

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 569 859**

51 Int. Cl.:

D01F 1/07 (2006.01)

D01F 2/06 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **15.11.2012** **E 12007741 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **02.03.2016** **EP 2664697**

54 Título: **Fibras regeneradas de celulosa retardantes de la llama y procedimiento para su fabricación**

30 Prioridad:

14.05.2012 WO PCT/EP2012/002069

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

12.05.2016

73 Titular/es:

GLANZSTOFF BOHEMIA S.R.O. (100.0%)
Terezinska 60
41017 Lovosice, CZ

72 Inventor/es:

MÜLLER, BERNHARD y
GEBERT-GERM, MARTIN

74 Agente/Representante:

VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro

ES 2 569 859 T3

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

DESCRIPCIÓN

Fibras regeneradas de celulosa retardantes de la llama y procedimiento para su fabricación

- 5 La invención se refiere a una fibra regenerada de celulosa, así como a un procedimiento para su fabricación. El documento WO 2011/026159 A1 divulga fibras regeneradas de celulosa retardantes de la llama con elevadas propiedades de resistencia.
- 10 La invención proporciona una fibra regenerada de celulosa retardante de la llama con propiedades de resistencia en seco adecuadas de acuerdo con la reivindicación 1. Otras configuraciones preferidas así como aspectos de procedimiento están indicados en las reivindicaciones siguientes.
- 15 En primer lugar se indican explicaciones adicionales para la invención o el campo de la invención. Estos incluyen un procedimiento para la fabricación de fibra regenerada de celulosa, en particular una fibra multifilamento, en el que a la viscosa, antes de la hilatura en húmedo, se le añade también un sólido, y en el que después de la coagulación al menos parcial de los filamentos en el baño de hilatura siguiendo a la extrusión de la masa de hilatura, tiene lugar también un estiraje en el segundo baño, del que se retiran los filamentos con una velocidad de retirada final.
- 20 Se ha comprobado que, los multifilamentos producidos según este procedimiento a partir de viscosa o bien ya no satisfacen los requisitos textiles modernos con respecto a sus resistencias o bien, de no ser así, cuando no satisfacen los requisitos con respecto a las resistencias que pueden obtenerse, aparecen dificultades durante el procesamiento adicional de los hilos multifilamento para dar estructuras textiles, en particular cuando debe utilizarse el multifilamento como material de urdimbre.
- 25 Los productos de fibra usados para ello en la actualidad se basan en particular, debido a la escasez en el mercado, en alternativas principalmente en hilos de fibras cortadas con el uso de fibras Lenzing® FR. Precisamente para el uso como material de urdimbre, estos hilos de fibras cortadas son adecuados solo hasta cierto punto.
- 30 Un aspecto más amplio se basa en perfeccionar un procedimiento tal como se mencionó anteriormente, de modo que se mejore la procesabilidad adicional de los productos de fibra producidos con el mismo, en particular con respecto a un uso como material de urdimbre, en particular para la fabricación de productos textiles de alta calidad para la aplicación por ejemplo como ropa de protección.
- 35 Preferentemente, un perfeccionamiento se caracteriza esencialmente por que un primer parámetro adimensional formado por el cociente del estiraje medido en porcentaje y la velocidad de retirada final medida en metros por minuto es menor de 2,5, preferentemente menor de 2,0, en particular menor de 1,67.
- 40 En este contexto se ha reconocido concretamente que, debido a, por un lado, la adición de sólidos (por ejemplo de un agente retardante de la llama) y, por otro lado, mediante el estiraje en el segundo baño (baño B) en la aplicación de parámetros de procedimiento conocidos, exista el riesgo de una fragilidad elevada de las fibras producidas, que repercute de manera directamente negativa sobre las propiedades superficiales de las fibras y los hilos producidos. Con la elección de acuerdo con la invención del primer parámetro se consiguen, por el contrario, a pesar de la adición de sólidos y la resistencia conseguida mediante el estiraje, propiedades superficiales mejoradas de las fibras producidas, en particular superficies de fibra más lisas.
- 45 De esta manera ya no es necesario recurrir a contramedidas menos atractivas desde el punto de vista económico como ecológico, en forma de etapas de trabajo adicionales, que modifican temporalmente la superficie, tal como por ejemplo alisado y aceites de urdido.
- 50 Visto microscópicamente, roturas de capilares individuales como consecuencia de fallos de hilatura son una causa esencial para una calidad superficial que empeora, que se perciben en forma de partes gruesas en el hilo y se denominan comúnmente pelusas. En el transcurso de las etapas de trabajo textiles posteriores, por ejemplo en el caso del retorcido, tejido o tricotado, estas aumentan de tamaño continuamente. Mediante la sollicitación mecánica del hilo por fricción contra por ejemplo rodillos de desviación, ojales, filetas para urdidoras etc. pueden desplazarse estos capilares sueltos, mediante lo cual aumentan de tamaño sucesivamente las pelusas.
- 55 Cuantitativamente, puede determinarse la calidad superficial de las fibras sin fin mediante el número de pelusas por unidad de cantidad de la fibra, por ejemplo por 1000 metros de longitud (o por kilogramo de hilo). En el presente contexto, por el número de pelusas por 1000 metros se entiende en el presente contexto el número de los fallos detectables por un aparato de medición en el hilo por 1000 metros de longitud, pudiendo provocar un único filamento individual roto ya un fallo de este tipo, sin embargo, dos o varios capilares individuales rotos en el mismo sitio no se cuentan dos veces o varias veces. Un aparato de medición adecuado es por ejemplo un Elkometer III de la empresa Texttechno.
- 60 Mediante el procedimiento preferido de acuerdo con la invención pueden conseguirse y mantenerse límites superiores para un hilo no retorcido de 4 pelusas/1000 metros, pero también 2 pelusas/1000 metros, incluso 1,5
- 65

pelusas/1000 metros. Esto se logra también con pigmentos incorporados por hilatura en una cantidad de más del 15 %, en particular también en el intervalo del 18 % al 25 %, refiriéndose estos datos de porcentaje a porcentajes en peso con respecto a la α -celulosa. Además, con el procedimiento preferido de acuerdo con la invención pueden conseguirse también hilos retorcidos con valores de pelusa de 1 pelusa por 1000 metros o menos, en particular de 0,6 pelusas por 1000 metros o menos, y esto incluso en un agente protector contra la llama que contiene fósforo incorporado por hilatura con un contenido de fósforo referido a la celulosa del 3 % al 4 % y en fabricación industrial.

