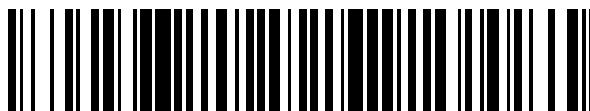


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 621 008**

51 Int. Cl.:

D04H 1/4258	(2012.01)
D04H 1/4391	(2012.01)
D04H 3/013	(2012.01)
D04H 3/018	(2012.01)
D01D 5/06	(2006.01)
D01D 5/253	(2006.01)
D01F 2/08	(2006.01)
D21H 13/08	(2006.01)
D21H 15/02	(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **12.11.2012 PCT/EP2012/072387**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **06.06.2013 WO2013079305**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **12.11.2012 E 12783245 (9)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **04.01.2017 EP 2785899**

54 Título: **Fibras de celulosa regeneradas**

30 Prioridad:

29.11.2011 EP 11191093

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
30.06.2017

73 Titular/es:

**KELHEIM FIBRES GMBH (100.0%)
Regensburger Strasse 109
93309 Kelheim, DE**

72 Inventor/es:

**HARMS, HAIO;
BERNT, INGO y
ROGGENSTEIN, WALTER**

74 Agente/Representante:

ARIAS SANZ, Juan

ES 2 621 008 T3

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

DESCRIPCIÓN

Fibras de celulosa regeneradas

La presente invención se refiere a una fibra de celulosa regenerada en forma de una fibra plana de viscosa maciza.

5 Se conocen fibras planas y su producción. Las fibras planas presentan, a diferencia de las de sección de fibra transversal normalmente esencialmente redonda, una sección esencialmente plana o alargada.

10 Las fibras planas celulósicas se pueden producir por un lado mediante hilado de una celulosa o de una masa de hilado que contiene un derivado de celulosa mediante boquillas de hilado en forma de ranura. En el caso de fibras de viscosa, se pueden producir fibras planas alternativamente en forma de fibras huecas colapsadas. A este respecto, se mezcla un gas, por ejemplo, nitrógeno o un propelente, por ejemplo, carbonato de sodio, con la viscosa hilada. En el hilado de fibras mediante boquillas convencionales, se generan fibras huecas, cuya pared sin embargo en la elección de las condiciones de procedimientos correspondientes es tan delgada que las fibras colapsan y luego se presentan en forma de fibras planas.

15 El artículo de CR. Woodings, A. J. Bartholomew; "*The manufacture properties and uses of inflated viscose rayon fibres*"; TAPPI Nonwovens Symposium; 1985; páginas 155-165. Fuente: [http://www.nonwoven.co.uk/publications cat4.php](http://www.nonwoven.co.uk/publications/cat4.php), describe distintos tipos de fibras huecas y su uso.

El documento WO 2006/134132 describe el uso de fibras planas de viscosa en un material compuesto de fibras con el fin de mejorar la solubilidad de los materiales compuestos en agua. Las fibras planas usadas presentan según el documento WO 2006/134132 preferiblemente una superficie acanalada (en forma de almena) y se producen a diferencia de las fibras huecas colapsadas mediante hilado con una boquilla de ranura.

20 La producción de fibras planas celulósicas se conoce, por ejemplo, de los documentos GB 945.306 A, US 3.156.605 A, US 3.318.990, GB 1.063.217 A. Tales fibras se han propuesto, como se describe en parte en los documentos anteriormente citados, de forma particular para el uso en la producción de papel.

25 El documento DE 1.254.955 así como el documento GB 1.064.475 se ocupan de papel que se produce a partir de fibras de viscosa con sección plana. Estos documentos describen a este respecto como valorable que las fibras presenten alta transparencia de modo que también el papel producido a partir de las fibras sea transparente.

