosa puede contener el agente de prevención de la coloración a base de fosfito anteriormente mencionado, y puede contener otras resinas y aditivos en un grado tal que no se distorsione el significado de la presente invención.

En la presente invención, es preferible secar el compuesto termoplástico de éster de celulosa para mantener el contenido de agua de la composición en el 0,3 % o inferior antes de la hilatura por fusión. En caso de que el contenido de agua sea del 0,3 % o inferior, no se forma espuma en el agua durante la hilatura por fusión, lo que permite una hilatura estable, y las propiedades mecánicas de las fibras tales como los multifilamentos obtenidos también se vuelven buenas. Se prefiere más que el contenido de agua sea del 0,2 % o inferior, prefiriéndose más que sea del 0,1 % o inferior.

En la presente invención, la composición termoplástica de éster de celulosa se puede hilar por fusión para obtenerse fibras. Si se realiza la hilatura por fusión, se puede formar una estructura fibrosa suficientemente desarrollada, mientras que la composición termoplástica de éster de celulosa fundida se enfría hasta solidificarse. Además, se garantizan una baja carga medioambiental y una excelente productividad.

Como método de hilatura por fusión, se funden microgránulos secados, por ejemplo, mediante una extrusora, se miden con una bomba dosificadora, se envían a la unidad de hilatura contenida en un bloque de hilatura, se filtran en la unidad y, posteriormente, se descargan por una hilera en forma de filamentos.

Los filamentos hilados son enfriados y solidificados una vez por un dispositivo de enfriamiento y, posteriormente, reciben una solución de aceite mediante un lubricador, siendo tomados por los primeros rodillos Godet, y enrollados por una bobinadora a través de los segundos rodillos Godet, obteniéndose un hilo enrollado. Con el fin de mejorar la estabilidad de la fabricación de fibras y las propiedades mecánicas, según sea necesario, también se puede instalar

un cilindro de calentamiento o cilindro térmicamente aislante de 2 a 20 cm bajo la hilera, o también se puede usar un dispositivo de entrelazado para el entrelazado.

5 Es preferible que la temperatura de la hilatura por fusión esté en un intervalo de 220 °C a 280 °C. Si la temperatura de hilatura es de 220 °C o superior, la viscosidad de alargamiento de los filamentos descargados de la hilera disminuye suficientemente, y no aparece la irregularidad cíclica de paso corto causada por la fractura en fundido (se produce un fenómeno que hace más eficiente la perturbación si la tensión de cizalla del polímero es alta cuando pasa a través de los orificios de la hilera y que hace que los filamentos descargados por la hilera adquieran una forma irregular), permitiendo la obtención de fibras uniformes. Además, dado que los filamentos descargados de la hilera se adelgazan sin problemas, las propiedades mecánicas se vuelven buenas y, además, puesto que la tensión de hilatura no es excesivamente alta, no se suele producir la rotura de los hilos, estabilizándose la eficacia de la operación de fabricación de las fibras. Además, si la temperatura de hilatura se mantiene a 280 °C o inferior, es posible inhibir la descomposición térmica de la composición termoplástica de éster de celulosa y, por lo tanto, no se produce la reducción de las propiedades mecánicas causada por la disminución del peso molecular de las fibras obtenidas ni la disminución del nivel de calidad de la coloración. Un intervalo más preferido de temperaturas de hilatura es de 230 °C a 270 °C.

20 Es preferible que la velocidad de hilatura sea de 500 m/min a 3.000 m/min. Si la velocidad de hilatura se mantiene en un valor de 500 m/min a 3.000 m/min, se puede formar una estructura fibrosa desarrollada, pudiéndose obtener fibras con excelentes propiedades mecánicas. Un intervalo de velocidad de hilatura más preferido es de 1.000 m/min a 2.500 m/min.

25 Las fibras enrolladas también se pueden estirar. El estiramiento permite aumentar el efecto de mejora de la disminución de la resistencia en el momento del tratamiento de teñido a alta temperatura. Para el estiramiento, las fibras tomadas se pueden enrollar una vez y, posteriormente, estirarlas usando rodillos en un proceso separado, o las fibras tomadas también se pueden estirar sucesivamente sin enrollarlas. Una vez realizado el estiramiento, es preferible ablandar las fibras para permitir un estiramiento uniforme, y se puede emplear adecuadamente un método conocido en general, tal como el mantenimiento de las fibras en contacto continuo con un rodillo de calentamiento o placa caliente para ablandar térmicamente las fibras. En este caso, se prefiere que la temperatura de calentamiento esté en un intervalo de aprox. 80 a aprox. 180 °C para ablandar adecuadamente las fibras sin dejar que éstas se adhieran entre sí por fusión. Es más preferible un intervalo de temperaturas de 100 a 160 °C. Además, dado que las fibras hechas de la composición termoplástica de éster de celulosa de la presente invención se pueden ablandar en estado húmedo, también es preferible mantener las fibras en contacto con agua caliente, un disolvente orgánico o una solución mixta de agua/disolvente orgánico. Es preferible que la relación de estiramiento sea de 1,03 a 1,70 veces. Si la relación de estiramiento es inferior a 1,03 veces, el efecto de mejora de la disminución de la resistencia en el momento del tratamiento de teñido a alta temperatura es bajo, y si la relación de estiramiento es de 1,70 veces o superior, la capacidad de estiramiento se vuelve baja debido a la rotura del hilo, etc.

40 Es preferible que las fibras hechas de una composición termoplástica de éster de celulosa obtenidas mediante el método anteriormente mencionado tengan una resistencia de 0,5 a 2,0 cN/dtex y un alargamiento del 10 a 60 %. En caso de que la resistencia sea de 0,5 cN/dtex o superior, cuando las fibras usadas solas o mezcladas con fibras de otro material se retuercen o se retuercen físicamente en un proceso posterior para producir hilos y/o se tejen o se tricotan en un proceso posterior para producir un producto textil, son buenas en cuanto a su capacidad para someterse sin problemas al proceso o a que se manejan fácilmente. En vista de las buenas propiedades de resistencia, se prefiere una mayor resistencia. Es más preferible que sea de 0,6 cN/dtex o superior, y aún más preferible que sea de 0,7 cN/dtex o superior.

50 Por otro lado, en cuanto al alargamiento, si el alargamiento es del 10 % o superior, las propiedades de las fibras después del tratamiento de teñido a alta temperatura se vuelven buenas, y posteriormente, en el momento de la hilatura, se puede inhibir la generación de pelusa. Además, se puede mejorar la capacidad de someterse sin problemas a etapas tales como la torsión, la urdimbre, el tejido o tricotado tras la etapa de hilatura. Es más, para inhibir la deformación de las fibras a baja tensión y para evitar los defectos de teñido del producto final, tales como la trama apretada durante el tejido, se prefiere un alargamiento del 60 % o inferior. Un intervalo de alargamiento más preferido es del 15 al 55 %, y un intervalo todavía más preferido es del 20 al 50 %.

55 Es preferible que la variación de la finura (% de U) sea del 1,5 % o inferior. La variación de la finura (% de U) es un indicador de la irregularidad del espesor en sentido longitudinal de las fibras y se puede obtener mediante el probador Uster Tester producido por Zellweger Uster. Una variación de la finura (% de U) del 1,5 % o inferior indica que la uniformidad en sentido longitudinal de las fibras es excelente, y que cuando las fibras son tejidas o tricotadas, es poco probable que se produzca pelusa o la rotura del hilo. Además, incluso si las fibras se han teñido, no se producen defectos tales como un teñido parcialmente fuerte y vetas de tinte, pudiéndose obtener un producto textil tejido o tricotado de alto nivel de calidad. Es preferible que la variación de la finura (% de U) sea inferior. Es más preferible que sea del 1,3 % o inferior, e incluso más preferible que sea del 1,0 % o inferior. Las condiciones de medición de la variación de la finura (% de U) se explicarán más adelante en detalle para los ejemplos.

65

La finura de cada fibra se puede establecer arbitrariamente en respuesta a las propiedades requeridas. Con respecto a la forma de la sección transversal de cada fibra, se puede emplear, por ejemplo, círculo, elipsoide, polígono tal como triángulo o cuadrado, o una forma de sección irregular tal como en forma plana o hueco, o similares. Además, también con respecto a los modos de las fibras, también se pueden emplear monofilamentos, multifilamentos, grapas, etc.

De las fibras obtenidas por hilatura o en las fibras obtenidas por hilatura y estiramiento, también se puede retirar el plastificante por disolución para mejorar aún más las características de las fibras de éster mixto de ácido graso de celulosa, así como para mejorar la comodidad de manipulación del producto mediante la obtención de un producto más duradero y alcanzar una temperatura de ablandamiento térmico más elevada. Se puede retirar todo el plastificante por disolución, pero incluso si el plastificante solo se retira parcialmente por disolución, se pueden mejorar las características de las fibras del éster mixto de ácido graso de celulosa y la comodidad de manipulación del producto. En caso de retirarse todo el plastificante por disolución, se considera adecuado que la cantidad de plastificante contenida en las fibras hechas de la composición termoplástica de éster de celulosa en el producto final obtenido tras el tratamiento de teñido esté en un intervalo del 0 a 25 % en peso.