Para explicar este primer parámetro adimensional puede recurrirse al siguiente ejemplo corto. Por ejemplo, en el segundo baño se efectúa un estiraje del 80 %, a una velocidad de retirada final de 70 metros/minuto. Entonces, el primer parámetro asciende a $80/70 = 1,14$.

Preferentemente, el primer parámetro es mayor de 0,75, en particular mayor de 1,0. También el primer parámetro puede ser más preferentemente menor de 1,5, preferentemente menor de 1,33, en particular de 1,25. Con ello pueden producirse propiedades superficiales especialmente adecuadas de las fibras.

Se prefiere un segundo parámetro adimensional, que no está formado, como el primer parámetro, por el cociente, sino por el producto de las dos magnitudes, en el intervalo de 3200 aguas arriba, preferentemente mayor de 3600, en particular mayor de 4000, no obstante preferentemente en el intervalo de menor de 8000, preferentemente menor de 7500, en particular menor de 7000.

En este contexto está previsto que como valor absoluto para la velocidad de retirada final se alcanza al menos un valor de 40 m/min, preferentemente al menos 50, más preferentemente al menos 60 y en particular al menos > 65 m/min. Con respecto al estiraje se estirará en al menos el 60 %, preferentemente con más del 70 %, pero preferentemente en no más del 120 %, en particular no más del 100 %.

En un perfeccionamiento ventajoso adicional de la invención se tiene en cuenta de manera específica el título del multifilamento formado. A este respecto está previsto que un tercer parámetro adimensional formado por el cociente del segundo parámetro y la raíz del título medido en dtex del multifilamento no es menor de 300, preferentemente mayor de 330, más preferentemente mayor de 360 y en particular es mayor de 400. El dato de título se refiere a este respecto al título total del multifilamento, este asciende por ejemplo a 225, y el segundo parámetro se encuentra en 6300, de este modo resulta el tercer parámetro en 420. No obstante, estos valores del tercer parámetro se refieren particularmente a fibras multifilamento con un título total de 330 dtex o menos, sin embargo, puede recurrirse también para títulos algo mayores hasta aproximadamente en el intervalo de 600 dtex. En principio, no obstante, para títulos totales de más de 330 dtex, en particular de más de 600 dtex o incluso más de 900 dtex se prefiere un límite inferior para el tercer parámetro de 160, en particular 200.

Como límite superior para el tercer parámetro así formado se prefiere un valor de 680. Más preferentemente, el tercer parámetro será de 600 o inferior, más preferentemente inferior a 530 y en particular inferior a 500.

Con respecto a la cantidad de sólidos añadida, la cantidad total indicada en porcentaje con respecto a la α -celulosa de los pigmentos insolubles en agua de este tipo, no superará preferentemente el 25 %. Además se prefiere que la velocidad de retirada final medida en metros por minuto se mueva bajo la curva $95 - 0,025 x^2$, preferentemente bajo la curva $90 - 0,016 x^2$.

Con respecto a aplicaciones que requieren una resistencia a la llama de las estructuras producidas a partir de fibras, se añade como sólido preferentemente un agente protector contra la llama que contiene fósforo. La adición tiene lugar preferentemente mediante adición de una dispersión de las partículas. En particular, la adición puede tener lugar a la masa ya fabricada por hilatura por lo demás. También pueden emplearse en este caso los agentes de dispersión ya mencionados anteriormente.

Con respecto al título total de la fibra multifilamento se prefiere un grosor de fibra no inferior a 60 dtex. Además se prefiere que el título total de la fibra no sea superior a 2500 dtex. Con respecto al título de capilar se considera preferente en el intervalo de 1,8 a 2,6 dtex, en particular en el intervalo de 2,2 a 2,6 dtex, considerándose este último ventajoso en particular para títulos de hilo totales inferiores a 330 dtex. Como diámetro promedio de las fibras individuales se considera ventajoso un intervalo entre 10 y 30 μm , preferentemente entre 11 y 20 μm .

Además, se prevé preferentemente que la cantidad x_{FR} del sólido retardante de la llama que contiene fósforo en el caso de un título total T predeterminado del multifilamento se añada por dosificación de modo que se encuentre en porcentaje referido a la α -celulosa por encima de $16,5 + (290-T)/90$, preferentemente por encima de $17 + (290-T)/90$, y en particular por debajo de $19 + (290-T)/90$, más preferentemente por debajo de $18,5 + (290-T)/90$. En particular se piensa en el agente protector contra la llama indicado en la reivindicación 10. Estas cantidades para x_{FR} son válidas particularmente para títulos totales en el intervalo de 330 o inferiores. Para títulos totales en el intervalo de 330 o superiores, x_{FR} se encontrará preferentemente en el intervalo entre el 17,5 y el 19,0 %.

Además, en este aspecto, se propone un multifilamento hilado a partir de viscosa y retorcido, que se produjo en particular de acuerdo con uno de los aspectos de procedimiento descritos anteriormente, y en el que, por un lado, no

se ha superado un número de pelusas de 2 pelusas por 1000 metros de longitud, preferentemente no se ha superado un número de pelusas de 1 pelusa por 1000 metros, en particular de 0,5 pelusas por 1000 metros, y que, por otro lado, presenta un contenido de fósforo con respecto a la α -celulosa del 2,8 % o superior, preferentemente del 3 % o superior, en particular del 3,2 % o superior así como del 4,2 % o inferior, preferentemente del 4 % o inferior, en particular del 3,8 % o inferior. El retorcido tiene lugar en máquinas de retorcido adecuadas, por ejemplo y preferentemente en máquinas de retorcido anular de la marca Ratti sobre S500.