30 Para la producción de fibras de viscosa planas, el documento DE 1.254.955 describe cinco variantes distintas. Para la producción de una fibra transparente se da a conocer sin embargo en concreto solo un ejemplo de realización. En este ejemplo se mezcla en la masa de hilado de viscosa una sustancia de alto peso molecular que se hincha en agua, a saber poli(alcohol vinílico) (PVA). Igualmente se aporta a la masa de hilado carbonato de sodio. Las fibras resultantes es por tanto una fibra hueca colapsada, que contiene determinada proporción de PVA.

La presente invención parte del objetivo de proporcionar una fibra plana de viscosa, que presente alta transparencia y sea adecuada de forma particular para la producción de papel.

El objetivo de la presente invención se consigue con una fibra de celulosa regenerada en forma de una fibra plana de viscosa maciza con las siguientes propiedades:

- 35
- la fibra se compone en más del 98 % de celulosa
 - la relación de anchura B a espesor D de la fibra es de 10:1 o superior
 - la superficie de la fibra es esencialmente lisa
 - la fibra es esencialmente transparente.

40 La invención se refiere por otra parte a un haz de fibras, que contiene la fibra de celulosa de acuerdo con la invención, a un procedimiento para la producción de las fibras de celulosa de acuerdo con la invención o bien del haz de fibras, así como al uso de fibras de celulosa de acuerdo con la invención o bien del haz de fibras para la producción de napas y papel.

En un aspecto adicional, la presente invención se refiere a un papel que contiene las fibras de celulosa de acuerdo con la invención.

45 Breve descripción de las figuras

La figura 1 muestra secciones transversales de fibras de acuerdo con la invención.

La figura 2 muestra una vista longitudinal de una fibra de acuerdo con la invención.

La figura 3 muestra una imagen REM de la superficie de una fibra de acuerdo con la invención.

La figura 4 muestra una imagen REM de la sección transversal de fibras de acuerdo con la invención.

La figura 5 muestra secciones transversales de fibras según un ejemplo comparativo.

La figura 6 muestra secciones transversales de fibras según otro ejemplo comparativo.

La figura 7 muestra secciones transversales de fibras según otro ejemplo comparativo.

La figura 8 muestra la vista longitudinal de una fibra según un ejemplo comparativo.

5 La figura 9 muestra la imagen REM de la superficie de una fibra según un ejemplo comparativo.

Descripción detallada de la invención

La presente invención se refiere a una fibra plana de viscosa masiva con alta transparencia.

10 Con "macizo", se entiende a los efectos de la presente invención una fibra de celulosa que no presenta estructura hueca o colapsada alguna. La fibra de celulosa maciza según la presente invención no presenta de forma particular cavidad alguna y no presenta, por ejemplo debido al colapso de una fibra hueca, líneas de separación resultantes.

Se ha encontrado de forma sorprendente que es posible producir fibras planas de viscosa con mayor transparencia, que son macizas y no contienen proporción alguna reseñable de sustancias de alto peso molecular hinchables.

15 Preferiblemente, la fibra de acuerdo con la invención se compone esencialmente por completo de celulosa. Con "esencialmente", se entiende a este respecto que, aparte de lo habitual en el marco del procedimiento de la viscosa, están contenidos coadyuvantes de proceso contenidos en el producto final como, por ejemplo, un agente abrillantador sin más constituyentes, en particular sin sustancias de alto peso molecular hinchables en agua. La aplicación de agente abrillantador alcanza de forma típica un 0,1 % y no más de un 0,3 %.

La superficie de la fibra plana de acuerdo con la invención es esencialmente lisa. Con la "superficie", se entienden a este respecto las dos superficies que definen la cara ancha de la fibra.

20 Con "esencialmente liso", se entiende de forma particular que la fibra aparte de su zona del borde no presenta esencialmente surcos en la dirección longitudinal, que presenta una profundidad de surcos de más del 10%, de forma particular más del 5% del espesor de fibras. Como "surcos" se entienden a este respecto pequeñas protuberancias en la dirección longitudinal típicas para fibras de viscosa convencionales, en relación a la anchura de las fibras, como por ejemplo las que se evidencian en las figuras 5 y 9.