La eliminación del plastificante por disolución se puede realizar a continuación del proceso de hilatura o estiramiento, pero también se puede realizar en el estado de un paquete tras enrollar las fibras una vez. Además, el plastificante también se puede extraer en el estado de un producto textil tejido, tricotado o no tejido. En cuanto al método de extracción, en vista de la simplicidad industrial, se prefiere poner en contacto un disolvente del plastificante tal como agua templada, agua caliente o un disolvente orgánico con las fibras. Se prefiere un disolvente con agua como componente principal en vista de la reducción de la carga medioambiental. La temperatura y el período de tiempo para la extracción no se pueden decidir en general, ya que dependen del plastificante usado y de la cantidad añadida del mismo. Sin embargo, los inventores encontraron que es preferible realizar el tratamiento a una temperatura de aprox. 20 a aprox. 90 °C durante aprox. 1 segundo a aprox. 120 minutos.

Las fibras de la presente invención hechas de la composición termoplástica de éster de celulosa permiten la inhibición de la disminución de las propiedades mecánicas de las mismas incluso habiendo sido sometidas a un tratamiento de teñido a alta temperatura. Por consiguiente, se pueden usar como una mezcla con fibras de poliéster tales como fibras de tereftalato de polietileno. Los métodos de mezcla con las otras fibras incluyen la simple mezcla con las otras fibras, la hilatura junto con las otras fibras, el tricotado junto con las otras fibras, el tejido junto con las otras fibras, etc.

El producto textil tal como un producto textil tejido o tricotado formado por las fibras hechas de la composición termoplástica de éster de celulosa de la presente invención se puede obtener por tejido o tricotado de las fibras anteriormente mencionadas mediante un método convencional, pero una vez formado el producto textil, es importante usar las fibras hechas de la composición termoplástica de éster de celulosa como un componente. En caso de que el producto textil consista en múltiples tipos de fibras, es necesario mantener el contenido de las fibras hechas de la composición termoplástica de éster de celulosa como el mayor o el segundo mayor entre los múltiples tipos de las fibras que constituyen el producto textil.

Un ejemplo de producto textil formado por múltiples tipos de fibras es un producto textil tejido o tricotado mezclado con fibras elásticas, tales como fibras de poliuretano, para que tenga capacidad de estiramiento. Además, un producto textil tejido usando las fibras hechas de la composición termoplástica de éster de celulosa solo como hilos de urdimbre o solo como hilos de trama, o las fibras hechas de la composición termoplástica de éster de celulosa también se pueden retorcer o combinar con fibras naturales tales como algodón, seda, cáñamo o lana, o fibras regeneradas o fibras químicas tales como rayón o acetato de celulosa, o fibras sintéticas hechas de tereftalato de polietileno, tereftalato de polipropileno, tereftalato de polibutileno, nailon, acrílico, vinilón, poliolefina o poliuretano, etc.

El punto de los productos textiles tricotados incluye puntos de trama tales como punto liso, punto acanalado, punto de perla y cadeneta, y puntos de urdimbre tales como tricot. En el caso de un producto textil tricotado, al tricotado le sigue el lavado, según proceda, el ajuste del calor, el teñido y el ajuste de acabado. Además, los ligamentos incluyen ligamento liso, ligamento de sarga, ligamento de raso, etc. En el caso de un producto textil tejido, al urdido, le sigue el encolado, el tejido, el lavado, según proceda, el ajuste del calor, el teñido y el ajuste de acabado. Además, antes de estas etapas, también se pueden realizar las etapas preliminares de falsa torsión, inyección de fluido, etc. para dar volumen a las fibras.

Como métodos de teñido, se pueden emplear métodos tales como el teñido de tipo queso, el teñido de chorro y el teñido de tambor. Como tintes, resulta adecuado usar tintes dispersos para acetatos y poliésteres. Si la temperatura de teñido está en un intervalo de 80 a 140 °C, se pueden obtener fibras o un producto textil excelente en cuanto a sus propiedades mecánicas y capacidad de revelado del color. En cuanto a las máquinas usadas para el teñido, se pueden usar las máquinas de teñido conocidas y usadas en general, tales como máquina de teñido de tipo queso para teñir fibras, máquina de teñido a chorro para teñir un producto textil, máquina de teñido de torniquete, dispositivo mecánico, máquina de teñido de haz y máquina de teñido de tambor para teñir prendas de vestir.

Ejemplos

A continuación, se explica la presente invención con más detalle en referencia a los ejemplos. Los valores de las respectivas propiedades de los ejemplos se obtuvieron de acuerdo con los siguientes métodos.

5

A. grado medio de sustitución del éster mixto de ácido graso de celulosa

Se pesaron cero coma nueve gramos de un éster mixto de ácido graso de celulosa secado a una temperatura de 80 °C durante 8 horas, y se añadieron 35 ml de acetona y 15 ml de dimetilsulfóxido para disolver el éster, y se añadieron otros 50 ml de acetona. Con agitación, se añadieron 30 ml de una solución acuosa de hidróxido de sodio 0,5 N a la mezcla, para llevar a cabo el tratamiento de saponificación durante 2 horas. A continuación, se añadieron 50 ml de agua caliente a la solución, y se lavó la cara lateral de un matraz. Seguidamente, se realizó la valoración usando indicador de fenolftaleína y ácido sulfúrico 0,5 N. Por separado, se realizó un ensayo en blanco de acuerdo con el mismo método usado para la muestra mencionada anteriormente. Una vez finalizada la valoración, se diluyó la solución sobrenadante hasta 100 veces, y se usó una cromatografía iónica para medir la composición de los ácidos orgánicos. A partir del resultado de la medición y el resultado del análisis de la composición de los ácidos por cromatografía iónica, se calcularon los grados medios de sustitución del éster mixto de ácido graso de celulosa a partir de las siguientes fórmulas.

20

$$\bullet \quad CT = (B - A) \times F / (1.000 \times P)$$

$$\bullet \quad GSace = (162,14 \times CT) / \{ [1 - (PMace - (16,00 + 1,01)) \times CT] + [1 - (PMaci - (16,00 + 1,01)) \times CT] \times (Aci/Ace) \}$$

25

$$GSaci = GSace \times (Aci/Ace)$$

En las fórmulas mencionadas anteriormente:

30

CT: cantidad total de ácidos orgánicos (ml)

A: título de la muestra (ml)

B: título del ensayo en blanco (ml)

F: Concentración de ácido sulfúrico

P: Peso de la muestra (g)

35

GSace: grado medio de sustitución con grupos acetilo

GSaci: grado medio de sustitución con grupos acilo

PMace: peso molecular del ácido acético

PMaci: Peso molecular del otro ácido orgánico

Aci/Ace: proporción molar del ácido acético (Ace) con respecto al otro ácido orgánico (Aci)

40

162,14: peso molecular de la unidad recurrente de celulosa

16,00: peso atómico del oxígeno

1,01: peso atómico del hidrógeno.

B. Grado medio de sustitución de un acetato de celulosa

45

El grado medio de sustitución de un acetato de celulosa se calculó a partir de la siguiente fórmula tras obtener el grado de oxidación del acetato de celulosa.

$$\text{Grado medio de sustitución} = (\text{grado de oxidación} \times 3,86) / 142,9 - \text{grado de oxidación}$$

50

El grado de oxidación se puede medir de acuerdo con el método de medición del grado de oxidación de la norma ASTM D-817-91 (Método de ensayo para el acetato de celulosa, etc.). En primer lugar, se pesaron con exactitud 1,9 g de un acetato de celulosa secado, y se disolvieron en 150 ml de un disolvente mixto que consistía en acetona y dimetilsulfóxido (proporción en volumen de 4:1). Seguidamente, se añadieron 30 ml de solución acuosa de hidróxido de sodio 1 N para la saponificación a 25 °C durante 2 horas. A continuación, se añadió solución de fenolftaleína como indicador, y se usó ácido sulfúrico 1 N para valorar el exceso de hidróxido de sodio. Después, se calculó el grado de oxidación a partir de la siguiente fórmula. Entretanto, de acuerdo con el mismo método, se realizó un ensayo en blanco. Grado de oxidación (%) = $[6,005 \times (B - A) \times F] / P$ (en la fórmula, A representa la cantidad de ácido sulfúrico 1 N en ml usada para valorar la muestra; B representa la cantidad de ácido sulfúrico 1 N en ml usada para valorar el ensayo en blanco; F representa el factor de concentración del ácido sulfúrico 1 N; y P representa el peso de la muestra).

60

C. Medición del peso molecular medio en peso de un éster mixto de ácido graso de celulosa

65

Se disolvió perfectamente una muestra en tetrahidrofurano, y se usaron la solución y la cromatografía de filtración en gel 2690 producidas por Waters para calcular el peso molecular medio en peso en términos del poliestireno.