En particular se prefiere que un límite superior para el producto de número de pelusas por 1000 metros de longitud y contenido de fósforo indicado en porcentaje con respecto a la α -celulosa no sea superior a 8, más preferentemente no superior a 6, aún más preferentemente no superior a 4 y en particular no superior a 3.

Para las fibras acabadas se consiguen resistencias a la rotura en seco en estado acondicionado en el intervalo de más de 25 cN/tex. Además, el tejido producido a partir de ello, después de encogimiento inicial (del primer al segundo lavado) después de 50 lavados más permanece por debajo del 5 % de encogimiento adicional.

La resistencia en húmedo y por lo tanto también la estabilidad frente al lavado del multifilamento producido puede indicarse por ejemplo mediante el módulo de Chord, en húmedo en estado retorcido cN/tex con los puntos de extensión $E_1=4\%$ y $E_2=3,5\%$, tal como se define en BISFA, Testing Methods for Viscose, Cupro, Acetate, Triacetate, and Lyocell Filament Yarns (Cellulosic Filament Yarns), edición de 2007, capítulo 7 (7.6.1.3). Se prefiere que el producto del módulo de Chord así medido indicado en cN/tex por la raíz cuadrada del título indicado dtex de las fibras, se mueva en el intervalo de no menos de 280, preferentemente no menos de 320, en particular no menos de 360. Además, este producto no superará preferentemente 560, más preferentemente 520 y en particular no superará 480. Estos valores de producto son válidos en particular para fibras con títulos totales de 330 dtex o inferiores. En valores absolutos, el módulo de Chord ascenderá preferentemente al menos a 20 cN/tex para títulos de hilo ≥ 200 dtex, y al menos 30 cN/tex para títulos de hilo de 120 dtex o inferiores.

La temperatura de laminación de la laminación en seco se encuentra, en particular, en este segundo aspecto de la invención, preferentemente en el intervalo de 40 °C o superior, preferentemente 45 °C o superior, en particular 50 °C o superior, y preferentemente 95 °C o inferior, preferentemente 80 °C o inferior, en particular 70 °C o inferior.

De manera especialmente preferente, como material celular de la viscosa se recurrirá a un material celular con una viscosidad límite superior a 560 ml/g y un contenido de α -celulosa superior al 97,5 % con, en particular, distribución monomodal del peso molecular, en particular un material celular kraft-de madera de conífera. La viscosidad límite se determinará a este respecto de acuerdo con la norma ISO/FDIS 5351:2009 (Limiting Viscosity Number $[\eta]$).

Cabe señalar que las fibras regeneradas de celulosa representan un material de base de alto valor para fibras resistentes a la llama, dado que, puede dotarse de una excelente resistencia a la llama mediante técnicas en sí conocidas. Entonces, como polímero hidrófilo, no termoplástico, pueden absorber grandes cantidades de humedad.

En particular presentan ventajas de fibras celulósicas que se producen de manera natural tal como algodón, con la ventaja adicional de que están dotadas con resistencia a la llama de manera permanente mediante la adición de agentes resistentes a la llama en la solución de hilatura, y no solo superficialmente, tal como el algodón.

Preferentemente, para conseguir resistencias deseadas, se usan materiales celulares con purezas muy altas, se prefiere en particular el uso de un material celular con distribución monomodal del peso molecular.

En principio, es posible la aplicación del procedimiento de Lyocell (procedimiento de disolución directa con NMMO como disolvente), resistencias muy altas con una baja tendencia a la fibrilación se consiguen no obstante preferentemente con el procedimiento de viscosa en su manifestación como procedimiento de hilatura de filamentos, tal como se describió anteriormente. Con ello pueden aprovecharse del mejor modo posible las propiedades de resistencia inherentes de la celulosa.

Por un lado, en este caso puede ser ventajoso un alto grado de estiraje, por otro lado, en cambio, también un secado en estado no relajado. La micromorfología que se forma de este modo, el grado de cristalización y el grado de la alineación de la hebras de celulosa elementales pueden ser ventajosos para altas propiedades de resistencia.

Para la hilatura de fibras cortadas se presupone preferentemente una cierta rugosidad de la superficie como también un rizado/curvatura/retorcido suficiente de las fibras cortadas. Para conseguir estas propiedades, se forman fibras cortadas, generándose en un procedimiento de hilatura en húmedo en primer lugar fibras producidas sin fin, estas se cortan aún en estado húmedo y solo más tarde se secan en estado relajado.

No obstante, en el contexto de la invención se ha reconocido que, por un lado, es posible una hilatura de fibras cortadas aún con una fiabilidad suficiente, también cuando estas se producen a partir de un hilo continuo ya secado. Esto es asombroso, dado que las fibras así producidas, presentan una superficie bastante lisa y proporcionada y, en todo caso, están poco rizadas, de modo que las fibras cortadas de este modo son claramente menos adecuadas para el procesamiento adicional que las fibras cortadas que se cortan habitualmente en estado húmedo. Sin

embargo, se ha reconocido que esta desventaja en la capacidad de hilatura se compensa de otro modo por que sorprendentemente se transmiten propiedades de resistencia de los filamentos al menos en parte aún a las fibras cortadas, cuando estas se generan a partir de filamentos ya secados. En particular mediante rotura por estiramiento de los filamentos ("*stretch-breaking*") se generan especialmente propiedades de resistencia adecuadas. Estas se

5 manifiestan en particular mediante una fuerza de tracción máxima específica claramente superior en seco en comparación con fibras cortadas convencionales (puede conseguirse en total un 25 % de mejora) así como en particular una fuerza de tracción máxima específica mejorada en húmedo (pueden conseguirse valores un 40 % superiores).

