

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 620 086**

51 Int. Cl.:

D01F 2/00 (2006.01)

D01F 9/00 (2006.01)

C08B 37/00 (2006.01)

C08L 5/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **04.04.2014 PCT/AT2014/000071**

87 Fecha y número de publicación internacional: **09.10.2014 WO2014161018**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **04.04.2014 E 14731533 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **28.12.2016 EP 2981639**

54 Título: **Fibra de polisacárido con capacidad de fibrilación elevada y procedimiento para su preparación**

30 Prioridad:

05.04.2013 AT 2582013

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

27.06.2017

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**DÜRNBERGER, FRANZ;
REDLINGER, SIGRID;
SCHREMPE, CHRISTOPH;
RÜF, HARTMUT;
FIRGO, HEINRICH y
KRONER, GERT**

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 620 086 T3

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

DESCRIPCIÓN

Fibra de polisacárido con capacidad de fibrilación elevada y procedimiento para su preparación

La presente invención se refiere a un procedimiento para la preparación de fibras de polisacárido con capacidad de fibrilación elevada que contienen como sustancia formadora de fibra una mezcla de celulosa y $\alpha(1\rightarrow3)$ -glucano así como a las fibras preparadas a partir de la misma y a su uso.

Estado de la técnica

Los polisacáridos desempeñan un papel cada vez mayor como materiales que pueden obtenerse a partir de materias primas renovables. Uno de los polisacáridos de existencia más común es la celulosa. Las fibras de algodón, que están compuestas casi exclusivamente por celulosa, son un ejemplo de la importancia de los polisacáridos. Pero también están obteniendo cada vez más importancia los materiales obtenidos a partir de otras materias primas celulósicas como, por ejemplo, fibras sintéticas celulósicas.

El nombre genérico "fibras de Lyocell" se ha asignado por la BISFA (The International Bureau for the Standardization of Man-made Fibers) a fibras de celulosa que se preparan en forma de soluciones en un disolvente orgánico sin formación de un derivado.

Hasta ahora, sin embargo, se ha llevado a cabo solo un procedimiento para la preparación industrial de fibras del género Lyocell, a saber el procedimiento de aminóxido. En este procedimiento, se usa como disolvente un aminóxido terciario, preferiblemente N-óxido de N-metilmorfolina (NMMO).

Los aminóxidos terciarios son ya conocidos desde hace tiempo como disolventes alternativos para celulosa. Por el documento US 2.179.181 es conocido por ejemplo que los aminóxidos terciarios son capaces de disolver la celulosa sin derivatización y que a partir de estas disoluciones pueden prepararse cuerpos de moldeo celulósicos como, por ejemplo, fibras. En el documento US 3.447.939, se describen aminóxidos cíclicos como disolvente para celulosa.

Es conocido por el especialista cómo se realiza este procedimiento básicamente desde hace mucho tiempo por muchos documentos de patente y otras publicaciones. Así, entre otros, el documento EP 356.419 B1 describe la preparación de solución y el documento EP 584.318 B1 el hilado de dichas soluciones de celulosa en aminóxidos terciarios que contienen agua.

La materia prima celulósica usada principalmente en el procedimiento de aminóxido es la celulosa, que se obtiene a partir de la madera. Las moléculas de celulosa presentes en la madera, así como también en otras fuentes vegetales de celulosa como linteres de algodón, paja, etc. son de cadena muy larga, es decir, presentan un alto grado de polimerización. Para conseguir una solución de hilado de celulosa industrialmente bien procesable, debe ajustarse selectivamente el grado de polimerización de las moléculas de celulosa, acortándose necesariamente una parte de la molécula de polímero. Esto sucede en el procedimiento de preparación de celulosa habitual, así como también en etapas de pretratamiento separadas como blanqueamiento, tratamiento ácido o irradiación, mediante una escisión de las moléculas de celulosa originalmente largas. Además de cadenas más cortas, con el grado de polimerización perseguido se generan también sin embargo a este respecto fragmentos sustancialmente más cortos como oligómeros o incluso monómeros, que más tarde permanecen en solución en la precipitación de la solución de hilado en el baño de precipitación, no contribuyen a la formación de fibra y por tanto se pierden. Las pérdidas de materia prima producidas de este modo pueden ser considerables y perjudican la economía del procedimiento de aminóxido general.