D. Viscosidad de fusión

Se empleó el valor medido a una temperatura de 260 °C y a una velocidad de cizalla de 24 s⁻¹ (velocidad del cabezal de 2 mm/min) usando el capilógrafo 1B producido por Toyo Seiki Seisaku-sho, Ltd. y un troquel de L = 40 mm y D = 1 mm como la viscosidad de fusión [Pa.s]. Se secaron al vacío los microgránulos medidos a una temperatura de 80 °C durante 8 horas antes de la medición, y se realizó la medición en el transcurso de los 10 minutos siguientes al inicio del empaquetado de los microgránulos para evitar la influencia de la descomposición térmica de la composición en el momento de la medición.

E. Resistencias y alargamientos de un hilo hilado y un hilo estirado

Se realizó un ensayo de tracción en un ambiente de 20 °C de temperatura y 65 % de humedad a una longitud de muestra de 20 cm y una velocidad de tensión de 20 cm/min usando un Autograph AG-50NISMS producido por Shimadzu Corporation, y el valor obtenido dividiendo la tensión [cN] en el punto que mostraba la mayor carga entre la finura inicial [dtex] se identificó como la resistencia a la tracción [cN/dtex]. Además, el alargamiento en este momento se identificó como el alargamiento [%]. La medición se realizó cinco veces, y se emplearon los valores medios como la resistencia y el alargamiento.

F. Resistencias y alargamientos antes y después del tratamiento de teñido a alta temperatura

Se usaron las fibras obtenidas por hilatura para formar un producto textil tricotado tubular, usando una máquina de tricotado tubular (Modelo N° NCR-BL, diámetro de los cilindros 8,89 cm [3,5 pulgadas], 300 agujas) producida por Eiko Industrial Co., Ltd. Se trató el producto textil tricotado tubular obtenido (de aprox. 15 cm de longitud) con un limpiador. En el caso en el que las fibras contenían un plastificante hidrosoluble en el momento del tratamiento, el plastificante se separó por disolución. Posteriormente, se realizó un tratamiento de teñido a alta temperatura a una temperatura de 120 °C durante 60 minutos, suponiendo las condiciones de teñido de las fibras de poliéster. Para medir la resistencia y el alargamiento antes del tratamiento de teñido a alta temperatura (tras el tratamiento con el limpiador) y tras el tratamiento de teñido a alta temperatura, se descompuso el producto textil tricotado tubular para sacar fibras, y se realizó la medición como se ha descrito en el apartado D.

G. Variación de la finura (% de U)

El % de U (semimodo) se midió en las siguientes condiciones usando un probador Uster Tester 4-CX producido por Zellweger Uster. La medición se realizó cinco veces, y el valor medio se empleó como el % de U.

Velocidad de medición: 200 m/min
 Tiempo de medición: 2,5 minutos
 Longitud de las fibras medidas: 500 m
 Torsión: torsión S, 12.000/m

H. Evaluación de la eficacia de la operación de fabricación de las fibras

Una vez producidas las fibras a partir de una composición termoplástica de éster de celulosa, se evaluó la eficacia de la operación de fabricación de las fibras para obtener 10 kg de fibras de acuerdo con el siguiente criterio. Una marca de doble círculo o una marca de un solo círculo significan que las fibras son aceptables.

Marca de doble círculo: no se produjo la rotura del hilo en absoluto (la eficacia de la operación de fabricación de las fibras es muy buena).

Marca de un solo círculo: la rotura del hilo se produjo una o dos veces (la eficacia de la operación de fabricación de las fibras es buena).

Marca de cruz: la rotura del hilo se produjo 3 veces o más (la eficacia de la operación de fabricación de las fibras es mala).

(Ejemplo de producción 1)

Se añadieron doscientas cuarenta partes en peso de ácido acético y 67 partes en peso de ácido propiónico a 100 partes en peso de celulosa (borra de algodón), y se mezcló la mezcla a una temperatura de 50 °C durante 30 minutos. Se enfrió la mezcla obtenida hasta la temperatura ambiente (20 °C) y, posteriormente, se añadieron 172 partes en peso de anhídrido acético y 168 partes en peso de anhídrido propiónico, respectivamente, enfriadas en un baño de hielo como agentes de esterificación y 4 partes en peso de ácido sulfúrico como catalizador de esterificación. Se agitó la mezcla durante 150 minutos para llevar a cabo la reacción de esterificación. En la reacción de esterificación, cuando la temperatura superó los 40 °C, se enfrió la mezcla de reacción en un baño de agua. Una vez finalizada la reacción, se añadió una solución mixta que consistía en 100 partes en peso de ácido acético y 33 partes en peso de agua como terminador de la reacción, lo que llevó 20 minutos, para hidrolizar los anhídridos en exceso. A continuación, se añadieron 333 partes en peso de ácido acético y 100 partes en peso de agua, y se calentó la mezcla y se agitó a una temperatura de 80 °C durante 1 hora. Una vez completada la reacción, se añadió

una solución acuosa que contenía 6 partes en peso de carbonato de sodio, y se recogió el acetato propionato de celulosa precipitado por filtración y se lavó sucesivamente con agua, luego se secó a una temperatura de 60 °C durante 4 horas. Los grados medios de sustitución del acetato propionato de celulosa (CAP) obtenido con grupos acetilo y grupos propionilo fueron de 1,9 y 0,7 respectivamente, y el peso molecular medio en peso fue de 172.000.

5 Se amasaron el ochenta y uno coma cinco % en peso del CAP obtenido de esta manera, el 18,4 % en peso de polietilenglicol con un peso molecular medio de 600 (PEG600) y el 0,1 % en peso de difosfito de bis(2,6-di-*t*-butil-4-metilfenil)pentaeritrol como antioxidante a base de fósforo usando una extrusora de doble tornillo a una temperatura de 240 °C, y se cortó la tripa obtenida en pedazos de aproximadamente 5 mm, obteniéndose microgránulos de una
10 composición termoplástica de éster de celulosa.

(Ejemplo de trabajo 1)

15 Se mezclaron la composición de CAP/PEG600/antioxidante obtenida en el Ejemplo de producción 1 y una composición de acetato de celulosa/dietilftalato (63/37) ("Acety (grado 37 %)", producida por Daicel Finechem Ltd., grado medio de sustitución del acetato de celulosa de 2,4, grado medio de polimerización de 140) a la proporción en peso mostrada en la Tabla 1, y se usó la mezcla como la composición para hilar. Se secó la mezcla al vacío a una temperatura de 80 °C durante 12 horas (contenido de agua tras el secado, 450 ppm) y, posteriormente, se suministró a una extrusora de doble tornillo, para su fusión, siendo descargada, a continuación, de una hilera (diámetro del
20 orificio de descarga de 0,23 mm, longitud del orificio de 0,46 mm) a una temperatura de hilatura de 260 °C, obteniéndose filamentos. Se enfriaron los filamentos con aire a una temperatura de 20 °C, a una velocidad del aire de 0,5 m/s, y se les aplicó una solución de aceite mediante un lubricador, formándose un fardo que, a continuación, fue recogido por los primeros rodillos Godet (velocidad de la hilatura de 1.500 m/min) y enrollado por una bobinadora mediante los segundos rodillos Godet que giraban a la misma velocidad que los primeros rodillos Godet. Se evaluó
25 la eficacia de la operación de fabricación de las fibras. En ningún momento, se produjo la rotura del hilo, demostrando una eficacia muy buena de la operación de fabricación de las fibras.

Las fibras obtenidas (descripción del hilo hilado: 100 decitex - 24 filamentos) tenían una resistencia de 0,75 cN/dtex y un alargamiento del 48,2 %, mostrando buenas propiedades.

30 A continuación, se usaron las fibras para formar un producto textil tricotado tubular, usando una máquina de tricotado tubular producida por Eiko Industrial Co., Ltd. Se trató el producto textil tricotado tubular obtenido con un limpiador a una temperatura de 70 °C durante 15 minutos, momento en el que toda la cantidad de PEG600 contenido como plastificante hidrosoluble en las fibras se separó por disolución. Posteriormente, se realizó un
35 tratamiento con agua a alta temperatura a una temperatura de 120 °C durante 60 minutos. Una vez completado el tratamiento con agua a alta temperatura, las fibras tenían una resistencia de 1,08 cN/dtex y un alargamiento del 19,0 %, demostrando el mantenimiento de sus buenas propiedades.

(Ejemplos de trabajo 2 y 3)

40 Se realizó la hilatura como se describe en el Ejemplo de trabajo 1, a excepción de que la proporción en peso de la composición de CAP/PEG600/antioxidante obtenida en el Ejemplo de producción 1 y la composición de acetato de celulosa/dietilftalato (63/37) ("Acety (grado 37 %)" producida por Daicel FineChem Ltd.) se modificó a la proporción en peso mostrada en la Tabla 1.