10 En el procedimiento de rotura por estiramiento, los filamentos se estiran de nuevo entre cilindros, que giran con diferente velocidad y, por último, se rompen. La longitud de las fibras cortadas así generadas puede ajustarse mediante ajuste de los parámetros del procedimiento de rotura por estiramiento.

15 Una característica preferida adicional se refiere a la relación en volumen con respecto a superficie (o superficie de sección transversal con respecto a la circunferencia, por ejemplo determinada mediante el software de análisis de imágenes ópticas ImageJ), mediante lo cual se ofrecen menos puntos de ataque con respecto a la carga mecánica, pero también con respecto a la acción del calor. A este respecto se ha encontrado que también menores contenidos de fósforo generados mediante la incorporación por hilatura del agente de protección contra la llama en las fibras bastan convencionalmente, mediante lo cual, además de una ventaja económica se genera también una ventaja ecológica. En todo caso se prefieren agentes que contienen fósforo, libres de halógeno, como Sandoflam/Exolit

20 indicado anteriormente.

Como ya se ha mencionado, las fibras cortadas de acuerdo con la invención se producen preferentemente de acuerdo con el procedimiento de hilatura de filamentos de viscosa. A este respecto se regenera una masa de hilatura de viscosa en un baño de hilatura que contiene ácido o baños de hilatura que contienen ácido para dar

25 celulosa y a este respecto se estira. El secado que tiene lugar a continuación de los filamentos así producidos puede tener lugar online u offline, manteniéndose preferentemente la tensión en los filamentos. A continuación puede tener lugar la rotura por estiramiento de las fibras secadas en el estado no relajado.

30 Los títulos individuales preferidos de los hilos de acuerdo con la invención se encuentran en el intervalo entre 1,7 y 3,3 dtex, en particular, sin embargo, superiores a 2,0 dtex y/o inferiores a 2,7 dtex.

Así mismo, por la invención se prepara un producto plano textil, que se ha producido con la incorporación de una fibra regenerada de celulosa, en particular de una fibra cortada o un multifilamento de acuerdo con una de las

35 propiedades descritas anteriormente.

A continuación se explica a modo de ejemplo la invención con ayuda de las Figuras del dibujo. De estas muestra

- 40 **la Figura 1** una estructura esquemática para una instalación para la fabricación de fibras regeneradas de celulosa,
- la Figura 2** una toma de REM de un multifilamento,
- 45 **la Figura 3** una curva de fuerza-extensión en seco para fibras cortadas producidas a partir de un multifilamento,
- la Figura 4** una curva de fuerza-extensión en húmedo para las fibras cortadas, y
- 50 **la Figura 5** un análisis de contorno de las fibras de acuerdo con la invención en comparación con fibras cortadas convencionales.

Con ayuda de las Figuras 1 y 2 se describe una fabricación de una fibra retardante de la llama con la particularidad de una dirección de preferencia paralela preferida a la dirección de hilatura para los ejes principales de partícula de un sólido incorporado por hilatura retardante de la llama. Esto no es esencial sin embargo en todo caso para el

55 núcleo de la presente invención. Más bien, la invención descrita en particular en las formas de realización adicionales es en principio independiente de la forma y el tipo de la incorporación de hilatura de un sólido retardante de la llama.

A partir de una caldera de agitación 1 se suministra una dispersión de partículas de un sólido retardante de la llama por una bomba de dosificación 2 a través de una válvula de retroceso 5 a una mezcladora estática 6. Además se suministra viscosa a la mezcladora estática 6 a través de una bomba de transporte de viscosa 3. A partir de la mezcladora estática 6 fluye la mezcla formada en la misma de viscosa y la dispersión en una mezcladora estática

60 adicional 7 y se mezcla allí adicionalmente.

El flujo de transporte que abandona la mezcladora estática 7 transcurre a través de un medidor de flujo de masa 8 hasta una máquina de hilatura, en la que se hilan las fibras regeneradas de celulosa. Así mismo, la corriente de

transporte de la dispersión suministrada a la mezcladora estática 6 atraviesa a través de un medidor de flujo de masa 9 adicional. Una unidad de regulación 10 genera en respuesta a las señales de medición de los medidores de flujo de masa 8 y 9 una señal de regulación para el accionamiento de la bomba de dosificación 2, a través de la que ese regula la relación en masa de las dos corrientes de transporte hasta un valor deseado.

5 Además, se registra la presión de la corriente de transporte transportada a la máquina de hilatura por un sensor de presión 4 y en función de su señal de medición se regula la tasa de transporte de la bomba de transporte de viscosa 3.

10 La Figura 2 es una toma de REM de un multifilamento producido en todo caso de acuerdo con el primer aspecto de esta invención. Se reconoce, indicado por las flechas, la orientación del eje principal de partícula en la dirección de preferencia paralela de las fibras.

15 Un ejemplo de la realización de combinaciones preferidas de características se indica con respecto a las Figuras tal como sigue:

Se produce en el procedimiento industrial un multifilamento con un título 200f76 con tecnología de hilatura continua. A la masa de hilatura se añadió también el pigmento de protección de la llama que contiene fósforo Viscofil Exolit 5060VP2988. En este punto y también en general con respecto a esta solicitud, por un procedimiento industrial se entiende un procedimiento, en el que la máquina utilizada alcanza una producción por hora de al menos 6 o preferentemente al menos 8, en particular al menos 10 kg por hora.

25 La temperatura del baño de hilatura de coagulación se encuentra en el intervalo de 58 a 63 °C, la del baño de estiraje en el intervalo de 90 a 94 °C. La adición del agente de protección contra la llama tiene lugar de modo que resulte un contenido de sólidos en el hilo (con respecto a la α -celulosa) del 19,8 %.

En el baño de estiraje se estira un 85 %, la descarga final tiene lugar con una velocidad de 80 m/min. De esto resulta un primer parámetro de 1,06.