Las fibras de Lyocell presentan propiedades textilmecánicas notables como una alta resistencia en estado seco y húmedo, pero tienden a la fibrilación en procesos de lavado a causa de su estructura fibrilar. Se entiende por fibrilación la separación de fragmentos de fibras por el esfuerzo mecánico de las fibras en estado húmedo, en los productos textiles esto puede conducir a la aparición de pilosidad de las estructuras planas y a un agrisamiento. Esta aparición se considera en general indeseada en el campo textil. La disminución de la fibrilación es por tanto el tema de un gran número de patentes.

En una serie de aplicaciones, sin embargo, influye ventajosamente la capacidad de las fibras de Lyocell de fibrilar. En el campo de los no tejidos, las fibras capaces de fibrilación dan lugar después de consolidación por chorro de agua a napas con resistencia y cubrimiento más elevados. Los materiales de filtro preparados de este modo muestran para muchas mezclas de sustancias una capacidad de separación mejorada. En aplicaciones de papel, se consiguen productos de resistencia elevada con el uso de fibras fibriladas.

Aunque las fibras de Lyocell presentan una tendencia mayor a fibrilar en comparación con otras fibras de celulosa, es deseable para algunas aplicaciones una capacidad de fibrilación aún mayor.

El documento US 5.725.821 describe una fibra de celulosa con capacidad de fibrilación elevada, conseguida mediante hilado de una disolución de celulosa con un grado de polimerización de la celulosa de como máximo 450 y una concentración de celulosa de al menos un 16% en la solución de hilado. Las desventajas de este proceso son el empleo de una celulosa de baja polimerización más cara, así como la alta concentración de celulosa, que conduce a

masas de hilado con muy altas viscosidades.

El documento US 6.042.769 describe igualmente una fibra de celulosa con una capacidad de fibrilación elevada en la que las fibras se someten a condiciones de blanqueamiento que conducen a una fuerte reducción del grado de polimerización. Se utiliza una alta concentración de peróxido de hidrógeno o hipoclorito de sodio, así como un tratamiento posterior con vapor. Este proceso tiene sin embargo la desventaja de que, además de la mejora deseada del comportamiento de fibrilación, se produce una drástica reducción de la resistencia y del alargamiento (hasta un 50%).

El documento US 7.000.000 describe fibras por hilado de una disolución de polisacáridos que están sustancialmente compuestas por unidades repetidas de hexosa que están unidas por enlaces glicosídicos $\alpha(1\rightarrow3)$. Estos polisacáridos pueden prepararse poniendo en contacto una disolución acuosa de sacarosa con glucosiltransferasa GtfJ, aislada de *Streptococcus salivarius* (Simpson *et al.* Microbiology, vol. 41, pág. 1451-1460 (1995)). "Sustancialmente" significa en este contexto que dentro de la cadena de polisacárido pueden aparecer defectos puntuales en los que aparecen otras configuraciones de enlace. Estos polisacáridos deben designarse con los fines de la presente invención como " $\alpha(1\rightarrow3)$ -glucano".

El documento US 7.000.000 divulga en primer lugar las posibilidades para la preparación enzimática de $\alpha(1\rightarrow3)$ -glucano a partir de monosacáridos. De este modo, pueden prepararse polisacáridos de cadena relativamente corta sin pérdida de constituyentes monoméricos, ya que las cadenas poliméricas se construyen a partir de constituyentes monoméricos. En contraposición con la preparación de moléculas de celulosa de cadena más corta, la preparación de $\alpha(1\rightarrow3)$ -glucano es más económica cuanto más cortas son las cadenas poliméricas, ya que entonces es necesario solo un bajo tiempo de residencia en los reactores.

Según el documento US 7.000.000, el $\alpha(1\rightarrow3)$ -glucano debe derivatizarse, preferiblemente acetilarse. El disolvente es preferiblemente un ácido orgánico, un compuesto halogenado orgánico, un alcohol fluorado o una mezcla de dichos componentes. Estos disolventes son caros y complicados de regenerar.

Se ha intentado por tanto utilizar $\alpha(1\rightarrow3)$ -glucanos en lugar de celulosa en un procedimiento de aminóxido en las condiciones de procedimiento industrial empleadas comercialmente. Lamentablemente, se ha mostrado que, en estas condiciones, los $\alpha(1\rightarrow3)$ -glucanos no pueden procesarse satisfactoriamente hasta fibras.

Sobre las propiedades de fibrilación de las fibras preparadas de este modo, el documento US 7.000.000 no divulga nada.

Objetivo

El objetivo consistía en poner a disposición una fibra de polisacárido con capacidad de fibrilación elevada, así como un procedimiento para su preparación, que no presentaran las desventajas anteriormente citadas frente a este estado de la técnica. La materia prima de polisacárido debería prepararse económicamente y el procedimiento de procesamiento debería ser conocido y económico así como practicable con equipos existentes.