25 Debido a los procesos de encogimiento típicos para fibras de viscosa, no se puede evitar en la mayor parte de los casos la presencia de un surco o protuberancia más profundo en las zonas del borde de las fibras.

Las dos superficies de las fibras, que definen la cara ancha de las fibras, están preferiblemente en una zona de al menos 90 % de la superficie de las fibras paralelas entre si.

Se prefiere una relación de anchura B a espesor D de la fibra de acuerdo con la invención de 20:1 o mayor.

30 El título de las fibras de acuerdo con la invención puede alcanzar de 2 a 40 dtex, de forma particular de 2 a 28 dtex.

La fibra puede presentarse preferiblemente como fibras cortadas cortas con una longitud de corte de 2 a 20 mm, con especial preferencia de 3 a 12 mm. De forma particular para el uso en sustancias de napa y materiales textiles, la fibra puede presentarse también como fibra discontinua en longitudes de corte de 30 mm a 150 mm, de forma particular de 40 a 100 mm, con especial preferencia de 40 mm (tipo algodón) y de 70 mm (tipo lana).

35 En una configuración preferida adicional de la presente invención, se pueden modificar las fibras de acuerdo con la invención aniómicamente.

Se ha encontrado que una modificación aniónica de las fibras aumenta la resistencia de los papeles producidos a partir de estas.

40 Se prefiere aumentar la modificación aniónica de las fibras incorporando en las fibras carboximetilcelulosa (CMC). La incorporación de CMC en fibras de viscosa se describe entre otros en el documento WO 2011/12423 A.

La presente invención se refiere también a un haz de fibras, que contiene una pluralidad de fibras de celulosa de acuerdo con la invención.

Como "haz de fibras", se entiende una pluralidad de fibras tal como, por ejemplo, viscosilla (una pluralidad de fibras discontinuas), una hebra de filamentos continuos o una bala de fibras.

45 En el haz de fibras de acuerdo con la invención, se prefieren las secciones transversales de las fibras de celulosa ahí contenidas esencialmente iguales.

El procedimiento para la producción de una fibra de celulosa de acuerdo con la invención o bien de un haz de fibras de acuerdo con la invención comprende las siguientes etapas:

- proporcionar una masa de hilado de viscosa
- hilado de la masa de hilado de viscosa mediante al menos una abertura en forma de ranura de una boquilla de hilado en un baño de hilado con formación de filamentos,

en donde

- la masa de hilado de viscosa contiene un retardante de coagulación, de forma particular polietilenglicol,
- la relación de longitud a anchura de la ranura de la boquilla es de 10:1-30:1, preferiblemente 15:1-25:1,
- el baño de hilado presenta un contenido de H_2SO_4 de 110-140 g/l, preferiblemente de 120-130 g/l,
- los filamentos se obtienen con un retardo de boquilla de 2,0 – 3,0,
- los filamentos se estiran tras abandonar el baño de hilado en una relación de 20 % - 35 %, preferiblemente de 25 – 35 %.

Se encontró de forma sorprendente que mediante la combinación de estas medidas de procedimiento se pueden producir fibras planas de viscosa macizas con transparencia sobresaliente.

- 15 Mediante la adición de un retardante de coagulación (de forma particular PEG), se provoca una coagulación retardada de la masa de hilado de viscosa en el baño de hilado. De este modo, se prolonga el periodo para la difusión del líquido desde la fibra y es posible la conformación de una superficie lisa. Igualmente se prolonga el tiempo en el que pueden difundir las burbujas de gas desde la fibra.

- 20 De acuerdo con la invención, la viscosa contiene el retardante de coagulación, de forma particular PEG, en una cantidad de 3 a 6 % en peso, preferiblemente de 3 a 5 % en peso, con especial preferencia de 3 a 4 % en peso, referido a la celulosa.