30 El segundo parámetro adimensional asciende a 6800, y el tercer parámetro adimensional asciende a 480.

El contenido de fósforo de la fibra con respecto a la α -celulosa se encuentra en el intervalo del 3,5 %. No obstante, la fibra en estado acondicionado mantiene una resistencia a la rotura en seco de manera retorcida en el intervalo de 265 a 285 cN/100dtx.

35 A pesar de la buena acción de protección contra la llama y la alta resistencia, este hilo multifilamento retorcido (S500) presenta solo aún de 0,4 a 0,6 pelusas por 1000 metros. Es adecuado por lo tanto de forma excelente para el procesamiento adicional, en particular como material de urdimbre.

40 Un ejemplo de realización de la invención se explica con ayuda de las Figuras 3 y 4. Para ello se cortaron fibras multifilamento por ejemplo como en el Ejemplo descrito anteriormente para dar fibras cortadas. Las propiedades de resistencia de estas fibras cortadas resultan de las curvas de fuerza-extensión representadas en las Figuras 3 y 4 (Figura 3: en seco, Figura 4: en húmedo). En estas Figuras está indicada en porcentaje en las abscisas la extensión relativa y como ordenadas la fuerza medida en cN/tex.

45 Tal como se deduce de la Figura 3, la pendiente cero de los valores de medición es mayor que la pendiente tras alcanzar una fuerza de extensión de aproximadamente 10 cN/tex. En la zona siguiente están presentes, a pesar de la disminución de la pendiente, además excelentes propiedades de resistencia, y una pendiente media asciende en este caso a 2 cN/tex/ % en el intervalo entre el 2 y 7 % de extensión relativa. Según la fuerza, este intervalo corresponde a valores entre aproximadamente 10 y 20 cN/tex. A este respecto, las propiedades de resistencia son claramente mejores que en los productos comercialmente disponibles comparables como, por ejemplo, los productos ya mencionados anteriormente.

50 Además, de la Figura 4 se desprende que la fibra cortada a modo de ejemplo también presenta propiedades de resistencia en húmedo ventajosas, en particular una fuerza muy alta necesaria para cortar las fibras, que supera a la de las fibras convencionales en más del 40 %.

60 Las curvas en las que se basan las Figuras 3 y 4 se realizaron para fibras cortadas con títulos de 1,81 dtx, en un FAVIGRAPH con una longitud de fijación de 20,00 mm, una velocidad de ensayo de 20,0 mm/min, un peso de pretensión de 100,00 mg, una pretensión de 0,60 cN/tex para la finura nominal dada. En conjunto, la representación de las Figuras 3 y 4 incluye cincuenta ensayos.

65 Por último, en la Figura 5 está también representado que las fibras cortadas de este ejemplo de realización se diferencian de fibras convencionales también en su estructura. Las fibras representadas a la derecha en la Figura 1 presentan una relación más favorable de superficie con respecto a volumen que las fibras cortadas resistentes a la llama convencionales.

Otros datos con respecto a un ejemplo de realización para una fibra son:

Título/dtex	Longitud de corte	Resistencia [cN/tex]	Extensión [%]	Resistencia en húmedo [cN/tex]	LOI %
1,8	50 mm	30	14 %	20	28

5 Un ejemplo de realización adicional es un hilo de fibras cortadas 200 dtex del 70 % de fibras cortadas Viscont FR y un 30 % de m-aramida (Conex):

Título/dtex	Resistencia acond. [cN/tex]	Extensión [%]	Resistencia en húmedo [cN/tex]
200	17,4	9,2	13,9

10 La invención no está limitada a las características mostradas individualmente en los ejemplos de realización. Más bien, las características de las siguientes reivindicaciones y la descripción anterior, pueden ser esenciales individualmente o en combinación para la realización de la invención en sus distintas formas de realización.