45 Las fibras obtenidas en el Ejemplo de trabajo 2 (descripción del hilo hilado: 100 decitex - 24 filamentos) tenían una resistencia de 0,55 cN/dtex y un alargamiento del 53,9 %, demostrando buenas propiedades. Se usaron las fibras para formar un producto textil tricotado tubular en las mismas condiciones que en el Ejemplo de trabajo 1, y seguidamente se lavaron y se sometieron a tratamiento con agua de alta temperatura. Una vez finalizado el
50 tratamiento con agua a alta temperatura, las fibras tenían una resistencia de 0,87 cN/dtex y un alargamiento del 22,1 %, demostrando el mantenimiento de sus buenas propiedades. Con respecto a la eficacia de la operación de fabricación de las fibras, en ningún momento, se produjo la rotura del hilo, demostrando una operación de fabricación de las fibras muy buena.

55 Además, las fibras obtenidas en el Ejemplo de trabajo 3 (descripción del hilo hilado: 100 decitex - 24 filamentos) tenían una resistencia de 0,95 cN/dtex y un alargamiento del 34,6 %, demostrando buenas propiedades. Se usaron las fibras para formar un producto textil tricotado tubular en las mismas condiciones que en el Ejemplo de trabajo 1, y seguidamente se lavaron y se sometieron a tratamiento con agua de alta temperatura. Una vez finalizado el
60 tratamiento con agua a alta temperatura, las fibras tenían una resistencia de 1,24 cN/dtex y un alargamiento del 7,5 %, demostrando el mantenimiento de sus buenas propiedades. Con respecto a la eficacia de la operación de fabricación de las fibras, en ningún momento, se produjo la rotura del hilo, demostrando una operación de fabricación de las fibras muy buena.

(Ejemplo de trabajo 4)

Se amasaron un acetato propionato de celulosa (CAP482-20, grado de sustitución de 2,7 (grado medio de sustitución con grupos acetilo de 0,2, grado medio de sustitución con grupos propionilo de 2,5), peso molecular medio en peso de 185.000) producido por Eastman Chemical, un acetato de celulosa (tipo L-40, grado medio de sustitución de 2,4, grado medio de polimerización de 160) producido por Daicel Chemical Industries, Ltd., polietilenglicol con un peso molecular medio de 600 (PEG600) y difosfito de bis(2,6-di-*t*-butil-4-metilfenil)pentaeritritol como antioxidante a base de fósforo en la proporción en peso mostrada en la Tabla 1 y a una temperatura de 230 °C usando una extrusora de doble tornillo, y se cortó la tripa obtenida en pedazos de aproximadamente 5 mm, obteniéndose microgránulos de una composición termoplástica de éster de celulosa.

Se secaron los microgránulos de la mezcla al vacío a una temperatura de 80 °C durante 12 horas (contenido de agua tras el secado, 510 ppm) y, posteriormente, se suministraron a una extrusora de doble tornillo, para su fusión, siendo descargados, a continuación, de una hilera (diámetro del orificio de descarga de 0,18 mm, longitud del orificio de 0,54 mm) a una temperatura de hilatura de 265 °C, obteniéndose filamentos. Se enfriaron los filamentos con aire a una temperatura de 20 °C, a una velocidad del aire de 0,5 m/s, y se les aplicó una solución de aceite mediante un lubricador, formándose un fardo que, a continuación, fue recogido por los primeros rodillos Godet (velocidad de la hilatura de 1.000 m/min) y enrollado por una bobinadora mediante los segundos rodillos Godet que giraban a la misma velocidad que los primeros rodillos Godet. Se evaluó la eficacia de la operación de fabricación de las fibras. En ningún momento, se produjo la rotura del hilo, demostrando una eficacia muy buena de la operación de fabricación de las fibras.

Las fibras obtenidas (descripción del hilo hilado: 100 decitex - 48 filamentos) tenían una resistencia de 0,86 cN/dtex y un alargamiento del 38,0 %, mostrando buenas propiedades.

A continuación, se usaron las fibras para formar un producto textil tricotado tubular, usando una máquina de tricotado tubular producida por Eiko Industrial Co., Ltd. Se trató el producto textil tricotado tubular obtenido con un limpiador a una temperatura de 70 °C durante 15 minutos, momento en el que toda la cantidad de PEG600 contenida como plastificante hidrosoluble en las fibras se separó por disolución. Posteriormente, se sometieron las fibras a un tratamiento con agua a alta temperatura a una temperatura de 120 °C durante 60 minutos. Una vez completado el tratamiento con agua a alta temperatura, las fibras tenían una resistencia de 1,22 cN/dtex y un alargamiento del 10,1 %, demostrando el mantenimiento de sus buenas propiedades.

(Ejemplo de trabajo 5)

Se obtuvieron microgránulos de una composición termoplástica de éster de celulosa de acuerdo con el mismo método que el del Ejemplo de Trabajo 4, a excepción de que la proporción del éster mixto de ácido graso de celulosa, acetato de celulosa y plastificante se modificó a la proporción mostrada en la Tabla 1. Se secaron los microgránulos al vacío a una temperatura de 80 °C durante 12 horas (contenido de agua tras el secado, 600 ppm) y se suministraron a una extrusora de doble tornillo, para su fusión, siendo descargados, a continuación, de una hilera (diámetro del orificio de descarga de 0,25 mm, longitud del orificio de 0,5 mm) a una temperatura de hilatura de 250 °C, obteniéndose filamentos. Se enfriaron los filamentos con aire a una temperatura de 20 °C, a una velocidad del aire de 0,5 m/s, y se les aplicó una solución de aceite mediante un lubricador, formándose un fardo que, a continuación, fue recogido por los primeros rodillos Godet (velocidad de la hilatura de 2.500 m/min) y enrollado por una bobinadora mediante los segundos rodillos Godet que giraban a la misma velocidad que los primeros rodillos Godet. Se evaluó la eficacia de la operación de fabricación de las fibras. La rotura del hilo se produjo dos veces, demostrando una eficacia buena de la operación de fabricación de las fibras.

Las fibras obtenidas (descripción del hilo hilado: 100 decitex - 12 filamentos) tenían una resistencia de 0,92 cN/dtex y un alargamiento del 36,1 %, mostrando buenas propiedades.

A continuación, se usaron las fibras para formar un producto textil tricotado tubular, usando una máquina de tricotado tubular producida por Eiko Industrial Co., Ltd. Se trató el producto textil tricotado tubular obtenido con un limpiador a una temperatura de 50 °C durante 30 minutos, momento en el que toda la cantidad de PEG600 contenida como plastificante hidrosoluble en las fibras se separó por disolución. Posteriormente, se sometieron las fibras a un tratamiento con agua a alta temperatura a una temperatura de 120 °C durante 60 minutos. Una vez completado el tratamiento con agua a alta temperatura, las fibras tenían una resistencia de 1,05 cN/dtex y un alargamiento del 21,1 %, demostrando el mantenimiento de sus buenas propiedades.

(Ejemplo de producción 2)

Se obtuvo un acetato propionato de celulosa (CAP) con un grado medio de sustitución con grupos acetilo de 1,7 y un grado medio de sustitución con grupos propionilo de 0,8 (peso molecular medio en peso de 172.000) cambiando las cantidades de los agentes de esterificación del Ejemplo de producción 1.

(Ejemplo de trabajo 6)

5 Se amasaron el acetato propionato de celulosa del Ejemplo de producción 2, el acetato de celulosa (tipo L-40, grado medio de sustitución de 2,4, grado medio de polimerización de 160) producido por Daicel Chemical Industries, Ltd., polietilenglicol con un peso molecular medio de 600 (PEG600), difosfite de bis(2,6-di-*t*-butil-4-metilfenil)pentaeritritol (0,1 % en peso) como antioxidante a base de fósforo, y dióxido de titanio (0,3 % en peso) como agente de mateado a la proporción en peso mostrada en la Tabla 1 y a una temperatura de 240 °C usando una extrusora de doble tornillo, y se cortó la tripa obtenida en pedazos de aproximadamente 5 mm, obteniéndose microgránulos de una composición termoplástica de éster de celulosa.

10 Se secaron los microgránulos al vacío a una temperatura de 80 °C durante 12 horas (contenido de agua tras el secado, 410 ppm) y, posteriormente, se suministraron a una extrusora de doble tornillo, para su fusión, siendo descargados, a continuación, de una hilera (diámetro del orificio de descarga de 0,2 mm, longitud del orificio de 0,4 mm) a una temperatura de hilatura de 255 °C, obteniéndose filamentos. Se enfriaron los filamentos con aire a 15 una temperatura de 20 °C, a una velocidad del aire de 0,5 m/s, y se les aplicó una solución de aceite mediante un lubricador, formándose un fardo que, a continuación, fue recogido por los primeros rodillos Godet (velocidad de la hilatura de 2.000 m/min) y enrollado por una bobinadora mediante los segundos rodillos Godet que giraban a la misma velocidad que los primeros rodillos Godet. Se evaluó la eficacia de la operación de fabricación de las fibras. La rotura del hilo se produjo una vez, demostrando una buena eficacia de la operación de fabricación de las fibras. 20 Las fibras obtenidas (descripción del hilo hilado: 100 decitex - 36 filamentos) tenían una resistencia de 0,80 cN/dtex y un alargamiento del 42,6 %, mostrando buenas propiedades.