Pero también la adición de un retardante de coagulación provoca que las fibras hiladas tengan más tiempo para la reducción de su superficie debido a su tensión superficial. Esto conduce en el caso normal a que las fibras se aproximen más a la forma redonda.

- 25 Este efecto se contrarresta de acuerdo con la invención de distintas formas:

- Los filamentos se hilan en un baño de hilado con concentración de ácido relativamente alta (H_2SO_4). Esto apoya la coagulación de las fibras desde el exterior y provoca así una fijación de la geometría. El resto de componentes del baño de hilado como, por ejemplo, Na_2SO_4 y $ZnSO_4$, pueden estar contenidos en concentraciones usuales para el procedimiento de la viscosa.
- 30 - Las fibras se hilan con gran retardo y estiramiento relativamente alto (pudiendo realizarse el estiramiento en una o en varias etapas, pero preferiblemente realizándose al menos gran parte del estiramiento en un estadio temprano del procedimiento, por ejemplo, inmediatamente tras abandonar el baño de hilado). Mediante estas medidas, se dificulta una distensión de la estructura y de este modo una desviación de la forma plana.

- 35 Los demás parámetros de procedimiento pueden mantenerse en zonas habituales para el procedimiento de la viscosa. El especialista en la técnica entiende como habitual en lo referente a la composición del baño de hilado un contenido en sulfato de sodio de 250-400 g/l y un contenido en sulfato de cinc de 5-20 g/l. Una viscosa de hilado convencional típica presenta un contenido en celulosa de 8-10 % en peso y un contenido en NaOH de 5-9 % en peso.

- 40 Los parámetros de procedimiento de acuerdo con la invención conducen a que las fibras se encojan preferiblemente en la dirección de su espesor (dirección y), con lo que se generan fibras muy finas con relaciones muy altas de anchura a espesor y con ello superficies grandes especialmente deseables para la producción de papel.

Las fibras de acuerdo con la invención son adecuadas en consecuencia sobre todo para el uso en papeles, de forma particular en papeles transparentes.

- 45 Se ha encontrado que una hoja de laboratorio de 80 gramos (Rapid-Köthen, DIN EN ISO 5269-2), producida a partir de 100 % de una fibra de acuerdo con la invención cortada a 6 mm puede presentar una longitud de rotura (DIN EN ISO 1924-2) de al menos 750 m.

La longitud de las fibras de acuerdo con la invención es para el uso para la producción de papel preferiblemente de 3-12 mm.

- 50 Las fibras de acuerdo con la invención son adecuadas también especialmente para la producción de napas, por ejemplo, napas resistentes al chorro de agua o napas punzonadas.

Ejemplos:

Ejemplo 1:

ES 2 621 008 T3

Se hiló la viscosa mediante una boquilla de hilado con aberturas en forma de ranura con una longitud de 1000 μm y una anchura de 60 μm como sigue y se procesó posteriormente:

Salida: 52 m/min, esto correspondía a un retardo de boquilla de 2,8.

Estirado (tras abandonar el baño de hilado): 30 %

5 Viscosa: viscosa de hilado convencional, que contiene 5 % en peso de polietilenglicol (PEG) referido a celulosa.

Composición del baño de hilado: 130 g/l de H_2SO_4 ; el resto de componentes en el intervalo habitual.

Postratamiento: suspensión, lavado, postratamiento, corte a 6 mm (corte, húmedo)

La sección transversal de las fibras así obtenidas se representa en la figura 1.

10 Las secciones transversales de las fibras son muy planas y delgadas. Las dos superficies que definen los lados anchos de las fibras discurren prácticamente por toda la anchura de las fibras paralelamente entre sí. Solamente en los cantos de las fibras se encuentran presentes pequeñas protuberancias.