REIVINDICACIONES

1. Fibra regenerada de celulosa retardantes de la llama, en particular fibra cortada y en particular producida de acuerdo con el procedimiento de viscosa, con elevadas propiedades de resistencia en seco en forma de una fuerza necesaria media por % de extensión en el intervalo entre el 2 y el 7 % de extensión relativa de 1,4 cN/tex o superior, preferentemente al menos 1,6 cN/tex o superior, más preferentemente al menos 1,8 cN/tex o superior y en particular al menos 2,0 cN/tex o superior.
2. Fibra regenerada de celulosa de acuerdo con la reivindicación 1, con una fuerza de tracción máxima (en seco) de 26 cN/tex, preferentemente de al menos 28 cN/tex, más preferentemente de al menos 30 cN/tex.
3. Fibra regenerada de celulosa de acuerdo con las reivindicaciones 1 o 2, con una fuerza de tracción máxima (en húmedo) de al menos 15 cN/tex, preferentemente de al menos 18 cN/tex, en particular de al menos 20 cN/tex.
4. Fibra regenerada de celulosa de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, en la que el efecto protector contra la llama se proporciona mediante hilado de un agente protector contra la llama en particular que contiene fósforo, no superando en particular un contenido de fósforo contenido con respecto a la celulosa en la fibra el 3,4 %, no superando preferentemente el 3,2 %, no superando en particular el 3,0 %.
5. Fibra regenerada de celulosa de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, con una relación de superficie de sección transversal promedio contada en píxeles con respecto a circunferencia promedio contada en píxeles de 16,6 o inferior, preferentemente de 16,2 o inferior, en particular de 15,8 o inferior.
6. Fibra regenerada de celulosa de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, que se produce a partir de hilo continuo seco.
7. Fibra regenerada de celulosa de acuerdo con la reivindicación 6, en donde la fibra cortada se genera mediante corte del hilo continuo.
8. Fibra regenerada de celulosa de acuerdo con la reivindicación 6, en donde la fibra cortada se genera mediante rotura por estiramiento (*stretch breaking*) a partir del hilo continuo.
9. Fibra regenerada de celulosa de acuerdo con una de las reivindicaciones 6 a 8, en la que la longitud de la fibra cortada se encuentra en el intervalo entre 30 y 150 mm.
10. Fibra regenerada de celulosa de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, en cuya fabricación, un cociente del estiraje medido en porcentaje en el segundo baño tras la precipitación en el baño de hilatura y la velocidad de retirada final del segundo baño medida en metros por minuto es menor de 2,5, preferentemente es menor de 2,0, en particular es menor de 1,67.
11. Hilo de fibras cortadas, que presenta una fibra regenerada de celulosa de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 10 en forma de una fibra cortada, así como un componente de mezcla adicional preferentemente de fibra de aramida, en donde el porcentaje de la fibra regenerada de celulosa asciende preferentemente al menos al 20 % en peso (con respecto al hilo), más preferentemente al menos al 50 % en peso, en particular preferentemente al menos al 70 % en peso.
12. Producto plano textil, producido con la incorporación de una fibra regenerada de celulosa, en particular de una fibra y/o de un hilo de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 11.
13. Procedimiento para la fabricación de fibras regeneradas de celulosa con elevadas propiedades de resistencia en seco en forma de una fuerza necesaria media por % de extensión en el intervalo entre el 2 y el 7 % de extensión relativa de 1,4 cN/tex o superior, preferentemente al menos 1,6 cN/tex o superior, más preferentemente al menos 1,8 cN/tex o superior y en particular al menos 2,0 cN/tex o superior, en el que se secan online u offline filamentos producidos de acuerdo con el procedimiento de hilatura de filamentos de viscosa, preferentemente manteniendo la tensión en los filamentos y a partir de los filamentos secos se producen fibras cortadas.
14. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 13, en el que se mezcla viscosa después de la adición de un sólido en una relación de cantidades determinada y la mezcla generada de esta manera se hila en húmedo de acuerdo con parámetros determinados y tras la precipitación en el baño de hilatura se estira en un segundo baño y se retira finalmente del mismo, siendo un primer parámetro adimensional formado por el cociente del estiraje medido en porcentaje y la velocidad de retirada final medida en metros por minuto menor de 2,5, preferentemente menor de 2,0, en particular menor de 1,67.
15. Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 13 o 14, en el que la fabricación de las fibras cortadas a partir del multifilamento tiene lugar en estado seco mediante corte o rotura por estiramiento.

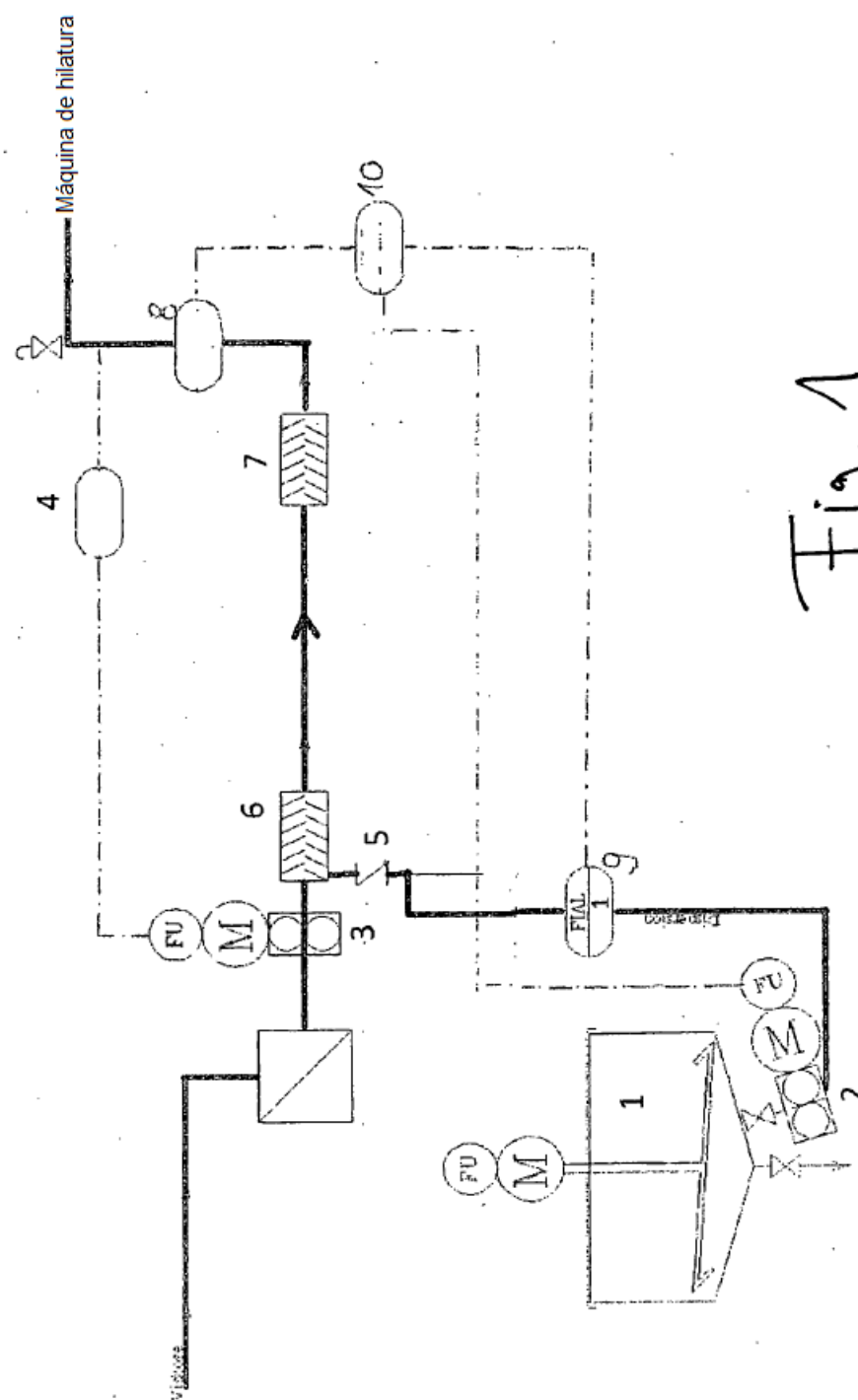


Fig. 1

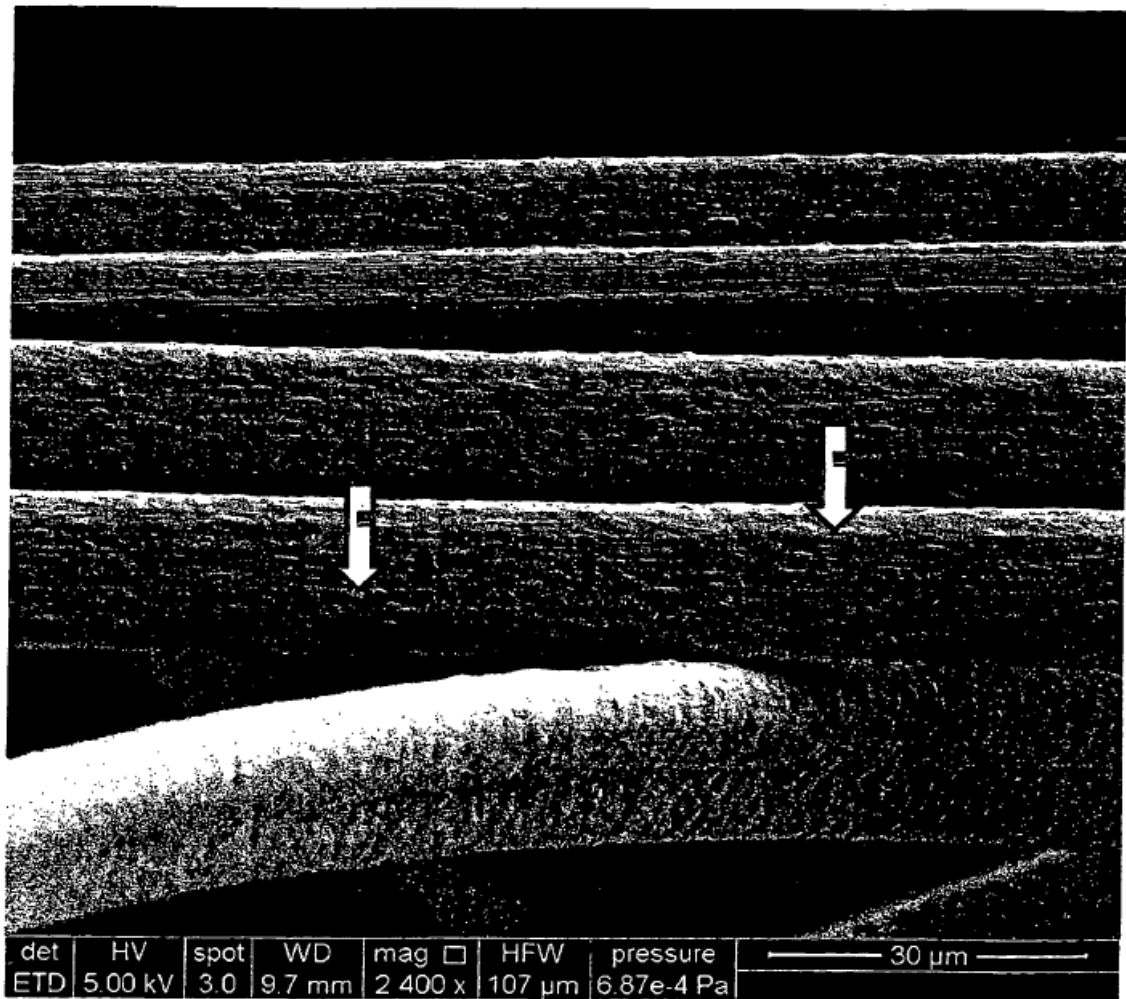


Fig. 2

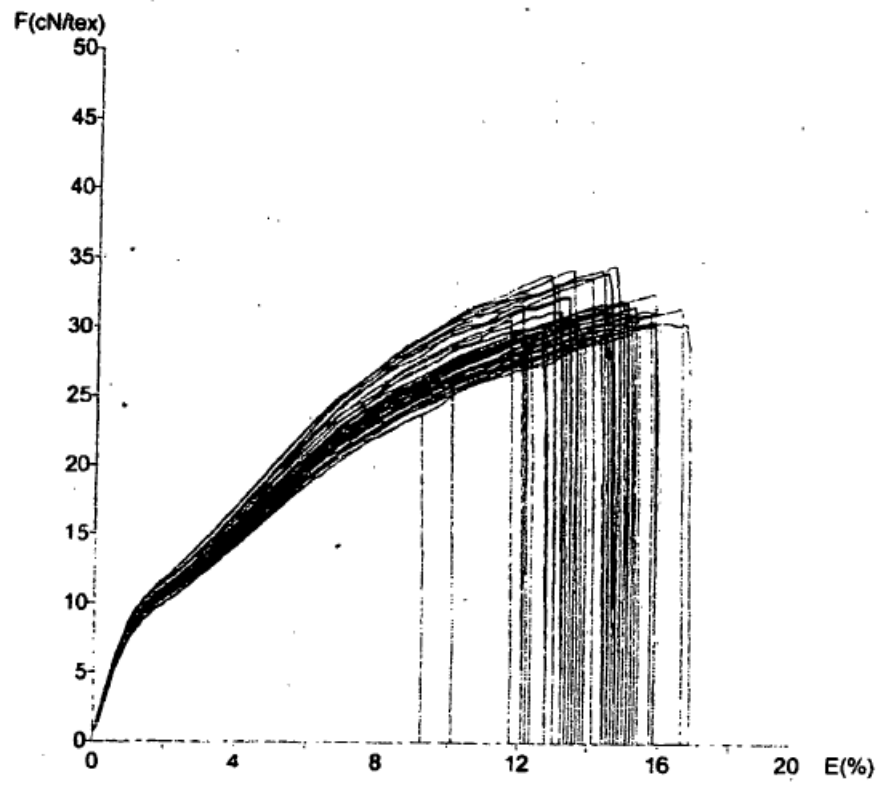