A continuación, se usaron las fibras para formar un producto textil tricotado tubular, usando una máquina de 25 tricotado tubular producida por Eiko Industrial Co., Ltd. Se trató el producto textil tricotado tubular obtenido con un limpiador a una temperatura de 80 °C durante 20 minutos, momento en el que toda la cantidad de PEG600 contenida como plastificante hidrosoluble en las fibras se separó por disolución. Posteriormente, se sometieron las fibras a un tratamiento con agua a alta temperatura a una temperatura de 120 °C durante 60 minutos. Una vez completado el tratamiento con agua a alta temperatura, las fibras tenían una resistencia de 0,95 cN/dtex y un alargamiento del 26,1 %, demostrando el mantenimiento de sus buenas propiedades.

30

[Tabla 1-1]

		Ejemplo de trabajo 1	Ejemplo de trabajo 2	Ejemplo de trabajo 3	Ejemplo de trabajo 4	Ejemplo de trabajo 5	Ejemplo de trabajo 6
Éster mixto de ácido graso de celulosa	Nombre del compuesto	CAP	CAP	CAP	CAP	CAB	CAP
	Grado de sustitución	2,6	2,6	2,6	2,7	2,7	2,5
	Contenido [% en peso]	77,6	76,2	79,1	90,0	75,5	70,5
Acetato de celulosa	Grado de sustitución	2,5	2,5	2,5	2,4	2,4	2,4
	Grado medio de polimerización	140	140	140	160	160	160
Composición para hilar por fusión	Contenido [% en peso]	3,0	4,1	1,8	2,0	9,5	5,5
	Nombre del compuesto	DEP de PEG600	DEP de PEG600	DEP de PEG600	PEG600	PEG600	PEG600
Plastificante	Contenido [% en peso]	19,3 (1,8 de DEP)	19,6 (2,4 de DEP)	19,0 (1,1 de DEP)	7,9	14,9	23,6
	Nombre del compuesto	Antioxidante	Antioxidante	Antioxidante	Antioxidante	Antioxidante	Antioxidante TiO ₂
Otro aditivo	Contenido [% en peso]	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,4
	Viscosidad de fusión Pa.s	335	351	328	224	189	300

		Ejemplo de trabajo 1	Ejemplo de trabajo 2	Ejemplo de trabajo 3	Ejemplo de trabajo 4	Ejemplo de trabajo 5	Ejemplo de trabajo 6
Propiedades de las fibras	Resistencia [cN/dtex]	0,75	0,55	0,95	0,86	0,92	0,80
	Alargamiento [%]	48,2	53,9	34,6	38,0	36,1	42,6
	Finura de una sola fibra [dtex]	4,2	4,2	4,2	2,1	8,3	2,8
	% de U	0,8	1,0	0,6	1,3	0,6	1,1
	Resistencia [cN/dtex]	1,13	0,92	1,36	1,28	1,10	1,00
Antes del tratamiento con agua a alta temperatura	Alargamiento [%]	37,1	42,0	30,1	33,3	35,3	39,3
	Resistencia [cN/dtex]	1,08	0,87	1,24	1,22	1,05	0,95
Después del tratamiento con agua a alta temperatura	Alargamiento [%]	19,0	22,1	7,5	10,1	21,1	26,1
	Eficacia de la operación de fabricación de fibras	<input type="checkbox"/>					
CAP: acetato propionato de celulosa PEG600: Polietilenglicol (Peso molecular medio de 600) DEP: Dietilftalato							

(Ejemplo de trabajo 7)

Se estiraron las fibras obtenidas por hilatura en el Ejemplo de Trabajo 1 a una temperatura de precalentamiento de 140 °C, a una temperatura de solidificación de 160 °C, a una relación de estiramiento de 1,10 veces y a una velocidad de estiramiento de 200 m/min, obteniéndose un hilo estirado. El hilo estirado obtenido tenía una resistencia de 0,89 cN/dtex y un alargamiento del 34,2 %, mostrando buenas propiedades. A continuación, se usó el hilo estirado así obtenido para formar un producto textil tricotado tubular como se describe en el Ejemplo de Trabajo 1, y se trató el producto textil con un limpiador y se sometió a tratamiento con agua a alta temperatura. Una vez finalizado el tratamiento con agua a alta temperatura, las fibras tenían una resistencia de 1,15 cN/dtex y un alargamiento del 15,3 %, demostrando el mantenimiento de sus buenas propiedades.

(Ejemplo de trabajo 8)

Se amasaron setenta y siete % en peso del acetato propionato de celulosa del Ejemplo de producción 1, 5 % en peso de un acetato de celulosa (tipo L-70, grado medio de sustitución de 2,4, grado medio de polimerización de 180) producido por Daicel Chemical Industries, Ltd., 17,9 % en peso de polietilenglicol con un peso molecular medio de 600 (PEG600) y 0,1 % en peso de difosfito de bis(2,6-di-*t*-butil-4-metilfenil)pentaeritritol como antioxidante a base de fósforo a una temperatura de 250 °C usando una extrusora de doble tornillo, y se cortó la tripa obtenida en pedazos de aproximadamente 5 mm, obteniéndose microgránulos de una composición termoplástica de éster de celulosa.

Se secaron los microgránulos de la muestra al vacío a una temperatura de 80 °C durante 12 horas (contenido de agua tras el secado, 440 ppm) y se suministraron a una extrusora de doble tornillo, para su fusión, siendo descargados, a continuación, de una hilera (diámetro del orificio de descarga de 0,23 mm, longitud del orificio de 0,60 mm) a una temperatura de hilatura de 260 °C, obteniéndose filamentos. Se enfriaron los filamentos con aire a una temperatura de 20 °C, a una velocidad del aire de 0,5 m/s, y se les aplicó una solución de aceite mediante un lubricador, formándose un fardo que, a continuación, fue recogido por los primeros rodillos Godet (velocidad de la hilatura de 1.500 m/min) y enrollado por una bobinadora mediante los segundos rodillos Godet que giraban a la misma velocidad que los primeros rodillos Godet. Se evaluó la eficacia de la operación de fabricación de las fibras. En ningún momento, se produjo la rotura del hilo, demostrando una muy buena eficacia de la operación de fabricación de las fibras.

Los filamentos obtenidos (descripción del hilo hilado: 100 decitex - 24 filamentos) tenían una resistencia de 1,06 cN/dtex y un alargamiento del 31,5 %, mostrando buenas propiedades.

A continuación, se usaron las fibras para formar un producto textil tricotado tubular, usando una máquina de tricotado tubular producida por Eiko Industrial Co., Ltd. Se trató el producto textil tricotado tubular obtenido con un limpiador a una temperatura de 70 °C durante 15 minutos, momento en el que toda la cantidad de PEG600 contenida como plastificante hidrosoluble en las fibras se separó por disolución. Posteriormente, se sometieron las fibras a un tratamiento con agua a alta temperatura a una temperatura de 120 °C durante 60 minutos. Una vez completado el tratamiento con agua a alta temperatura, las fibras tenían una resistencia de 1,26 cN/dtex y un alargamiento del 10,1 %, demostrando el mantenimiento de sus buenas propiedades.

(Ejemplo de trabajo 9)

Se amasaron setenta y siete % en peso del acetato propionato de celulosa del Ejemplo de producción 1, 5 % en peso de un acetato de celulosa (tipo L-20, grado medio de sustitución de 2,4, grado medio de polimerización de 140) producido por Daicel Chemical Industries, Ltd., 17,9 % en peso de polietilenglicol con un peso molecular medio de 600 (PEG600) y 0,1 % en peso de difosfito de bis(2,6-di-*t*-butil-4-metilfenil)pentaeritritol como antioxidante a base de fósforo a una temperatura de 250 °C usando una extrusora de doble tornillo, y se cortó la tripa obtenida en pedazos de aproximadamente 5 mm, obteniéndose microgránulos de una composición termoplástica de éster de celulosa.

Se secaron los microgránulos de la muestra al vacío a una temperatura de 80 °C durante 12 horas (contenido de agua tras el secado, 390 ppm) y, posteriormente, se suministraron a una extrusora de doble tornillo, para su fusión, siendo descargados, a continuación, de una hilera (diámetro del orificio de descarga de 0,23 mm, longitud del orificio de 0,60 mm) a una temperatura de hilatura de 260 °C, obteniéndose filamentos. Se enfriaron los filamentos con aire a una temperatura de 20 °C, a una velocidad del aire de 0,5 m/s, y se les aplicó una solución de aceite mediante un lubricador, formándose un fardo que, a continuación, fue recogido por los primeros rodillos Godet (velocidad de la hilatura de 1.500 m/min) y enrollado por una bobinadora mediante los segundos rodillos Godet que giraban a la misma velocidad que los primeros rodillos Godet. Se evaluó la eficacia de la operación de hilatura y estiramiento de las fibras. En ningún momento, se produjo la rotura del hilo, demostrando una muy buena eficacia de la operación de fabricación de las fibras.