Descripción de la invención

La solución del objetivo anteriormente descrito consiste en un procedimiento para la preparación de una fibra de Lyocell con capacidad de fibrilación elevada, particularmente con un valor de NSF de menos de 45, conteniendo la disolución de hilado aminóxido acuoso y como sustancia formadora de fibra una mezcla de celulosa y $\alpha(1\rightarrow3)$ -glucano. Una fibra tal debe designarse con los fines de la presente invención igualmente como fibra de Lyocell, aunque contiene además de celulosa otro polisacárido formador de fibras adicional, a saber $\alpha(1\rightarrow3)$ -glucano.

Con los fines de la presente invención, el término "fibra" debe comprender tanto fibras cortas con longitud de corte definida como filamentos continuos. Todos los principios de la invención descritos a continuación se aplican básicamente tanto a fibras cortas como a filamentos continuos

El título de fibra individual de las fibras según la invención puede ascender a entre 0,1 y 10 dtex. Preferiblemente, está entre 0,5 y 6,5 dtex y con especial preferencia entre 0,9 y 3,0 dtex. En el caso de fibras cortas, la longitud de corte asciende habitualmente a entre 0,5 y 120 mm, preferiblemente entre 20 y 70 mm y con especial preferencia entre 35 y 60 mm. En el caso de filamentos continuos, el número de filamentos individuales en el hilo de filamentos asciende a entre 50 y 10.000, preferiblemente entre 50 y 3.000.

El $\alpha(1\rightarrow3)$ -glucano puede prepararse poniendo en contacto una solución acuosa de sacarosa con glucosiltransferasa GtfJ aislada de *Streptococcus salivarius* (Simpson *et al.* Microbiology, vol. 41, pág. 1451-1460 (1995)).

En una forma de realización preferida del procedimiento según la invención, el $\alpha(1\rightarrow3)$ -glucano está compuesto por al menos un 90% de unidades de hexosa y al menos un 50% de las unidades de hexosa están unidas por enlaces glicosídicos $\alpha(1\rightarrow3)$.

El procedimiento para la preparación de la fibra según la invención está compuesto por las siguientes etapas:

1. Preparación de una solución de hilado que contiene aminóxido acuoso así como, como sustancia formadora de fibra, una mezcla de celulosa y $\alpha(1\rightarrow3)$ -glucano según uno de los dos siguientes métodos.

- a. El $\alpha(1\rightarrow3)$ -glucano puede añadirse en forma de una disolución en aminóxido acuoso de la disolución de celulosa preparada mediante métodos conocidos.
- b. El $\alpha(1\rightarrow3)$ -glucano puede añadirse a la celulosa ya antes de la puesta en contacto con el aminóxido acuoso.

2. Extrusión de la disolución de hilado a través de una boquilla por un hueco de aire en un baño de hilado que contiene aminóxido acuoso, lavado de la fibra regenerada para la eliminación del aminóxido y secado.

La concentración de la sustancia formadora de fibras en la disolución de hilado puede ascender a entre 5 y 20% en peso, preferiblemente es de 8 a 15% en peso, con especial preferencia de 10 a 14% en peso.

La sustancia formadora de fibras en el procedimiento según la invención puede contener entre 1 y 99% en peso de $\alpha(1\rightarrow3)$ -glucano. Se prefiere especialmente una proporción de $\alpha(1\rightarrow3)$ -glucano entre 5 y 30% en peso y con muy especial preferencia una proporción de $\alpha(1\rightarrow3)$ -glucano entre 10 y 20% en peso. Por debajo del 5%, el efecto elevador de la fibrilación de la adición de $\alpha(1\rightarrow3)$ -glucano es demasiado bajo para aplicaciones habituales de las fibras según la invención; por encima del 30%, pueden aparecer en cantidad creciente adhesiones de fibras en el proceso de hilado. Ambos límites pueden superarse sin embargo en condiciones especiales o para aplicaciones especiales de las fibras según la invención; también las fibras con una proporción de $\alpha(1\rightarrow3)$ -glucano entre 1 y 5% en peso o entre 30 y 99% en peso están comprendidas expresamente dentro del alcance de la presente invención. Por ejemplo, a una densidad de orificios baja de la boquilla de hilado, es decir mayor distancia entre los filamentos individuales en el hueco de aire, el peligro de adhesión es sustancialmente menor.