Fig. 3

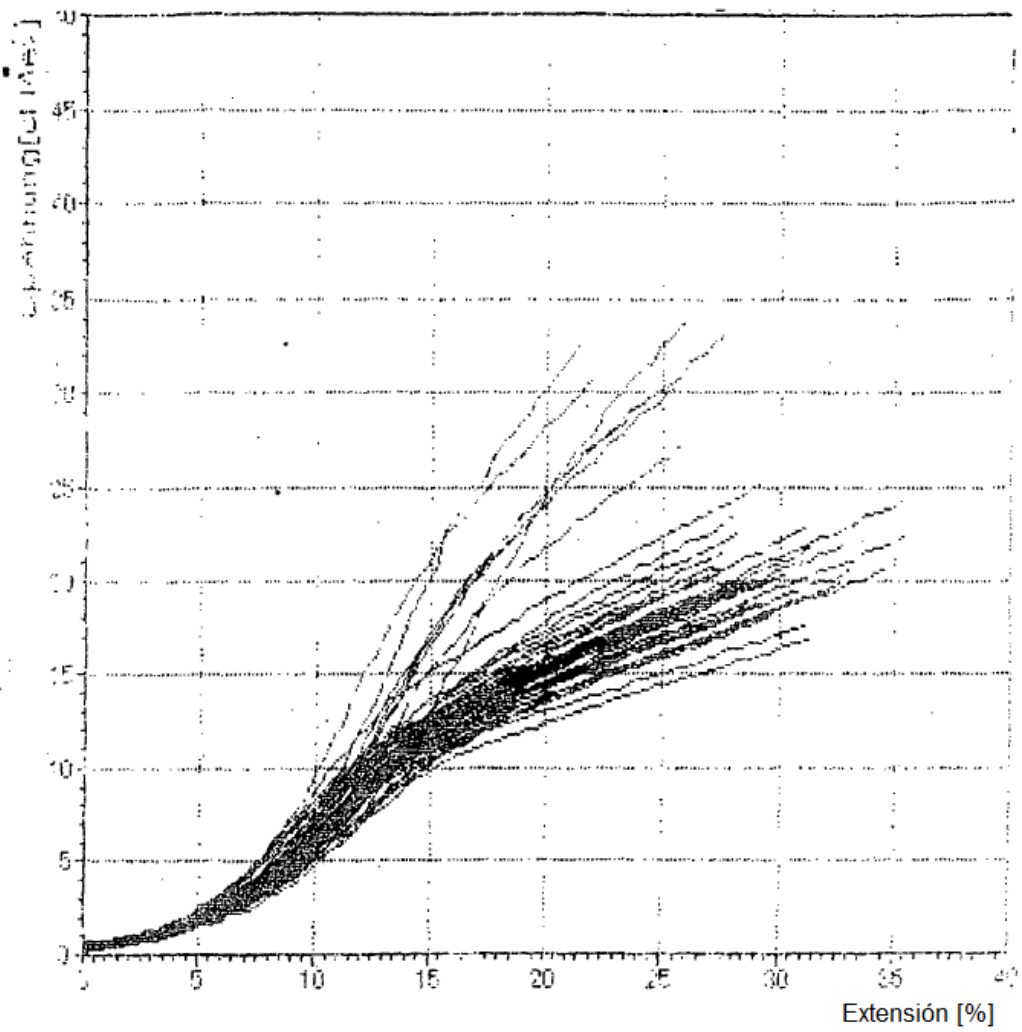


Fig. 4

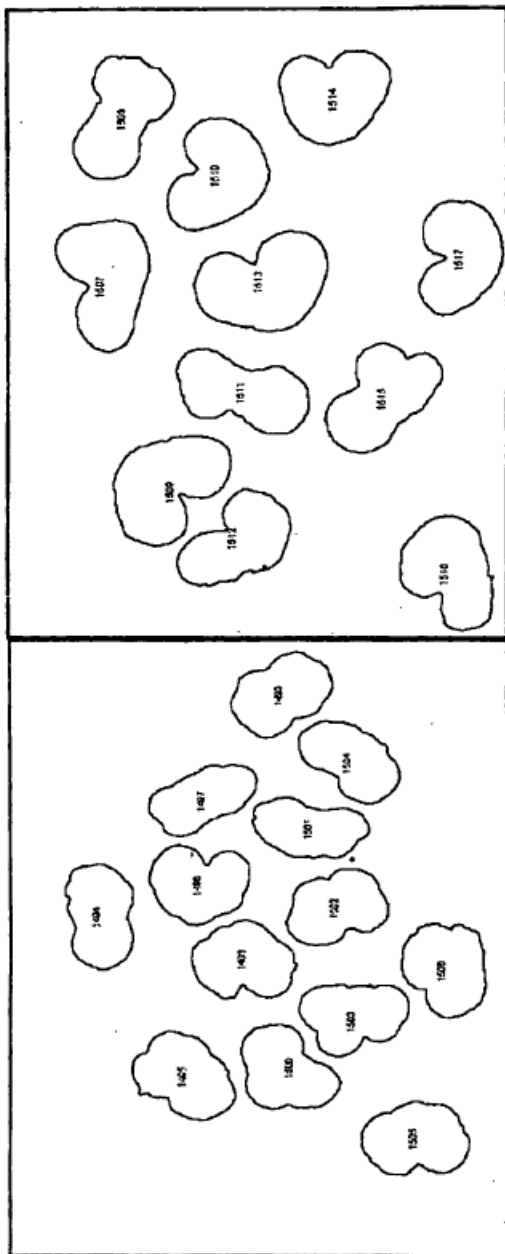


Fig. 5