La anchura B de las fibras alcanzó 230 μm , su espesor D 6 μm . De aquí resulta una relación B:D de 38:1 así como un título de 22 dtex.

15 La figura 2 muestra una vista longitudinal de las fibras. Se aprecia claramente que la fibra es prácticamente completamente transparente.

Una hoja Rapid-Kothen con 80 g/m^2 de 100 % de fibras de acuerdo con la invención, que se preparó sin uso de aditivos, muestra ya una longitud de rotura de 1000 m, lo que permitió una buena manipulación de la hoja. Tales resistencias se conseguían con fibras de viscosa hasta ahora solo con un procedimiento de fibra hueca, que requiere un gasto de producción muy alto.

20

Ejemplo 2:

Se hiló la viscosa mediante una boquilla de hilado con aberturas en forma de ranura con una longitud de 700 μm y una anchura de 35 μm como sigue y se procesó posteriormente:

Salida: 52 m/min, esto correspondía a un retardo de boquilla de 2,8.

25 Estirado (tras abandonar el baño de hilado): 30%

Viscosa: viscosa de hilado convencional, que contiene 4 % en peso de polietilenglicol (PEG) referido a celulosa.

Composición del baño de hilado: 130 g/l de H_2SO_4 ; el resto de componentes en el intervalo habitual.

Postratamiento: suspensión, lavado, postratamiento, corte a 6 mm (corte, húmedo)

30 La figura 3 muestra una imagen REM de la sección transversal de fibra de fibras obtenidas.

Las secciones transversales de las fibras son muy planas y delgadas. Las dos superficies que definen los lados anchos de las fibras discurren prácticamente por toda la anchura de las fibras paralelamente entre sí. Solamente en los cantos de las fibras se encuentran presentes pequeñas protuberancias.

35 La anchura B de las fibras alcanzó 150 μm , su espesor D 4 μm . De aquí resulta una relación B:D de 38:1 así como un título de 9 dtex.

La figura 4 muestra una imagen REM de la superficie lisa de las fibras.

Como se evidencia en las figuras 3 y 4, la fibra presenta solamente en su borde respectivamente un surco o protuberancia claramente visible

40 Una hoja Rapid-Kothen con 80 g/m^2 de 100 % de fibras de acuerdo con la invención, que se preparó sin uso de aditivos, muestra ya una longitud de rotura de 2600 m, lo que permitió una buena manipulación de la hoja.

Ejemplo 3:

Se hilaron fibras de viscosa en condiciones similares a las del ejemplo 1, pero la viscosa de hilado no contenía PEG.

Las fibras obtenidas muestran (véase la figura 5) la sección transversal dentada típica para las fibras planas de viscosa macizas producidas convencionalmente, es decir, numerosos surcos en la dirección longitudinal, lo que

impide la transparencia de las fibras. Además, tampoco se conforman enlaces fibra-fibra, lo que igualmente es desventajoso para la producción de papel.

Ejemplo 4:

5 Las fibras de viscosa se hilaron con condiciones muy similares al ejemplo 1, sin embargo las aberturas en forma de ranura de la boquilla de hilado presentan una longitud de 140 μm y una anchura de 25 μm , así pues una relación de longitud a anchura de menos de 10:1. El título alcanzaba en consecuencia 2,1 dtex.

10 Las secciones transversales de las fibras (véase la figura 6) muestran que, aparte de la menor relación de anchura B a espesor D de estas fibras, las secciones transversales de las fibras son mucho menos homogéneas. Las fibras se desvían parcialmente de la forma plana y muestran secciones transversales curvas. También condicionadas por la superficie no completamente lisa y paralela, estas fibras son por tanto en su mayor parte no transparentes. La sección transversal no completamente plana hace a las fibras además no adecuadas para el fin de formar con ellas un papel suficientemente sólido.

Ejemplo 5:

15 Se hilaron fibras de viscosa en condiciones similares a las del ejemplo 1, sin embargo la masa de hilado de viscosa no contenía PEG y representaba los ajustes de hilado (retardo, estiramiento, composición del baño de hilado) en caso de un procedimiento de viscosa convencional.

Las fibras (figura 7) muestran de nuevo una sección transversal claramente dentada.

La vista longitudinal de las fibras (véase la figura 8) muestra que la fibra no es transparente. En la imagen REM de la superficie (véase la figura 9), se aprecian claramente los surcos en la superficie de las fibras.

20

REIVINDICACIONES

1. Fibra de celulosa regenerada en forma de una fibra plana de viscosa maciza con las siguientes propiedades:
 - 5 - la fibra se compone en más del 98 % de celulosa
 - la relación de anchura B a espesor D de la fibra es de 10:1 o superior
 - la superficie de la fibra es esencialmente lisa
 - la fibra es esencialmente transparente.
- 10 2. Fibra de celulosa según la reivindicación 1, caracterizada porque la fibra está compuesta esencialmente por completo de celulosa.
3. Fibra de celulosa según la reivindicación 1 o 2, caracterizada porque la relación de anchura B a espesor D de la fibra es de 20:1 o superior.
4. Fibra de celulosa según una de las reivindicaciones precedentes, caracterizada porque la fibra está modificada de forma aniónica, particularmente mediante la incorporación de carboximetilcelulosa (CMC).
- 15 5. Haz de fibras que contiene una pluralidad de fibras de celulosa según una de las reivindicaciones precedentes.
6. Haz de fibras según la reivindicación 5, caracterizado porque las secciones transversales de las fibras de celulosa son esencialmente iguales.
- 20 7. Procedimiento para la producción de una fibra de celulosa o bien un haz de fibras, según una de las reivindicaciones precedentes, que comprende las etapas de:
 - proporcionar una masa de hilado de viscosa,
 - hilar la masa de hilado de viscosa mediante al menos una abertura en forma de ranura de una boquilla de hilado en un baño de hilado con formación de filamentos,en donde
- 25 - la masa de hilado de viscosa contiene un retardante de la coagulación, de forma particular polietilenglicol, en una cantidad de 3 a 6 % en peso, preferiblemente de 3 a 5 % en peso, de forma particular de 3 a 4 % en peso, referida a la celulosa,
- la relación de longitud a anchura de la ranura de la boquilla alcanza de 10:1 – 30:1, preferiblemente de 15:1 – 25:1,
- 30 - el baño de hilado presenta un contenido de H₂SO₄ de 110-140 g/l, preferiblemente de 120-130 g/l,
- los filamentos se obtienen con un retardo de boquilla de 2,0 – 3,0,
- los filamentos se estiran tras abandonar el baño de hilado en una relación de 20 % - 35 %, preferiblemente de 25 – 35 %.
- 35 8. Uso de una fibra de celulosa o de un haz de fibras según una de las reivindicaciones 1 a 6 para la producción de napas y papel.
9. Papel que contiene una fibra de celulosa o un haz de fibras según una de las reivindicaciones 1 a 6.
10. Papel según la reivindicación 9, caracterizado porque es transparente.

Figura 1



Figura 2

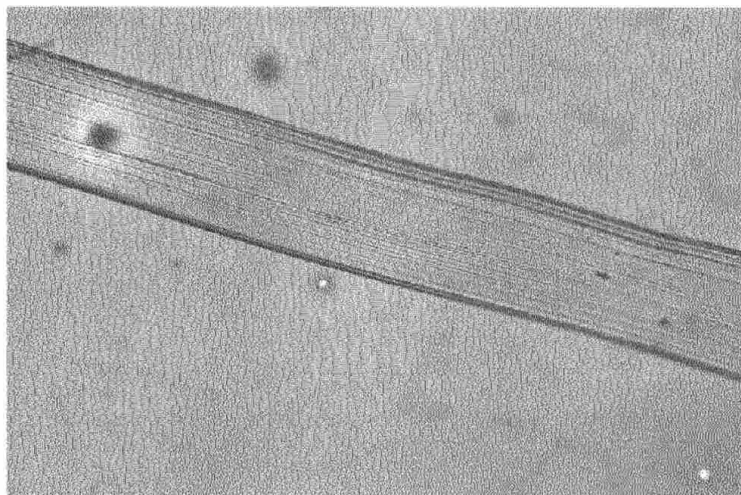


Figura 3

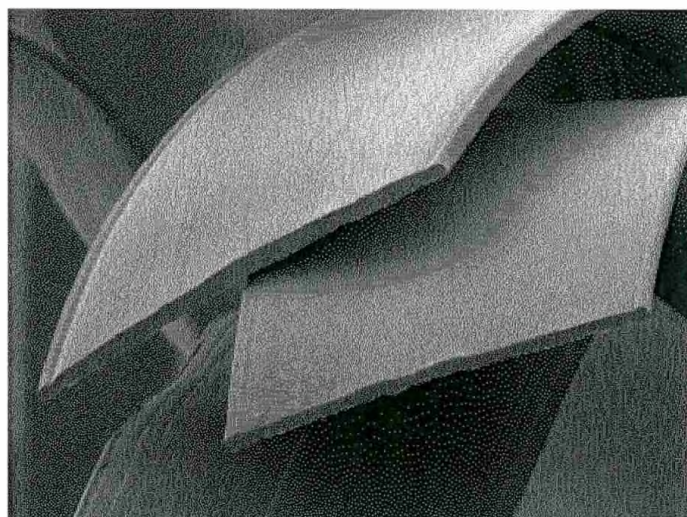


Figura 4

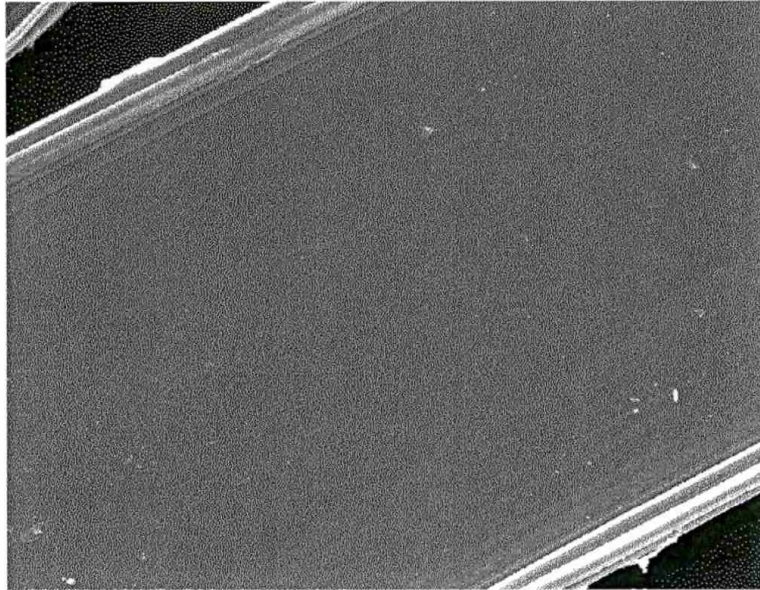


Figura 5