El grado de polimerización del $\alpha(1\rightarrow3)$ -glucano utilizado en el procedimiento según la invención, expresado como media ponderada DP_w , puede encontrarse entre 200 y 2000; se prefieren valores entre 500 y 1000. El aminóxido es preferiblemente N-óxido de N-metilmorfolina.

En el procedimiento según la invención, se prefieren además los siguientes parámetros de procedimiento: temperatura de extrusión de la solución de hilado por la boquilla entre 90 y 135 °C, especialmente entre 120 y 130 °C; descarga de boquilla de la boquilla de hilado según el título de fibra individual pretendido de entre 0,01 y 0,2 g/orificio-min, preferiblemente entre 0,02 y 0,1 g/orificio-min; longitud del hueco de aire de entre 7 y 70 mm; particularmente entre 20 y 35 mm; concentración de NMMO en el baño de hilado acuoso de entre 0 y 35% en peso, especialmente entre 0 y 25% en peso.

Es también objeto de la presente invención una fibra de Lyocell que contiene celulosa y $\alpha(1\rightarrow3)$ -glucano.

Según la invención, la sustancia formadora de fibra de la fibra según la invención puede contener entre 1 y 99% en peso de $\alpha(1\rightarrow3)$ -glucano. Se prefiere especialmente una proporción de $\alpha(1\rightarrow3)$ -glucano de entre 5 y 30% en peso y se prefiere muy especialmente una proporción de $\alpha(1\rightarrow3)$ -glucano de entre 10 y 20% en peso. Por debajo del 5%, el efecto económico de la adición de $\alpha(1\rightarrow3)$ -glucano es demasiado bajo para aplicaciones habituales; por encima del 30%, pueden aparecer adhesiones de fibras en cantidad creciente. Ambos límites pueden superarse sin embargo en casos especiales o para aplicaciones especiales de las fibras según la invención; también las fibras con una proporción de $\alpha(1\rightarrow3)$ -glucano entre 1 y 5% en peso o entre 30 y 99% en peso están comprendidas expresamente dentro del alcance de la presente invención.

En una forma de realización preferida, el $\alpha(1\rightarrow3)$ -glucano de la fibra de Lyocell según la invención está compuesto por al menos un 90% de unidades de hexosa y al menos un 50% de las unidades de hexosa están unidas a través de enlaces glicosídicos $\alpha(1\rightarrow3)$.

Es igualmente objeto de la presente invención el uso de las fibras según la invención para la preparación de productos textiles como hilos, tejidos, tejidos de punto o ganchillo.

Sorprendentemente, se ha encontrado que las fibras según la invención son muy bien adecuadas, mejor que las fibras de Lyocell comerciales sin $\alpha(1\rightarrow3)$ -glucano, para preparar mediante métodos de tratamiento que son básicamente conocidos por el especialista para el procesamiento de fibras de Lyocell, por ejemplo en Schmidt M., Lenzinger Berichte 9 (1994), pág. 95-97, artículos textiles con efecto de piel de melocotón. Esta idoneidad se basa en la alta tendencia a la fibrilación de las fibras según la invención.

Para eliminar las fibrillas de la superficie de las fibras que aparecen en distintas etapas de tratamiento de la cadena textil, se emplea a menudo la denominada etapa de pulido mecánico ("mechanical polishing") o también una etapa de pulido enzimático ("Bio-Polishing", véase por ejemplo Schmidt M., Lenzinger Berichte 9 (1994), pág. 95-97). Las fibras según la invención son muy bien adecuadas básicamente para uso en un procedimiento de preparación de artículos textiles en que se emplee dicha etapa de pulido mecánico o enzimático. Dicho uso de las fibras según la

invención es por tanto igualmente objeto de la presente invención. Las estructuras planas coloreadas preparadas a partir de las fibras según la invención (artículos textiles) presentan además una resistencia a la abrasión en blanco mejorada y muestran después del lavado menor agrisamiento y menor frisado.

Las fibras según la invención son especialmente bien adecuadas para todos los productos que puedan prepararse en procedimientos por vía seca o húmeda. Se cuentan entre ellos por ejemplo todas las aplicaciones de papel y napas, los denominados productos no tejidos. Mediante un intenso esfuerzo mecánico en las fibras según la invención, dispersadas en un líquido como por ejemplo agua, puede causarse igualmente la fibrilación. Son aparatos adecuados, por ejemplo, los refinadores utilizados también en la industria papelera. Las fibras según la invención forman, frente a las fibras de Lycell de 100% de celulosa, fibrillas más gruesas, con lo que estas fibras fibriladas son especialmente bien adecuadas para las aplicaciones de no tejidos citadas anteriormente.