Las fibras obtenidas (descripción del hilo hilado: 200 decitex - 48 filamentos) tenían una resistencia de 0,73 cN/dtex y un alargamiento del 28,1 %, mostrando buenas propiedades.

65

A continuación, se usaron las fibras para formar un producto textil tricotado tubular, usando una máquina de tricotado tubular producida por Eiko Industrial Co., Ltd. Se trató el producto textil tricotado tubular obtenido con un limpiador a una temperatura de 70 °C durante 15 minutos, momento en el que toda la cantidad de PEG600 contenida como plastificante hidrosoluble en las fibras se separó por disolución. Posteriormente, se sometieron las
5 fibras a un tratamiento con agua a alta temperatura a una temperatura de 120 °C durante 60 minutos. Una vez completado el tratamiento con agua a alta temperatura, las fibras tenían una resistencia de 0,98 cN/dtex y un alargamiento del 7,6 %, demostrando el mantenimiento de sus buenas propiedades.

(Ejemplo de trabajo 10)

10 Se amasaron setenta y siete % en peso del acetato propionato de celulosa del Ejemplo de producción 1, 5 % en peso de un acetato de celulosa (tipo L-30, grado medio de sustitución de 2,4, grado medio de polimerización de 150) producido por Daicel Chemical Industries, Ltd., 17,9 % en peso de polietilenglicol con un peso molecular medio de 600 (PEG600) y 0,1 % en peso de difosfito de bis(2,6-di-*t*-butil-4-metilfenil)pentaeritritol como antioxidante a base de fósforo a una temperatura de 250 °C usando una extrusora de doble tornillo, y se cortó la tripa obtenida en pedazos de aproximadamente 5 mm, obteniéndose microgránulos de una composición termoplástica de éster de celulosa.

20 Se secaron los microgránulos de la muestra al vacío a una temperatura de 80 °C durante 12 horas (contenido de agua tras el secado, 370 ppm) y, posteriormente, se suministraron a una extrusora de doble tornillo, para su fusión, siendo descargados, a continuación, de una hilera (diámetro del orificio de descarga de 0,23 mm, longitud del orificio de 0,60 mm) a una temperatura de hilatura de 260 °C, obteniéndose filamentos. Se enfriaron los filamentos con aire a una temperatura de 20 °C, a una velocidad del aire de 0,5 m/s, y se les aplicó una solución de aceite mediante un lubricador, a continuación, fueron recogidos por los primeros rodillos Godet (velocidad de la hilatura de 1.500 m/min) y enrollados por una bobinadora mediante los segundos rodillos Godet que giraban a la misma velocidad que los
25 primeros rodillos Godet. Se evaluó la eficacia de la operación de la fabricación de las fibras. En ningún momento, se produjo la rotura del hilo, demostrando una muy buena eficacia de la operación de fabricación de las fibras.

Las fibras obtenidas (descripción del hilo hilado: 100 decitex - 24 filamentos) tenían una resistencia de 0,99 cN/dtex y un alargamiento del 33,8 %, mostrando buenas propiedades.

30 A continuación, se usaron las fibras para formar un producto textil tricotado tubular, usando una máquina de tricotado tubular producida por Eiko Industrial Co., Ltd. Se trató el producto textil tricotado tubular obtenido con un limpiador a una temperatura de 70 °C durante 15 minutos, momento en el que toda la cantidad de PEG600 contenida como plastificante hidrosoluble en las fibras se separó por disolución. Posteriormente, se sometieron las
35 fibras a un tratamiento con agua a alta temperatura a una temperatura de 120 °C durante 60 minutos. Una vez completado el tratamiento con agua a alta temperatura, las fibras tenían una resistencia de 1,18 cN/dtex y un alargamiento del 7,8 %, demostrando el mantenimiento de sus buenas propiedades.

(Ejemplo de trabajo 11)

40 Se amasaron setenta y seis % en peso del acetato butirato de celulosa (CAB171-15, grado medio de sustitución con grupos acetilo de 2,0, grado medio de sustitución con grupos butirilo de 0,7) producido por Eastman Chemical, 3 % en peso de un acetato de celulosa (tipo L-70, grado medio de sustitución de 2,4, grado medio de polimerización de 180) producido por Daicel Chemical Industries, Ltd., 20,8 % en peso de polietilenglicol con un peso molecular medio de 600 (PEG600) y 0,2 % en peso de difosfito de bis(2,6-di-*t*-butil-4-metilfenil)pentaeritritol como antioxidante a base de fósforo a una temperatura de 240 °C usando una extrusora de doble tornillo, y se cortó la tripa obtenida en pedazos de aproximadamente 5 mm, obteniéndose microgránulos de una composición termoplástica de éster de
45 celulosa.

50 Se secaron los microgránulos de la muestra al vacío a una temperatura de 80 °C durante 12 horas (contenido de agua tras el secado, 300 ppm) y, posteriormente, se suministraron a una extrusora de doble tornillo, para su fusión, siendo descargados, a continuación, de una hilera (diámetro del orificio de descarga de 0,23 mm, longitud del orificio de 0,60 mm) a una temperatura de hilatura de 260 °C, obteniéndose filamentos. Se enfriaron los filamentos con aire a una temperatura de 20 °C, a una velocidad del aire de 0,5 m/s, y se les aplicó una solución de aceite mediante un lubricador, formándose un fardo que, a continuación, fue recogido por los primeros rodillos Godet (velocidad de la hilatura de 2.000 m/min) y enrollado por una bobinadora mediante los segundos rodillos Godet que giraban a la misma velocidad que los primeros rodillos Godet. Se evaluó la eficacia de la operación de la fabricación de las fibras. En ningún momento, se produjo la rotura del hilo, demostrando una muy buena eficacia de la operación de
55 fabricación de las fibras.

60 Las fibras obtenidas (descripción del hilo hilado: 100 decitex - 36 filamentos) tenían una resistencia de 0,91 cN/dtex y un alargamiento del 35,8 %, mostrando buenas propiedades.

65 A continuación, se usaron las fibras para formar un producto textil tricotado tubular, usando una máquina de tricotado tubular producida por Eiko Industrial Co., Ltd. Se trató el producto textil tricotado tubular obtenido con un limpiador a una temperatura de 70 °C durante 15 minutos, momento en el que toda la cantidad de PEG600

contenida como plastificante hidrosoluble en las fibras se separó por disolución. Posteriormente, se sometieron las fibras a un tratamiento con agua a alta temperatura a una temperatura de 120 °C durante 60 minutos. Una vez completado el tratamiento con agua a alta temperatura, las fibras tenían una resistencia de 1,20 cN/dtex y un alargamiento del 14,4 %, demostrando el mantenimiento de sus buenas propiedades.

5 (Ejemplo de trabajo 12)

10 Se realizó el amasado como se describe en el Ejemplo de trabajo 8, a excepción de que se cambió el plastificante usado en el Ejemplo de trabajo 8 de PEG 600 a la mezcla de PEG400/triacetina (proporción en peso, 1:1), obteniéndose microgránulos de una composición termoplástica de éster de celulosa.

15 Se secaron los microgránulos de la muestra al vacío a una temperatura de 80 °C durante 12 horas (contenido de agua tras el secado, 540 ppm) y, posteriormente, se suministraron a una extrusora de doble tornillo, para su fusión, siendo descargados, a continuación, de una hilera (diámetro del orificio de descarga de 0,23 mm, longitud del orificio de 0,60 mm) a una temperatura de hilatura de 260 °C, obteniéndose filamentos. Se enfriaron los filamentos con aire a una temperatura de 20 °C, a una velocidad del aire de 0,5 m/s, y se les aplicó una solución de aceite mediante un lubricador, formándose un fardo que, a continuación, fue recogido por los primeros rodillos Godet (velocidad de la hilatura de 1.500 m/min) y enrollado por una bobinadora mediante los segundos rodillos Godet que giraban a la misma velocidad que los primeros rodillos Godet. Se evaluó la eficacia de la operación de la fabricación de las fibras.

20 En ningún momento, se produjo la rotura del hilo, demostrando una muy buena eficacia de la operación de fabricación de las fibras.

25 Las fibras obtenidas (descripción del hilo hilado: 100 decitex - 24 filamentos) tenían una resistencia de 1,00 cN/dtex y un alargamiento del 34,8 %, mostrando buenas propiedades.

A continuación, se usaron las fibras para formar un producto textil tricotado tubular, usando una máquina de tricotado tubular producida por Eiko Industrial Co., Ltd. Se trató el producto textil tricotado tubular obtenido con un limpiador a una temperatura de 70 °C durante 15 minutos, momento en el que toda la cantidad de la mezcla de PEG400/triacetina contenida como plastificante hidrosoluble en las fibras se separó por disolución. Posteriormente, se sometieron las fibras a un tratamiento con agua a alta temperatura a una temperatura de 120 °C durante 60 minutos. Una vez completado el tratamiento con agua a alta temperatura, las fibras tenían una resistencia de 1,23 cN/dtex y un alargamiento del 12,0 %, demostrando el mantenimiento de sus buenas propiedades.

30

[Tabla 1-2]

		Ejemplo de trabajo 7	Ejemplo de trabajo 8	Ejemplo de trabajo 9	Ejemplo de trabajo 10	Ejemplo de trabajo 11	Ejemplo de trabajo 12	
Composición para hilar por fusión	Éster mixto de ácido graso de celulosa	Nombre del compuesto	CAP	CAP	CAP	CAB	CAP	
		Grado de sustitución	2,6	2,6	2,6	2,6	2,7	2,6
		Contenido [% en peso]	77,6	77,0	77,0	77,0	76,0	77,0
		Grado de sustitución	2,5	2,4	2,4	2,4	2,4	2,4
	Acetato de celulosa	Grado medio de polimerización	140	180	140	150	180	180
		Contenido [% en peso]	3,0	5,0	5,0	5,0	3,0	5,0
	Plastificante	Nombre del compuesto	DEP de PEG600	PEG600	PEG600	PEG600	PEG600	PEG400 Triacetina
		Contenido [% en peso]	19,3 (1,8 de DEP)	17,9	17,9	17,9	20,8	17,9
	Otro aditivo	Nombre del compuesto	Antioxidante	Antioxidante	Antioxidante	Antioxidante	Antioxidante	Antioxidante
		Contenido [% en peso]	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
Viscosidad de fusión Pa.s		335	303	254	280	265	290	

		Ejemplo de trabajo 7	Ejemplo de trabajo 8	Ejemplo de trabajo 9	Ejemplo de trabajo 10	Ejemplo de trabajo 11	Ejemplo de trabajo 12
Propiedades de las fibras	Hilo hilado o hilo estirado	Resistencia [cN/dtex]	0,89	1,06	0,73	0,99	0,91
		Alargamiento [%]	34,2	31,5	28,1	33,8	35,8
		Finura de una sola fibra [dtex]	3,8	4,2	4,2	4,2	2,8
		% de U	0,9	0,4	0,6	0,5	0,9
		Resistencia [cN/dtex]	1,22	1,45	1,15	1,40	1,08
Eficacia de la operación de fabricación de fibras	Antes del tratamiento con agua a alta temperatura	Alargamiento [%]	28,0	24,2	28,0	25,8	34,0
	Después del tratamiento con agua a alta temperatura	Resistencia [cN/dtex]	1,15	1,26	0,98	1,18	1,20
		Alargamiento [%]	15,3	10,1	7,6	7,8	14,4
			<input type="checkbox"/>				
CAP: acetato propionato de celulosa PEG600: Polietilenglicol (Peso molecular medio de 600) DEP: Dietilftalato							

(Ejemplo comparativo 1)

Se secó al vacío la composición de CAP/PEG600/antioxidante obtenida en el Ejemplo de producción 1 a una temperatura de 80 °C durante 12 horas (contenido de agua después del secado, 470 ppm), y se suministró en una extrusora de doble tornillo para su fusión, siendo, a continuación, descargada desde una hilera (diámetro del orificio de descarga de 0,23 mm, longitud del orificio de 0,46 mm) a una temperatura de hilatura de 260 °C, obteniéndose filamentos. Se enfriaron los filamentos con aire a una temperatura de 20 °C, a una velocidad del aire de 0,5 m/s, y se les aplicó una solución de aceite mediante un lubricador, formándose un fardo que, a continuación, fue recogido por los primeros rodillos Godet (velocidad de la hilatura de 1.500 m/min) y enrollado por una bobinadora mediante los segundos rodillos Godet que giraban a la misma velocidad que los primeros rodillos Godet. Se evaluó la eficacia de la operación de la fabricación de las fibras. En ningún momento, se produjo la rotura del hilo, demostrando una muy buena eficacia de la operación de fabricación de las fibras.

Las fibras obtenidas (descripción del hilo hilado: 100 decitex - 24 filamentos) tenían una resistencia de 1,25 cN/dtex y un alargamiento del 26,4 %, mostrando buenas propiedades.

A continuación, se usaron las fibras para formar un producto textil tricotado tubular, usando una máquina de tricotado tubular producida por Eiko Industrial Co., Ltd. Se trató el producto textil tricotado tubular obtenido con un limpiador a una temperatura de 70 °C durante 15 minutos, momento en el que toda la cantidad de PEG4600 contenida como plastificante hidrosoluble en las fibras se separó por disolución. Posteriormente, se sometieron las fibras a un tratamiento con agua a alta temperatura a una temperatura de 120 °C durante 60 minutos. Una vez completado el tratamiento con agua a alta temperatura, las fibras tenían una resistencia de 0,20 cN/dtex y un alargamiento del 3,2 %. Las propiedades de las fibras disminuyeron enormemente con respecto a las del hilo hilado y las fibras todavía no sometidas al tratamiento.

(Ejemplo comparativo 2)

Se realizó la hilatura como se ha descrito en el Ejemplo de trabajo 1, a excepción de que la proporción en peso de la composición de CAP/PEG600/antioxidante obtenida en el Ejemplo de producción 1 y la composición de acetato de celulosa/dietilftalato (63/37) ("Acety (grado 37 %)" producida por Daicel FineChem Ltd.) se cambió a la proporción en peso mostrada en la Tabla 2. Se evaluó la eficacia de la operación de la fabricación de las fibras. En ningún momento, se produjo la rotura del hilo, demostrando una muy buena eficacia de la operación de fabricación de las fibras. Las fibras obtenidas (descripción del hilo hilado: 100 decitex - 24 filamentos) tenían una resistencia de 1,20 cN/dtex y un alargamiento del 25,4 %, mostrando buenas propiedades. Se usaron las fibras para formar un producto textil tricotado tubular, usando las mismas condiciones que en el Ejemplo de trabajo 1 y, seguidamente, se trató el producto textil con un limpiador y se sometió a un tratamiento con agua a alta temperatura. Una vez completado el tratamiento con agua a alta temperatura, las fibras tenían una resistencia de 0,22 cN/dtex y un alargamiento del 3,4 %. Las propiedades de las fibras disminuyeron enormemente con respecto a las del hilo hilado y las fibras todavía no sometidas al tratamiento.

(Ejemplo comparativo 3)

Se realizó la hilatura como se ha descrito en el Ejemplo de trabajo 1, a excepción de que la proporción en peso de la composición de CAP/PEG600/antioxidante obtenida en el Ejemplo de producción 1 y la composición de acetato de celulosa/dietilftalato (63/37) ("Acety (grado 37 %)" producida por Daicel FineChem Ltd.) se cambió a la proporción en peso mostrada en la Tabla 2. Dado que el contenido de acetato de celulosa de la composición era demasiado alto, la rotura del hilo se produjo con frecuencia, no pudiéndose obtener un hilo hilado.

(Ejemplo comparativo 4)

Se amasaron el acetato propionato de celulosa del Ejemplo de producción 1, un triacetato de celulosa (LT-105, grado medio de sustitución de 2,9, grado medio de polimerización de 360) producido por Daicel Chemical Industries, Ltd.), polietilenglicol con un peso molecular medio de 600 (PEG 600) y difosfito de bis(2,6-di-*t*-butil-4-metilfenil)pentairitrol como antioxidante a base de fósforo a la proporción en peso se muestra en la Tabla 2 y a una temperatura de 260 °C, usando una extrusora de doble tornillo, y se cortó la tripa obtenida en pedazos de aproximadamente 5 mm, obteniéndose microgránulos de una composición termoplástica de éster de celulosa. Se secaron los microgránulos al vacío a una temperatura de 80 °C durante 12 horas y, posteriormente, se hilaron como se ha descrito en el Ejemplo de trabajo 1. Sin embargo, dado que la viscosidad de la composición fundida e hilada era demasiado elevada, la rotura del hilo se produjo con frecuencia, no permitiendo el ovillado de las fibras.

(Ejemplo de producción 3)

Se obtuvo un acetato propionato de celulosa (CAP) con un grado medio de sustitución con grupos acetilo de 2,0 y un grado medio de sustitución con grupos propionilo de 0,9 (peso molecular medio en peso de 187.000) cambiando las cantidades suministradas de los agentes de esterificación en el Ejemplo de producción 1.