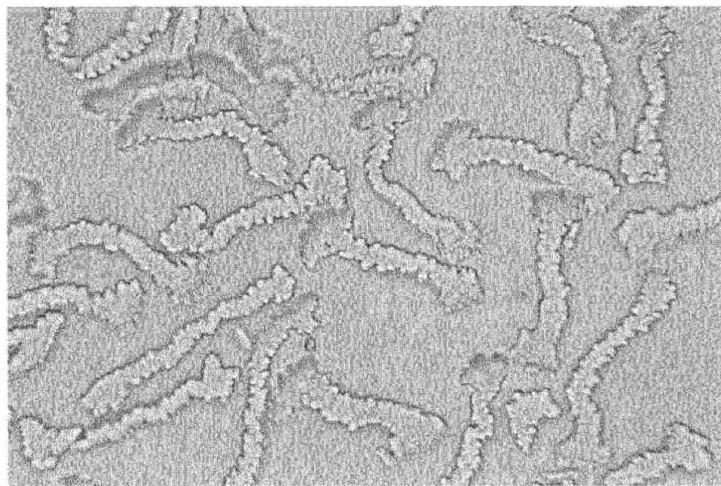


Figura 6

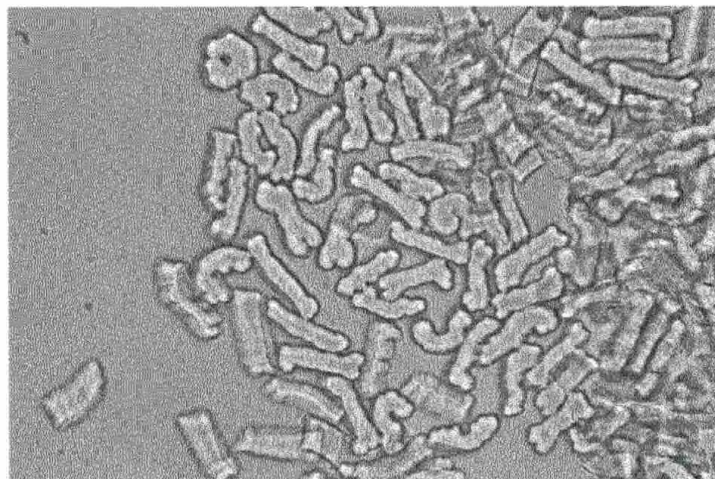


Figura 7

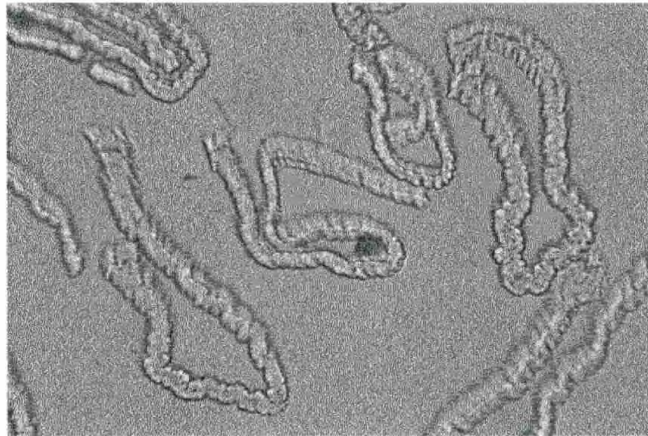


Figura 8

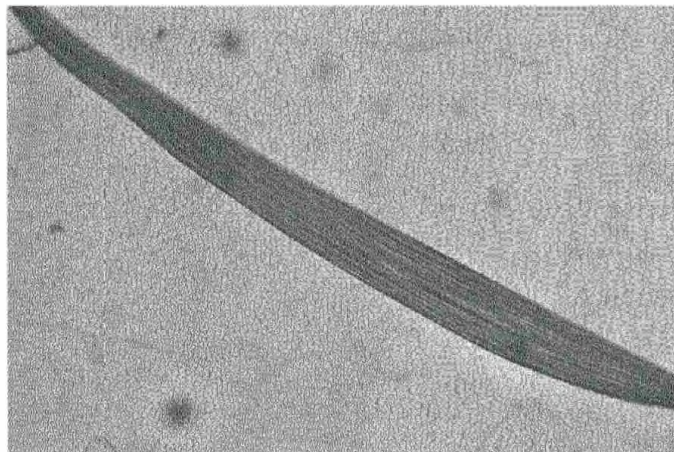


Figura 9