Además, las fibras según la invención son muy bien adecuadas para todas las aplicaciones en que se utilizan en forma muy acortada para tratamiento superficial de otros cuerpos de moldeo o superficies. Se cuentan entre ellas, entre otros, recubrimientos superficiales y flocajes. Las fibras según la invención se preparan así con una longitud de 10 hasta aprox. 500 µm, por ejemplo mediante corte o molienda en un molino de corte.

A continuación, se describe la invención mediante ejemplos. La invención no está limitada sin embargo expresamente a estos ejemplos, sino que comprende también todas las demás formas de realización que se basan en el mismo concepto de la invención.

Ejemplos

Determinación del comportamiento de fibrilación según el método de abrasión en húmedo:

Se aplicó el procedimiento descrito en la publicación de Helfried Stöver: "Zur Fasernassscheuerung von Viskosefasern" Faserforschung und Textiltechnik 19 (1968) cuaderno 10, páginas 447-452. En el presente caso, se llevaron a cabo los ensayos con la máquina de ensayo de abrasión correspondiente a uno de estos métodos, que se comercializa con la referencia Delta 100 por la compañía Lenzing Instruments. Otras compañías producen aparatos comparables con los que pueden llevarse a cabo igualmente los métodos anteriormente citados. Apartándose de la publicación anteriormente citada, se desplazó la fibra durante la medida en la dirección longitudinal para evitar la formación de muescas sobre el haz de filamentos. Fuente de referencia del haz de filamentos: compañía Vom Baur GmbH & KG, Marktstraße 34, D-42369 Wuppertal.

El principio se basa en la abrasión de fibras individuales en estado húmedo mediante un eje de acero giratorio que está recubierto con un haz de filamentos de viscosa. El haz se humedece constantemente con agua. Se evalúa el número de revoluciones hasta que la fibra se desgasta y se desgarran y el peso de pretensión provoca un contacto, y se relacionan con ello los títulos de fibra respectivos. El resultado corresponde al valor de NSF ("resistencia a la abrasión en húmedo"). Por encima de una NSF= 300, se habla de baja fibrilación, por debajo de una NSF= 50, de alta fibrilación.

Condiciones de ensayo: cantidad de caudal de agua: 8,2 ml/min; velocidad de revolución: 500 rpm; ángulo de abrasión: 50 °; peso de pretensión: 70 mg.

Determinación del comportamiento de fibrilación según el ensayo de agitación:

Se ponen 8 fibras con una longitud de 20 mm con 4 ml de agua en un matraz de muestra de 20 ml y se agitan durante 9 horas con un aparato agitador de laboratorio de tipo RO-10 de la compañía Gerhardt (Bonn) a nivel 12. Se califica el comportamiento de las fibrillas de las fibras después bajo microscopio de luz polarizada. Este ensayo se describe por ejemplo también en el documento WO 1997/07266 A1.

Se evaluó el grado de polimerización de $\alpha(1\rightarrow3)$ -glucano mediante GPC en DMAc/LiCl. A continuación, se indica siempre la media ponderada del grado de polimerización (DP_w).

Ejemplos 1-7:

Se hilan soluciones de hilado respectivamente con 13% en peso de sólido (celulosa + $\alpha(1\rightarrow3)$ -glucano)/77% en peso de N-óxido de N-metilmorfolina/10% en peso de agua a 130 °C por una boquilla con un hueco de aire (de 30 mm de longitud) en agua. Se soplo en el hueco de aire el aire secado (es decir, humedad= 0% de HR) o aire húmedo (es decir, 80% de HR) a temperatura ambiente. La descarga de boquilla de la boquilla de hilado ascendía a 0,05 g/orificio·min. Se utilizó como materia prima celulósica una celulosa Saiccor con una viscosidad SCAN de 450 ml/g. Se usaron $\alpha(1\rightarrow3)$ -glucanos con dos grados de polimerización distintos. Las cantidades de glucano se refieren a la proporción de $\alpha(1\rightarrow3)$ -glucano en la sustancia formadora de fibra. Las propiedades de las fibras obtenidas se indican en la Tabla 1:

Tabla 1:

Ejemplo	Adición	Cantidad de glucano, %	% de HR	Título, dtex	FFk, cN/tex	FDk, %	FFn, cN/tex	FDn, %	NSF, U/dtex
1 ejemplo comparativo	Sin	-	0	1,58	34,2	10,1	27,0	11,9	50
2	Glucano de DP _w 1000	5	0	1,58	34,5	11,2	26,4	14,7	43
3	Glucano de DP _w 1000	10	0	1,59	31,8	10,7	20,9	14,7	26
4	Glucano de DP _w 1000	20	0	1,61	27,4	9,2	16,3	9,2	5
5	Glucano de DP _w 800	20	0	1,65	25,4	9,6	18,6	10,7	7
6 ejemplo comparativo	Sin	-	80	1,33	33,2	11,4	28,7	15,5	52
7	Glucano de DP _w 1000	20	80	1,23	269	9,6	18,4	10,7	11
Significan a este respecto: FFk resistencia de fibra condicionada FDk alargamiento de fibra condicionado FFn resistencia de fibra en húmedo FDn alargamiento de fibra en húmedo NSF comportamiento de fibrilación (revoluciones por dtex hasta desgarro de fibra)									

Ejemplos 8-9:

Se hilaron soluciones de hilado respectivamente con 13% en peso de sólido (celulosa + $\alpha(1\rightarrow3)$ -glucano)/76% en peso de N-óxido de N-metilmorfolina/11% en peso de agua a 120 °C por una boquilla con un hueco de aire (de 25 mm de longitud) en NMMO al 25%. Se sopló en el hueco de aire el aire húmedo (es decir, humedad= 80% de HR) a temperatura ambiente. La descarga de boquilla de la boquilla de hilado ascendía a 0,05 g/orificio·min. Se utilizó como materia prima celulósica una celulosa Saiccor con una viscosidad SCAN de 450 ml/g. La cantidad de glucano se refiere a la proporción de $\alpha(1\rightarrow3)$ -glucano en la sustancia formadora de fibra. Las propiedades de las fibras obtenidas se indican en la Tabla 2:

Tabla 2:

Ejemplo	Adición	Cantidad de glucano, %	% de HR	Título, dtex	FFk, cN/tex	FDk, %	FFn, cN/tex	FDn, %	NSF, U/dtex
8 ejemplo comparativo	Sin	-	80	1,26	35,7	10,1	29,7	15,0	53
9	Glucano de DP _w 1000	20	80	1,23	31,8	10,3	23,8	14,0	23

Evaluación óptica de la fibrilación según la prueba de agitación:

Las fibras que contienen glucano según la invención del Ejemplo 9 (Fig. 3 y 4) muestran, en comparación con las fibras de celulosa pura del Ejemplo 8 (Fig. 1 y 2) después de 9 horas de tiempo de agitación un aspecto totalmente diferente de las fibrillas. En él es reconocible que las fibras según la invención forman fibrillas sustancialmente más largas y gruesas.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la producción de una fibra de Lyocell con capacidad de fibrilación elevada, particularmente con un valor de NSF de menos de 45, caracterizado porque la solución de hilado contiene aminóxido acuoso y como sustancia formador de fibra una mezcla de celulosa y $\alpha(1\rightarrow3)$ -glucano.
- 5 2. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que la sustancia formadora de fibra contiene entre 1 y 99% en peso, preferiblemente entre 5 y 30% en peso, de $\alpha(1\rightarrow3)$ -glucano.
3. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que el aminóxido es N-óxido de N-metilmorfolina.
4. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que el $\alpha(1\rightarrow3)$ -glucano está compuesto por al menos un 90% de unidades de hexosa y al menos un 50% de las unidades de hexosa están unidas por enlaces glicosídicos $\alpha(1\rightarrow3)$.
- 10 5. Procedimiento según las reivindicaciones precedentes, en el que la fibra es una fibra corta o un filamento continuo.
6. Fibra de Lyocell con capacidad de fibrilación elevada, particularmente con un valor de NSF menor de 45, caracterizada porque contiene celulosa y $\alpha(1\rightarrow3)$ -glucano.
- 15 7. Fibra de Lyocell según la reivindicación 6, en la que la sustancia formadora de fibra contiene entre 1 y 99% en peso, preferiblemente entre 5 y 30% en peso, de $\alpha(1\rightarrow3)$ -glucano.
8. Fibra de Lyocell según la reivindicación 6, en la que el $\alpha(1\rightarrow3)$ -glucano está compuesto por al menos un 90% de unidades de hexosa y al menos un 50% de las unidades de hexosa están unidas por enlaces glicosídicos $\alpha(1\rightarrow3)$.
- 20 9. Fibra según las reivindicaciones precedentes, en la que la fibra es una fibra corta o un filamento continuo.
10. Uso de la fibra según la reivindicación 6 para la producción de productos textiles como hilos, tejidos, tejidos de punto o ganchillo.
11. Uso de la fibra según la reivindicación 6 para la producción de artículos textiles con efecto de piel de melocotón.
- 25 12. Uso de la fibra según la reivindicación 6 en un procedimiento de producción de artículos textiles en que se emplea una etapa de pulido mecánico o enzimático.
13. Uso de la fibra según la reivindicación 6 para la preparación de napas.
14. Uso de la fibra según la reivindicación 6 para la preparación de papel
15. Uso según las reivindicaciones precedentes, en el que la fibra es una fibra corta o un filamento continuo.