(Ejemplo comparativo 5)

Se amasaron el acetato propionato de celulosa (grado de sustitución de 2,9 (grado medio de sustitución con grupos acetilo de 2,0 y grado medio de sustitución con grupos propionilo de 0,9), peso molecular medio en peso de 187.000) del Ejemplo de producción 3, un acetato de celulosa (tipo L-40, grado medio de sustitución de 2,4, grado medio de polimerización de 160) producido por Daicel Chemical Industries, Ltd., polietilenglicol con un peso molecular medio de 600 (PEG600) y difosfito de bis(2,6-di-*t*-butil-4-metilfenil)pentaeritritol como antioxidante a base de fósforo en la proporción en peso mostrada en la Tabla 2 y a una temperatura de 260 °C usando una extrusora de doble tornillo, y se cortó la tripa obtenida en pedazos de aproximadamente 5 mm, obteniéndose microgránulos de una composición termoplástica de éster de celulosa. Se secaron los microgránulos de la mezcla al vacío a una temperatura de 80 °C durante 12 horas (contenido de agua tras el secado, 605 ppm) y, posteriormente, se suministraron a una extrusora de doble tornillo, para su fusión, siendo descargados, a continuación, de una hilera (diámetro del orificio de descarga de 0,23 mm, longitud del orificio de 0,46 mm) a una temperatura de hilatura de 270 °C, obteniéndose filamentos. Se enfriaron los filamentos con aire a una temperatura de 20 °C, a una velocidad del aire de 0,5 m/s, y se les aplicó una solución de aceite mediante un lubricador, formándose un fardo que, a continuación, fue recogido por los primeros rodillos Godet (velocidad de la hilatura de 1.500 m/min) y enrollado por una bobinadora mediante los segundos rodillos Godet que giraban a la misma velocidad que los primeros rodillos Godet. Se evaluó la eficacia de la operación de fabricación de las fibras. La rotura del hilo se produjo 4 veces, demostrando una baja eficacia de la operación de fabricación de las fibras. Las fibras obtenidas (descripción del hilo hilado: 100 decitex - 24 filamentos) tenían una resistencia de 0,35 cN/dtex y un alargamiento del 9,4 %, mostrando malas propiedades.

A continuación, se usaron las fibras en un intento por formar un producto textil tricotado tubular, usando una máquina de tricotado tubular producida por Eiko Industrial Co., Ltd. Sin embargo, mientras se tejía el producto textil tricotado tubular, se produjo la rotura del hilo con frecuencia, no permitiendo la obtención de un producto textil tricotado tubular.

(Ejemplo de producción 4)

Se obtuvo un acetato propionato de celulosa (CAP) con un grado medio de sustitución con grupos acetilo de 1,8 y un grado medio de sustitución con grupos propionilo de 0,4 (peso molecular medio en peso de 143.000) cambiando las cantidades suministradas de los agentes de esterificación en el Ejemplo de producción 1.

(Ejemplo comparativo 6)

Se amasaron el acetato propionato de celulosa (grado de sustitución de 2,2 (grado medio de sustitución con grupos acetilo de 1,8 y grado medio de sustitución con grupos propionilo de 0,4), peso molecular medio en peso de 143.000) del Ejemplo de producción 4, un acetato de celulosa (tipo L-40, grado medio de sustitución de 2,4, grado medio de polimerización de 160) producido por Daicel Chemical Industries, Ltd., polietilenglicol con un peso molecular medio de 600 (PEG600) y difosfito de bis(2,6-di-*t*-butil-4-metilfenil)pentaeritritol como antioxidante a base de fósforo en la proporción en peso mostrada en la Tabla 2 y a una temperatura de 260 °C usando una extrusora de doble tornillo, y se cortó la tripa obtenida en pedazos de aproximadamente 5 mm, obteniéndose microgránulos de una composición termoplástica de éster de celulosa. Se secaron los microgránulos de la mezcla al vacío a una temperatura de 80 °C durante 12 horas (contenido de agua tras el secado, 490 ppm) y, posteriormente, se suministraron a una extrusora de doble tornillo, para su fusión, siendo descargados, a continuación, de una hilera (diámetro del orificio de descarga de 0,23 mm, longitud del orificio de 0,46 mm) a una temperatura de hilatura de 260 °C, obteniéndose filamentos. Se enfriaron los filamentos con aire a una temperatura de 20 °C, a una velocidad del aire de 0,5 m/s, y se les aplicó una solución de aceite mediante un lubricador, formándose un fardo que, a continuación, fue recogido por los primeros rodillos Godet (velocidad de la hilatura de 1.500 m/min) y enrollado por una bobinadora mediante los segundos rodillos Godet que giraban a la misma velocidad que los primeros rodillos Godet. Las fibras obtenidas tenían una baja miscibilidad entre el CAP y el acetato de celulosa. Se evaluó la eficacia de la operación de fabricación de las fibras. La rotura del hilo se produjo 3 veces, demostrando una baja eficacia de la operación de fabricación de las fibras. Las fibras obtenidas (descripción del hilo hilado: 100 decitex - 24 filamentos) tenían una resistencia de 0,44 cN/dtex y un alargamiento del 13,3 %, mostrando malas propiedades.

A continuación, se usaron las fibras para formar un producto textil tricotado tubular, usando una máquina de tricotado tubular producida por Eiko Industrial Co., Ltd. Se trató el producto textil tricotado tubular obtenido con un limpiador a una temperatura de 70 °C durante 15 minutos, y en este momento, toda la cantidad de PEG600 contenida como plastificante hidrosoluble en las fibras se separó por disolución. Posteriormente, se sometieron las fibras a un tratamiento con agua a alta temperatura a una temperatura de 120 °C durante 60 minutos. Una vez completado el tratamiento con agua a alta temperatura, las fibras tenían una resistencia de 0,28 cN/dtex y un alargamiento del 4,5 %, demostrando una enorme disminución de las propiedades en comparación con las obtenidas antes del tratamiento.

65

[Tabla 2]

		Ejemplo comparativo 1	Ejemplo comparativo 2	Ejemplo comparativo 3	Ejemplo comparativo 4	Ejemplo comparativo 5	Ejemplo comparativo 6
Éster mixto de ácido graso de celulosa	Nombre del compuesto	CAP	CAP	CAP	CAP	CAP	CAP
	Grado de sustitución	2,6	2,6	2,6	2,6	2,9	2,2
	Contenido [% en peso]	81,5	80,7	66,8	77,0	77,0	77,0
Acetato de celulosa	Grado de sustitución	-	2,5	2,5	2,9	2,4	2,4
	Grado medio de polimerización	-	140	140	360	160	160
	Contenido [% en peso]	-	0,6	11,3	3,0	3,0	3,0
Composición para hilar por fusión	Nombre del compuesto	PEG600	DEP de PEG600	DEP de PEG600	PEG600	PEG600	PEG600
	Contenido [% en peso]	18,4	18,6 (0,4 de DEP)	21,8 (6,7 de DEP)	19,9	19,9	19,9
Plastificante	Nombre del compuesto	Antioxidante	Antioxidante	Antioxidante	Antioxidante	Antioxidante	Antioxidante
	Contenido [% en peso]	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
Otro aditivo	Nombre del compuesto	Antioxidante	Antioxidante	Antioxidante	Antioxidante	Antioxidante	Antioxidante
	Contenido [% en peso]	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
Viscosidad de fusión Pa.s		341	339	366	540	522	489

		Ejemplo comparativo 1	Ejemplo comparativo 2	Ejemplo comparativo 3	Ejemplo comparativo 4	Ejemplo comparativo 5	Ejemplo comparativo 6
Propiedades de las fibras	Resistencia [cN/dtex]	1,25	1,20	-	-	0,35	0,44
	Alargamiento [%]	26,4	25,4	-	-	9,4	13,3
	Finura de una sola fibra [dtex]	4,2	4,2	-	-	4,2	4,2
	% de U	0,5	0,5	-	-	0,6	0,6
	Resistencia [cN/dtex]	1,60	1,58	-	-	-	0,63
	Alargamiento [%]	19,1	17,9	-	-	-	8,5
Eficacia de la operación de fabricación de fibras	Resistencia [cN/dtex]	0,20	0,22	-	-	-	0,28
	Alargamiento [%]	3,2	3,4	-	-	-	4,5
Eficacia de la operación de fabricación de fibras		<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	X	X	X	X
CAP: acetato propionato de celulosa PEG600: Polietilenglicol (Peso molecular medio de 600) DEP: Dietilftalato							

Aplicabilidad industrial

5 Las fibras hechas de la composición termoplástica de éster de celulosa de la presente invención se pueden usar como fibras para confeccionar ropa, fibras industriales y productos textiles no tejidos, etc., y dado que se pueden teñir a alta temperatura, se pueden usar especialmente como fibras para confeccionar ropa, convenientemente, como fibras para mezclarlas con fibras de poliéster y como productos textiles tejidos o tricotados, junto con fibras de poliéster.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Fibras hechas de una composición termoplástica de éster de celulosa que contiene al menos del 70 al 95 % en peso de un éster mixto de ácido graso de celulosa con un grado medio de sustitución de 2,4 a 2,8, del 5 al 25 % en peso de un plastificante y del 1 al 10 % en peso de un acetato de celulosa con un grado medio de sustitución de 2,3 a 2,6, donde el contenido total de los componentes de la composición termoplástica de éster de celulosa que contiene el éster mixto de ácido graso de celulosa, el plastificante y el acetato de celulosa asciende al 100 %.
- 10 2. Una estructura fibrosa que contiene al menos parcialmente las fibras hechas de una composición termoplástica de éster de celulosa según lo expuesto en la reivindicación 1.