Fig. 1:

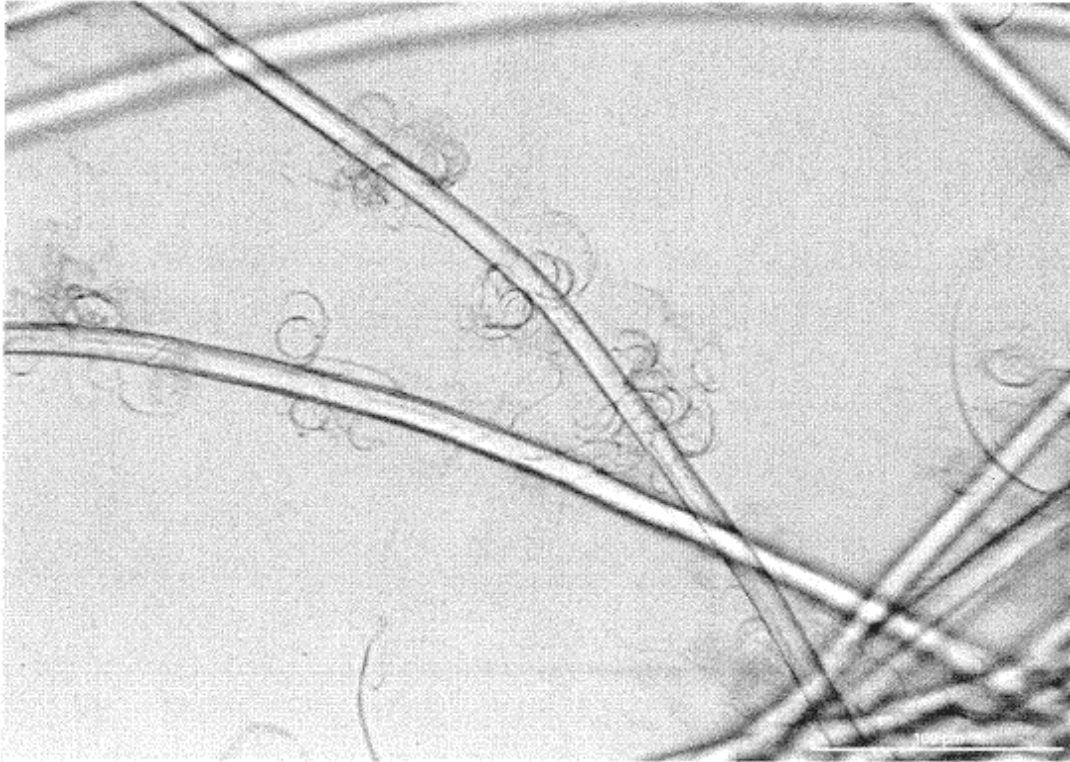


Fig. 2:

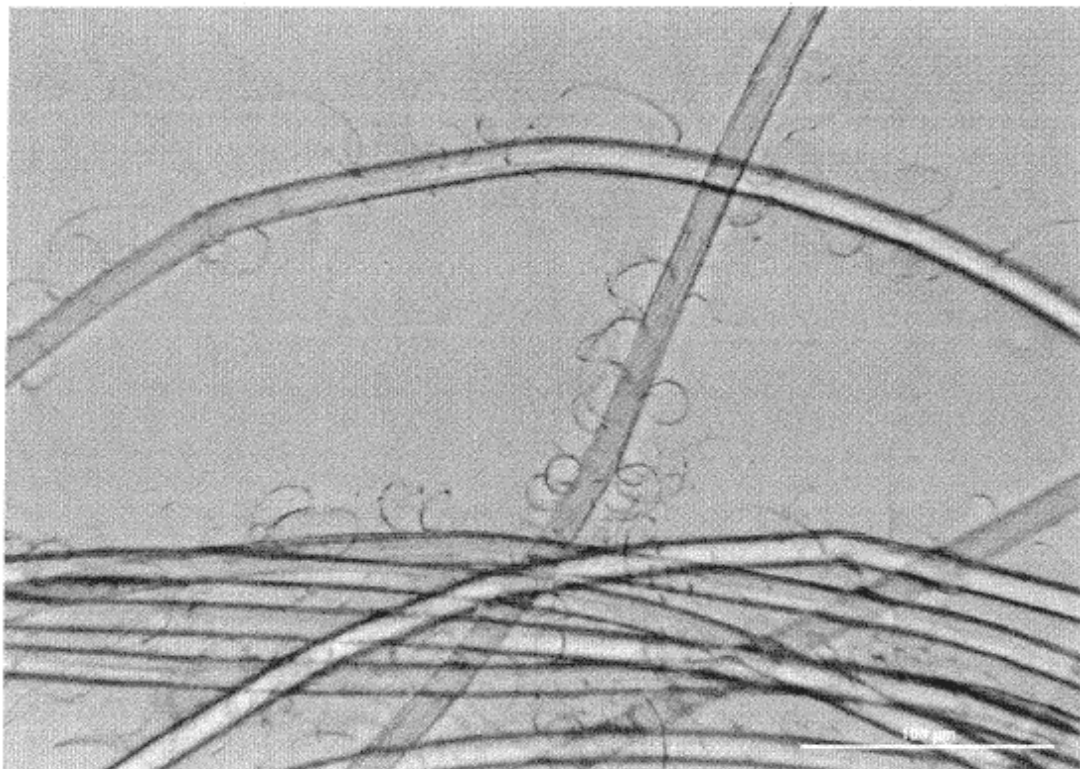


Fig. 3:

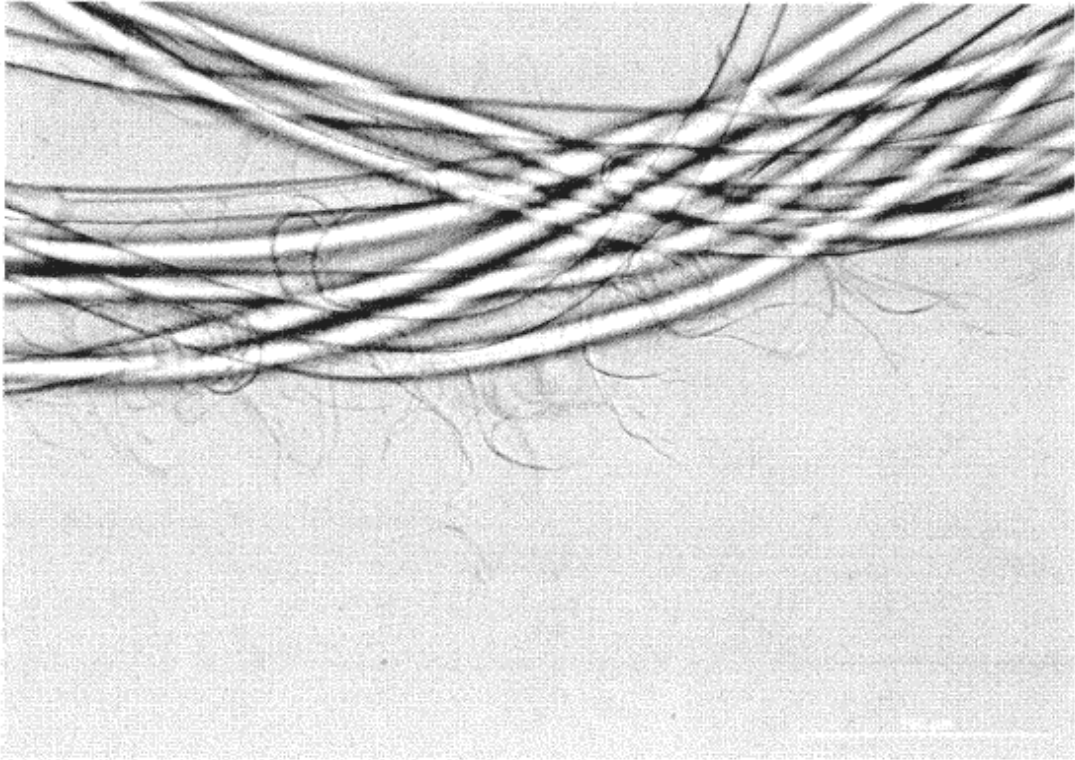


Fig. 4:

