

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 668 695**

51 Int. Cl.:

**D01F 2/00** (2006.01)

**D01F 2/02** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **22.12.2014 PCT/EP2014/079043**

87 Fecha y número de publicación internacional: **09.07.2015 WO15101543**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **22.12.2014 E 14816301 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **07.02.2018 EP 3090081**

54 Título: **Fibra celulósica**

30 Prioridad:

**03.01.2014 EP 14150132**

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

**21.05.2018**

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**SCHREMPF, CHRISTOPH;  
SCHUSTER, KURT CHRISTIAN;  
RÜF, HARTMUT;  
FIRGO, HEINRICH y  
HAINBUCHER, KARL MICHAEL**

74 Agente/Representante:

**PAZ ESPUCHE, Alberto**

ES 2 668 695 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 celulósica

5 La presente invención se refiere a una fibra celulósica de tipo Lyocell.

10 En las últimas décadas se han dedicado esfuerzos intensos, debido a la problemática medioambiental del procedimiento de viscosa conocido para la producción de fibras celulósicas, para poner a disposición procedimientos alternativos, más respetuosos con el medio ambiente. A este respecto, como posibilidad especialmente interesante se ha concretado en los últimos años disolver celulosa sin la configuración de un derivado en un disolvente orgánico y extruir a partir de esta disolución cuerpos moldeados. Las fibras, que se hilaron a partir de tales disoluciones, obtuvieron de la BISFA (The International Bureau for the Standardization of man made fibers) el nombre genérico Lyocell, entendiéndose por un disolvente orgánico una mezcla de un producto químico orgánico y agua.

15 Además, tales fibras se conocen también por el término "fibras hiladas en disolvente".

20 Se ha descubierto que como disolvente orgánico es adecuada en particular una mezcla de un aminóxido terciario y agua de manera excelente para la producción de fibras de Lyocell u otros cuerpos moldeados. A este respecto, como aminóxido se usa predominantemente N-óxido de N-metilmorfolina (NMMO). Otros aminóxidos adecuados se dan a conocer en el documento EP-A 553 070.

25 En el documento EP 0 356 419 A se describe una realización técnica del procedimiento para la producción de una disolución de una pulpa en un aminóxido. A este respecto, se transporta una suspensión de la pulpa triturada en un aminóxido terciario acuoso en forma de una capa delgada sobre una superficie de calentamiento, se evapora el agua y de este modo se produce una disolución de celulosa hilable.

30 Por el documento US 4.246.221 se conoce un procedimiento para hilar disoluciones de celulosa en aminóxidos. Según este procedimiento, se guían filamentos extruidos desde una boquilla de hilatura a través de un espacio de aire, se estiran en el mismo y a continuación se precipita la celulosa en un baño de hilatura acuoso. El procedimiento se conoce como "procedimiento de hilatura en seco/húmedo" o también "procedimiento de hilatura en espacio de aire".

35 Todo el procedimiento para la producción de fibras a partir de disoluciones de celulosa en un aminóxido terciario se denomina a continuación "procedimiento de aminóxido", haciéndose referencia con la abreviatura "NMMO" a continuación a todos los aminóxidos terciarios, que pueden disolver la celulosa. Las fibras producidas según el procedimiento de aminóxido se caracterizan por una alta resistencia de fibra en el estado acondicionado así como en el estado húmedo, un alto módulo húmedo y una alta resistencia de los lazos.

40 Las condiciones en el espacio de aire, tales como temperatura, humedad, velocidad de enfriamiento de los filamentos así como la dinámica de estiraje, son de gran importancia para las propiedades de las fibras resultantes (véase para ello la publicación de Volker Simon en "Transactions of the American Society of Mechanical Engineers (ASME) 118 (1996) nº de febr., págs. 246-249").

45 Se han descrito formas de realización técnicas del procedimiento de hilatura en numerosos documentos:

50 El documento WO 93/19230 describe un procedimiento, en el que los filamentos extruidos se enfrían por medio de soplado con aire justo por debajo de la boquilla. El documento WO 94/28218 describe una realización de boquilla y un procedimiento de soplado. El documento WO 95/01470 reivindica una corriente laminar de la corriente de gas de enfriamiento descrita en el documento WO 93/19230. El documento WO 95/04173 describe una realización técnica adicional del soplado. En el documento WO 96/17118 se define el contenido en humedad del aire de soplado. En el documento WO 01/68958, la corriente de aire de soplado se dirige hacia abajo en un ángulo de desde 0° hasta 45° hacia los filamentos extruidos. El documento WO 03/014436 describe un dispositivo de soplado con succión del aire de soplado. En el documento WO 03/057951 se reivindica el apantallamiento de una parte del espacio de aire con respecto al aire de soplado. En el documento WO 03/057952 se describe una corriente de gas turbulenta para el enfriamiento de los filamentos. El documento WO 05/116309 describe igualmente el apantallamiento de una parte del espacio de aire con respecto al aire de soplado.

60 Las fibras/filamentos obtenidos según el procedimiento de hilatura de espacio de aire se diferencian estructuralmente de las fibras de viscosa conocidas. Mientras que la orientación cristalina tanto en las fibras de viscosa como en las fibras de Lyocell se encuentra a un alto nivel aproximadamente igual (disposición en su mayor parte paralela de las cadenas de celulosa que se encuentran en las zonas ordenadas de la fibra con respecto al eje de fibra), existen diferencias claras en la orientación amorfa (mayor paralelismo de los porcentajes no ordenados en las fibras de Lyocell).

Las propiedades de la fibra de Lyocell, tales como una alta cristalinidad, unidades cristalinas largas y delgadas y la alta orientación amorfa impiden a unión suficiente de las unidades cristalinas transversalmente al eje de fibra. En el estado húmedo, el hinchamiento de las fibras reduce adicionalmente las fuerzas de unión transversalmente al eje de fibra y conduce así en el caso de un esfuerzo mecánico a la separación de fragmentos de fibras. Este comportamiento se denomina fibrilación en húmedo y produce en el producto textil final pérdidas de calidad en forma de coloración gris y pilosidad.

Revisiones sobre el estado de la investigación en este campo las proporcionan los trabajos de Josef Schurz, Jürgen Lenz: "Investigations on the structure of regenerated cellulose fibers" en Macromolecular Symposia, volumen 83, 1ª edición, páginas 273-289, mayo de 1994 y de Fink H-P, Weigel P, Purz H-J, Ganster J "Structure formation of regenerated cellulose materials from NMMO-solutions" Prog.Polym.Sci. 2001 (26) págs. 1473-1524.

Los esfuerzos hasta la fecha para mejorar la resistencia a la fibrilación en húmedo de las fibras de Lyocell, han ido en dos direcciones:

- la variación de las condiciones de producción o
- la introducción de una etapa de reticulación química durante el proceso de producción.

Sin embargo, una evaluación del éxito de las medidas descritas en cada caso para reducir la fibrilación apenas es posible. No existe ningún procedimiento normalizado para la medición del comportamiento de fibrilación, y los métodos, que se emplean en la bibliografía de patentes, están todos patentados.

El segundo modo de proceder, la reticulación química, lleva asociados una serie de inconvenientes, tales como

- productos químicos/costes por productos químicos/problemas de aguas residuales adicionales en la producción de la fibra
- carga medioambiental en la producción de los productos químicos reticulantes
- una estabilidad frente a la hidrólisis insuficiente de la reticulación en las condiciones del procesamiento textil.

Ejemplos del modo de proceder para la reticulación química se describen en los documentos EP 0 53 977 A, EP 0 665 904 A o EP 0 943 027 A.

Con respecto al primer modo de proceder, la variación de las condiciones de producción, se han publicado numerosos documentos. Sin embargo, los procedimientos descritos condujeron o bien solo a una mejora ligera del comportamiento de fibrilación, que no se refleja en una mejora duradera de la procesabilidad, o bien los procedimientos no podían implementarse a escala industrial como consecuencia de los costes/del esfuerzo técnico.

En el documento SU 1.224.362 se hila una disolución de hilatura de una pulpa individual en un baño, que contiene NMMO en alcohol amílico o isopropanol. El documento WO 92/14871 reivindica una fibra con fibrilación reducida, caracterizada porque el pH del baño de hilatura y los baños de lavado posteriores se encuentra por debajo de 8,5. No se hace ninguna indicación sobre el tipo de la pulpa o sobre las condiciones de hilatura.

El documento WO 94/19405 describe un procedimiento, en el que se utiliza una mezcla de pulpas. Sin embargo, no se establece ninguna referencia con la tendencia a la fibrilación de las fibras hiladas.

El documento WO 95/02082 describe una combinación de parámetros de procedimiento, representados en una expresión matemática, para la producción de una fibra con una tendencia a la fibrilación reducida. Dichos parámetros de procedimiento son el diámetro de orificio de hilatura, la expulsión de masa de hilatura, el título de los filamentos, la anchura del espacio de aire y la humedad en el espacio de aire. La pulpa usada no se describe en detalle, la temperatura de hilatura se encuentra a solo 115°C.

En el documento WO 95/16063 se ponen los filamentos extruidos en el baño de hilatura o en los baños de tratamiento posterior en contacto con un tensioactivo en forma disuelta. El tipo de la pulpa utilizada no se especifica, la temperatura de hilatura se encuentra a 115°C.

El documento WO 96/07779 usa como baño de hilatura un disolvente orgánico, preferiblemente polietilenglicol. No se facilita ningún detalle sobre la pulpa utilizada o sobre las propiedades mecánicas textiles de las fibras obtenidas. Como temperatura de hilatura se indican 110°C.

En el documento WO 96/07777 se ponen los filamentos extruidos en el espacio de aire en contacto con un alcohol alifático, que se encuentra en forma gaseosa. El tipo de la pulpa utilizada no se especifica, la temperatura de hilatura se encuentra a 115°C.

- 5 El documento WO 96/20301 describe un procedimiento, en el que la disolución formada se guía sucesivamente a través de al menos dos medios de precipitación, teniendo lugar en el primer medio de precipitación una coagulación más lenta de la celulosa con respecto al último medio de precipitación. En los ejemplos, como primer medio de precipitación se usa preferiblemente un alcohol superior. La pulpa utilizada no se indica, la temperatura de hilatura asciende a 115°C.
- 10 El documento WO 96/21758 describe un procedimiento, en el que la disolución formada en el espacio de aire se sopla en una zona superior con aire con un contenido en humedad mayor y en una zona inferior con aire con un contenido en humedad menor. Como pulpas se utilizan pulpas individuales de diferente grado de polimerización, la temperatura de hilatura asciende a 115°C.
- 15 El documento EP 0 853 146 describe un procedimiento de dos etapas, en el que el tiempo de permanencia de las fibras en la primera etapa de precipitación se ajusta de tal manera que únicamente se inhibe la pegajosidad de la superficie de la disolución formada en fibras y las fibras se coagulan sin tensión en una etapa de precipitación posterior. La temperatura de hilatura en los ejemplos asciende a 109 - 112°C.
- 20 En el documento WO 97/23669 se hila en un baño de hilatura con un contenido en NMMO de más del 60%. Se utiliza una pulpa individual.
- 25 En el documento WO 97/35054 se describe una combinación de parámetros para obtener una fibra con escasa fibrilación, concretamente la concentración de la disolución de hilatura, el estiraje en el espacio de aire así como el diámetro de orificio de boquilla. Se utiliza una pulpa individual, la temperatura de hilatura se encuentra en el intervalo de 80 - 120°C.
- 30 En el documento WO 97/38153 se describe igualmente una combinación de parámetros para obtener una fibra con escasa fibrilación, concretamente la longitud del espacio de aire, la velocidad de hilatura, el tiempo de permanencia en el espacio de aire, la velocidad del aire de soplado en el espacio de aire, el contenido en humedad del aire de soplado así como el producto del tiempo de permanencia en el espacio de aire y del contenido en humedad del aire de soplado. Como pulpa se usa una pulpa individual.
- 35 En el documento WO 97/36028 se tratan las fibras tras abandonar el baño de precipitación con una disolución de NMMO al 40 - 80% dado el caso con la adición de un aditivo.
- En el documento WO 97/36029 se tratan las fibras tras abandonar el baño de precipitación con una disolución de cloruro de cinc.
- 40 En el documento WO 97/46745 se tratan las fibras tras abandonar el baño de precipitación con una disolución de NaOH.
- 45 En el documento WO 98/02602 se tratan las fibras tras abandonar el baño de precipitación en estado relajado con una disolución de NaOH.
- En el documento WO 98/06745 se utiliza una mezcla de pulpas, obtenida por medio de la mezcla de disoluciones de pulpas de diferente grado de polimerización, en cuanto a la temperatura de hilatura no se hace ninguna indicación.
- 50 En el documento WO 98/09009 se describe la adición de aditivos (polialquilenos, polietilenglicoles, poliacrilatos) a la masa de hilatura. Como pulpa se utiliza una pulpa individual.
- En el documento WO 98/22642 se utiliza una mezcla de pulpas de bajo grado de polimerización, la temperatura de hilatura asciende a 110 - 120°C.
- 55 En el documento WO 98/30740 se utiliza igualmente una mezcla de pulpas, la masa de hilatura se hila según un procedimiento de hilatura por centrifugación, la temperatura de hilatura asciende a 80 - 120°C.
- En el documento WO 98/58103 se indican detalles de la distribución de peso molecular de la pulpa en una masa de hilatura a partir de una mezcla de pulpas, que conducen a una hilatura estable. Sin embargo, no hace ninguna referencia al comportamiento de fibrilación de las fibras/filamentos obtenidos.
- 60 En el documento DE 19753190 se tratan las fibras tras abandonar el baño de precipitación con una disolución de NMMO concentrada.
- En el documento GB 2337990 se usa para disolver la pulpa individual un codisolvente, la disolución generada se hila a 60 - 70°C.

En el documento US 6471727 se procesa una masa de hilatura a partir de una pulpa individual con un alto contenido en hemicelulosa y en lignina según un procedimiento de hilatura en seco/húmedo o de soplado en estado fundido.

5 En el documento WO 01/81663 se describe una boquilla de hilatura, en la que el capilar de hilatura se calienta directamente cerca de la sección transversal de salida. Esta medida pretende reducir la tendencia a la fibrilación de las fibras de Lyocell, sin embargo no se indica ninguna condición de ensayo a este respecto.

10 El documento WO 01/90451 describe un procedimiento de hilatura, que se caracteriza mediante una relación matemática que contiene la densidad de corriente térmica en el espacio de aire y la relación de longitud con respecto a diámetro del canal de extrusión. Las fibras hiladas según la invención deben presentar una menor tendencia a la fibrilación, sin embargo no se hace ninguna indicación en detalle a este respecto.

15 En el documento US 6773648 se publica un procedimiento de soplado en estado fundido para la producción de una fibra con fibrilación reducida. Las fibras sopladas en estado fundido no son adecuadas para la utilización textil debido a su título irregular.

20 En el documento DE 10203093 se produce una fibra con escasa fibrilación por medio de la hilatura de dos disoluciones de hilatura con diferente concentración de celulosa a partir de una pulpa individual desde una boquilla bicomponente. No se expone ningún ejemplo.

En el documento DE 10304655, para mejorar la calidad de la disolución, se añade poli(alcohol vinílico) a NMMO. No se indican las condiciones para la hilatura de la fibra con menor fibrilación reivindicada.

25 La estructura especial de la fibra de Lyocell conduce por un lado a propiedades mecánicas textiles excelentes, tales como una alta resistencia tanto en estado seco como húmedo así como una estabilidad dimensional muy buena de los productos planiformes producidos a partir de la misma, por otro lado a una menor flexibilidad (mayor fragilidad) de las fibras, que se refleja en una disminución de la resistencia a la abrasión con respecto a las fibras de viscosa en el producto planiforme.

30 El término flexibilidad (elasticidad) se define según la ley de Hooke como el cociente del alargamiento del cuerpo de ensayo y de la carga que provoca el alargamiento. El aumento de la flexibilidad de fibras de Lyocell es el propósito de una serie de publicaciones:

35 En el documento EP 0 686 712 se describe una fibra de Lyocell flexible. La patente reivindica una fibra con un grado de ordenación NMR reducido, obtenido por medio de la adición de sustancias que contienen nitrógeno, tales como urea, caprolactama o aminopropanol a la disolución polimérica o al baño de precipitación. Sin embargo, se obtiene una fibra con una resistencia en húmedo muy reducida; por consiguiente, la fibra se diferencia claramente de las fibras según la invención descritas más adelante.

40 En el documento WO 97/25462 se describe un procedimiento para la producción de una fibra flexible y con fibrilación reducida, en el que la fibra formada se guía tras el baño de precipitación a través de un baño de lavado y de tratamiento posterior, que contienen un alcohol alifático, de manera opcional adicionalmente con una adición de hidróxido de sodio. Las propiedades de las fibras obtenidas se describen solo de manera muy insuficiente, en particular faltan datos de resistencia en seco y de resistencia en húmedo, que permitirían una clasificación en el "diagrama de Höller" descrito más detalladamente más adelante.

50 Sin embargo, puede decirse que la fibra, al comparar los alargamientos de fibra indicados en este documento con los datos correspondientes de las fibras según la invención en los ejemplos de la presente solicitud, se diferencia claramente y que debido a los valores reducidos del alargamiento mencionados en este documento, la flexibilidad de la fibra según la definición mencionada anteriormente para la flexibilidad no puede ser muy alta. La mejora del comportamiento de fibrilación mencionada en el texto del documento no se demuestra con ningún dato.

55 Los documentos EP 1 433 881, EP 1 493 753, EP 1 493 850, EP 1 841 905, EP 2 097 563 y EP 2 292 815 describen fibras o filamentos, preferiblemente para el empleo de cable de neumáticos, producidos por medio de la adición de poli(alcohol vinílico) a NMMO/disolución de hilatura. Las fibras/filamentos se caracterizan por una alta resistencia, pero un alargamiento reducido, por consiguiente su flexibilidad según la definición mencionada anteriormente solo puede ser reducida.

60 Publicaciones adicionales, que indican que a través de la adición de aditivos a la masa de hilatura puede ejercerse una influencia sobre el comportamiento de fibrilación y/o la flexibilidad de la fibra, son

Chanzy H, Paillet m, Hagege R "Spinning of cellulose from N-methylmorpholine N-oxide in the presence of additives" Polymer 1990, 31, págs. 400-5

Weigel P, Gensrich J, Fink H-P "Strukturbiidung Cellulosefasern aus Aminoxidl6sungen" Lenzinger Berichte 1994; 74(9), p6gs. 31-6 y

5 Mortimer SA, Peguy AA "Methods for reducing the tendency of lyocell fibers to fibrillate" J.appl.Polym.Sci. 1996, 60, p6gs. 305-16.

10 El documento WO 2014/029748 (no publicado anteriormente) describe la producci6n de fibras de celulosa hiladas en disolvente en particular a partir de disoluciones en l6quidos i6nicos. Un estado de la t6cnica adicional a este respecto se conoce por los documentos DE 10 2011 119 840 A1, AT 506 268 A1, US 6.153.136, CN 102477591A, WO 2006/000197, EP 1 657 258 A1, US 2010/0256352 A1, WO 2011/048608 A2, JP 2004/159231 A y CN 101285213 A.

15 La invenci6n de las fibras de viscosa (Cross and Bevan 1892, GB 8700) se produjo hace m6s de cien a6os. A pesar de debilidades en la producci6n (problemas medioambientales) y las propiedades (en el tipo convencional un comportamiento de lavado malo) se producen m6s de un mill6n de toneladas de este tipo de fibra al a6o.

20 El perfeccionamiento del procedimiento antiguo tras la Segunda Guerra Mundial (fibras polin6sicas y de modal) condujo a fibras con un mejor comportamiento de lavado y una mayor estabilidad dimensional, pero no pudo variar las propiedades intr6nsecas del procedimiento (relevancia medioambiental as6 como, debido a las muchas etapas de procedimiento, un procedimiento extremadamente complejo).

25 A la inversa, durante el desarrollo del nuevo tipo de fibra "Lyocell", se descubri6 que la fibra establece debido a su estructura diferente requisitos especiales en cuanto a las condiciones de procesamiento y por consiguiente los m6todos probados de procesamiento de fibra de viscosa o de modal no pueden aplicarse en la cadena textil. En particular, durante la tinci6n y el refinado en h6medo se necesitan m6quinas y ajustes de procesamiento especiales adaptados a la fibra. Esto sigue consider6ndose hoy en d6a, m6s de 20 a6os despu6s de la introducci6n en el mercado de la fibra de Lyocell, como una desventaja.

30 Ahora ser6 deseable, conservando las propiedades excelentes de la fibra de Lyocell (como por ejemplo una alta resistencia en h6medo, un alto m6dulo h6medo, con ello una capacidad de lavado y una estabilidad dimensional mejoradas esencialmente con respecto a fibras de viscosa), conferir a la fibra determinadas propiedades de la fibra de viscosa, tales como

- una menor tendencia a la fibrilaci6n en estado h6medo

35 - una mayor flexibilidad (mejor fragilidad).

Por tanto, un objetivo de la presente invenci6n es poner a disposici6n una fibra de Lyocell "similar a la viscosa", con la que se posibilite un procesamiento de la fibra seg6n los m6todos conocidos y probados del procesamiento de viscosa.

40 La variaci6n de las propiedades debe alcanzarse solo mediante la elecci6n de par6metros de procedimiento adecuados en la producci6n de la fibra, sin tener que recurrir a productos qu6micos ajenos al procedimiento como adiciones a la masa de hilatura, al ba6o de hilatura o durante el tratamiento posterior. Cada producto qu6mico adicional en el sistema, como adici6n ya sea a la masa de hilatura o al ba6o de hilatura conlleva un esfuerzo aumentado en la recuperaci6n y representa un factor del coste.

El objetivo de la presente invenci6n se alcanza mediante una fibra celul6sica de tipo Lyocell, que presenta un t6tulo de desde 0,8 dtex hasta 3,3 dtex y est6 caracterizada por las siguientes relaciones:

50 factor de H6ller  $F2 \geq 1$ , preferiblemente  $\geq 2$

factor de H6ller  $F1 \geq -0,6$

55 factor de H6ller  $F2 \leq 6$  as6 como

factor de H6ller  $F2$  menos  $4,5 \cdot$  factor de H6ller  $F1 \geq 1$ , preferiblemente  $\geq 3$ .

Breve descripci6n de las figuras

60 La figura 1 muestra un diagrama de H6ller de fibras habituales en el comercio a partir de celulosa regenerada antes del desarrollo de la fibra de Lyocell.

La figura 2 muestra en el diagrama de H6ller la zona en la que se encuentran las fibras seg6n la invenci6n.

La figura 3 muestra un diagrama de Höller, en el que la fibra según la invención está confrontada a una fibra de Lyocell habitual.

Descripción detallada de la invención

5 A continuación se describen las fibras de Lyocell nuevas y según la invención mediante los denominados “factores de Höller” F1 y F2 así como se diferencian de las fibras artificiales celulósicas conocidas del estado de la técnica.

10 Mientras que la estructura básica química de las fibras celulósicas artificiales, como por ejemplo fibras de viscosa, pero también precisamente fibras de Lyocell, es esencialmente igual (celulosa), las fibras se diferencian mediante factores, tales como por ejemplo cristalinidad o también orientación, en particular de las zonas amorfas. Estos factores son difíciles de diferenciar cuantitativamente entre sí.

15 Para el experto en la técnica también resulta claro que una fibra de Lyocell se diferencia por ejemplo de una fibra de viscosa por parámetros mecánicos textiles (como por ejemplo valores de resistencia), pero también por propiedades que pueden definirse de manera menos clara, como por ejemplo el “tacto” textil. Igualmente hay diferencias claras entre los diferentes tipos de las fibras de celulosa producidas según el procedimiento de viscosa, como por ejemplo fibra de viscosa (convencional), fibra de modal o fibra polinósica.

20 En el artículo de R. Höller “Neue Methode zur Charakterisierung von Fasern aus Regeneratcellulose” Melliand Textilberichte 1984 (65) págs. 573-4 pudo exponerse una clara diferenciación de los diferentes tipos de fibra de celulosa regenerada conocidos en aquel entonces, es decir fibras producidas según el procedimiento de viscosa, entre sí mediante características cuantitativas.

25 La complejidad de la comparación de un número mayor de propiedades de fibra pudo simplificarse mucho según esta propuesta a través de la formación de pocos parámetros, que dividen las fibras en grupos de propiedades similares, por medio de análisis factorial. El análisis factorial es un método estadístico multivariante, que permite reducir un grupo de características correlacionadas hasta un número menor de factores no correlacionados.

30 Las propiedades mecánicas textiles a las que recurre Höller para el análisis factorial eran la fuerza de tracción máxima en estado acondicionado (FFk) y en estado húmedo (FFn), el alargamiento por fuerza de tracción máxima en estado acondicionado (FDk) y en estado húmedo (FDn), el módulo húmedo (NM), la resistencia de los lazos en estado acondicionado (SFk) así como la resistencia de los nudos en estado acondicionado (KFK).

35 El experto en la técnica conoce todas estas magnitudes de medición así como su determinación, véase en particular la disposición de BISFA “Testing methods viscose, modal, lyocell and acetate staple fibers and tows” edición 2004 capítulos 6 y 7, y se describen aún más detalladamente más adelante.

40 En el conjunto de fibras presentes según Höller pudo detectarse del 87% al 92% de la varianza entre las muestras únicamente mediante dos factores (véase la figura 1). Estos dos factores se calculan tal como sigue:

$$\text{Factor de Höller F1} = -1,109 + 0,03992 \times \text{FFk} - 0,06502 \times \text{FDk} + 0,04634 \times \text{FFn} - 0,04048 \times \text{FDn} + 0,08936 \times \text{NM} + 0,02748 \times \text{SFk} + 0,02559 \times \text{KFK}$$

45 
$$\text{Factor de Höller F2} = -7,070 + 0,02771 \times \text{FFk} + 0,04335 \times \text{FDk} + 0,02541 \times \text{FFn} + 0,03885 \times \text{FDn} - 0,01542 \times \text{NM} + 0,02891 \times \text{SFk} + 0,1640 \times \text{KFK}.$$

50 Como resulta evidente a partir de la figura 1, mediante este análisis (creado basándose en parámetros claramente medibles) pudo explicarse una clara diferenciación de los diferentes tipos de fibras.

La figura 1 muestra en el sistema de coordenadas de los factores de Höller F1 y F2 el conjunto de fibras sometidas a prueba según Höller a partir de 70 muestras de fibras de celulosa regenerada habituales en el comercio. A lo largo del factor F1 puede reconocerse la división en fibras de viscosa (convencionales) y fibras de modal, que ya se indican también por la BISFA como tipos de fibras diferentes (aunque se producen según el mismo procedimiento básico, precisamente el procedimiento de viscosa). A la izquierda de las ordenadas está rodeada la zona de las fibras de viscosa (convencionales) (indicado en la figura 1 con “V”). Esencialmente a la derecha de las ordenadas se encuentra la zona de las fibras de modal, que están divididas en dos subgrupos, concretamente fibras de tipo HWM (“HWM” - “high wet modulus”) y fibras de tipo polinósico (“PN”). En el gráfico está dibujado además un límite (de manera discontinua), más allá del cual no se encontraba ninguna de las fibras de celulosa regenerada estudiadas entonces. Sin embargo, las fibras de Lyocell estaban todavía en fase de estudio y no estaban disponibles comercialmente en el momento de esta publicación.

Las fibras de Lyocell que pueden obtenerse comercialmente en la actualidad presentan valores de Höller F1 de 2 a 3 y valores F2 de 2 a 8. En el “diagrama de Höller” según la figura 1 tales fibras estarían por tanto más allá del límite

mencionado anteriormente, con lo que desde el punto de vista meramente óptico resulta evidente la diferencia clara entre las fibras del grupo de viscosa y las fibras de Lyocell.

5 La fibra según la invención se encuentra ahora en una zona del diagrama de Höller, que puede representarse mediante un cuadrángulo. Los lados del cuadrángulo corresponden a los siguientes valores o relaciones:

límite inferior  $F2 = 1$

10 límite izquierdo  $F1 = -0,6$

límite superior  $F2 = 6$

límite derecho definido mediante la relación:

15 factor de Höller  $F2$  menos  $4,5 \cdot$  factor de Höller  $F1 \geq 1$ , preferiblemente  $\geq 3$

20 La disposición que se obtiene de esta relación de la fibra de Lyocell según la invención en el diagrama de Höller se muestra en la figura 2. Por consiguiente, la fibra según la invención ocupa en el diagrama de Höller, hablando de manera general, el espacio por encima de las abscisas y alrededor de las ordenadas así como a la izquierda del mismo y está diferenciado claramente de las fibras de Lyocell que pueden obtenerse comercialmente en la actualidad, que en el diagrama de Höller, hablando de manera general, se encuentran (claramente) a la derecha de las ordenadas.

25 A la inversa, la fibra de Lyocell según la invención en el diagrama de Höller se encuentra cerca de la región de la viscosa (convencional). Realmente se ha mostrado que la fibra de Lyocell según la invención presenta en cuanto a su procesabilidad propiedades claramente "más similares a la viscosa" que las fibras de Lyocell habituales comercialmente en la actualidad.

30 Las propiedades "más similares a la viscosa" tienen un efecto en la práctica textil en las siguientes variaciones de propiedades:

- la fibra según la invención puede teñirse de manera continua como producto planiforme tal como viscosa (las fibras de Lyocell convencionales sólo pueden teñirse en anchura)

35 - los productos planiformes altamente refinados sin un apresto con resina (tales como artículos de punto) a partir de la fibra según la invención conservan en caso de lavado durante más tiempo un aspecto de producto invariable

40 - los productos planiformes a partir de la fibra según la invención presentan una resistencia a la abrasión como los productos planiformes de viscosa y por consiguiente presentan una mejora del doble con respecto a las fibras de Lyocell convencionales.

Sin embargo, la fibra según la invención conserva la alta estabilidad dimensional característica de la fibra de Lyocell en el caso de procesos de lavado.

45 Sin embargo, aunque las zonas en el diagrama de Höller de la fibra según la invención y de fibras de viscosa (convencionales) así como en parte de fibras de modal se solapan, los tipos de fibras pueden diferenciarse claramente entre sí gracias a las diferencias principales en el procedimiento de producción, puesto que la fibra según la invención puede diferenciarse claramente de manera analítica de las fibras producidas según el procedimiento de viscosa tales como fibras de viscosa (convencionales) y fibras de modal:

50 - perteneciente al tipo de fibra de Lyocell, puede detectarse un contenido en disolvente residual (en particular en el caso de fibras producidas según el procedimiento de aminóxido restos de NMMO)

55 - la fibra no contiene, a diferencia de una fibra producida según el procedimiento de viscosa, nada de azufre.

El comportamiento de abrasión en húmedo de la fibra según la invención se encuentra según el método descrito a continuación entre 300 y 5000 revoluciones hasta la rotura de la fibra, preferiblemente entre 500 y 3000 revoluciones.

60 La flexibilidad (es decir el cociente  $FDk/FFk$ ) de la fibra según la invención se encuentra preferiblemente entre 0,55 y 1,00, preferiblemente entre 0,65 y 1,00.

65 Se ha mostrado que la abrasión en seco según Martindale de un punto sencillo  $150 \text{ g/m}^2$  a partir de un hilado de anillo Nm 50/1 a partir de la fibra según la invención puede encontrarse entre 30.000 y 60.000 vueltas hasta la formación de un agujero.

La fibra según la invención se caracteriza preferiblemente porque está producida según el procedimiento de aminóxido.

La fibra según la invención se encuentra preferiblemente como fibra discontinua, es decir como fibras cortadas.

La variación de propiedades según la invención de fibras de Lyocell en la dirección de una fibra de Lyocell similar a la viscosa y con ello el nuevo posicionamiento de los datos de fibra en el diagrama de Höller se consigue según la presente invención mediante un ajuste cuidadoso del material de partida y de las condiciones de procedimiento:

#### 1) Pulpa

Para la producción de la fibra según la invención se necesita una distribución de peso molecular definida del material de partida utilizado. Esta se consigue en particular mediante el mezclado de dos o más pulpas individuales. Por consiguiente, la fibra según la invención se caracteriza preferiblemente porque está producida a partir de una mezcla de al menos dos pulpas diferentes.

La distribución de peso molecular se caracteriza por los siguientes parámetros:

a) El porcentaje de celulosas o impurezas celulósicas (pentosanos y hexosanos poliméricos, tales como xilano, glucomanano, beta-1,4-glucano de bajo peso molecular) con un grado de polimerización de menos de 50 se encuentra por debajo del 2% (con respecto a la mezcla de pulpas), preferiblemente por debajo del 1,5% (determinación de la distribución de peso molecular con GPC/SEC con detección MALLS en DMAC/LiCl, Bohrn, R., A. Potthast, *et al.* (2004). "A novel diazo reagent for fluorescence labeling of carboxyl groups in pulp." Lenzinger Berichte 83: 84-91).

b) Un porcentaje del 70% al 95% de la mezcla de pulpas tiene un índice de viscosidad límite en el intervalo de desde 250 hasta 500 ml/g, preferiblemente de 390 a 420 ml/g (medido según SCAN-CM 15:99), denominado a continuación "componente de bajo peso molecular".

c) Un porcentaje del 5% al 30% de la mezcla de pulpas tiene un índice de viscosidad límite de 1000 a 2500 ml/g, preferiblemente 1500 - 2100 ml/g, denominado a continuación "componente de alto peso molecular".

d) Preferiblemente, el porcentaje del componente de bajo peso molecular asciende al 70 - 75%, cuando el componente de alto peso molecular presenta un índice de viscosidad límite de 1000 - 1800 ml/g o al 70 - 95%, cuando el componente de alto peso molecular presenta un índice de viscosidad límite > 2000 ml/g.

e) Además, la pureza de las pulpas utilizadas es importante: la pureza se define como el valor medio de las resistencias a los álcalis R10 y R18 según la norma DIN 54355 (1977), determinación de la resistencia de la pulpa a la lejía de sosa (resistencia a los álcalis). Este valor corresponde aproximadamente al contenido en alfa-celulosa según TAPPI T 203 CM-99. La pureza del componente de bajo peso molecular asciende a > 91%, preferiblemente > 94%, la pureza del componente de alto peso molecular > 91%, preferiblemente > 96%.

Se ha mostrado que en particular en el caso de la utilización de pulpas altamente puras, tal como pulpas de línteres de algodón, es posible más fácilmente producir fibras con las propiedades según la invención.

Se ha mostrado además que también pulpas de materiales textiles de algodón reciclados (*reclaimed cotton fibers* - RCF) son adecuadas para la producción de fibras según la invención. Tales pulpas pueden producirse según la enseñanza de la publicación "Process for pretreating reclaimed cotton fibres to be used in the production of moulded bodies from regenerated cellulose" (Research Disclosure, [www.researchdisclosure.com](http://www.researchdisclosure.com), número de base de datos 609040, publicada digitalmente el 11 de diciembre de 2014).

#### 2) Condiciones de hilatura

Además de la elección de la composición de pulpa adecuada, las condiciones de hilatura son de especial importancia para la producción de la fibra según la invención:

i) El caudal de masa de hilatura debe encontrarse entre 0,01 y 0,05 g/orificio de boquilla/min, preferiblemente entre 0,015 y 0,025 g/orificio de boquilla/min.

ii) Longitud del espacio de aire: El modo de operación para la producción de la fibra según la invención se diferencia del estado de la técnica (documentos WO 95/02082, WO 97/38153), en que la longitud del espacio de aire no representa ningún parámetro relevante. Ya a partir de 20 mm de espacio de aire se obtienen fibras según la invención.

iii) Clima en el espacio de aire: También en esto se diferencia la producción de la fibra según la invención con respecto al estado de la técnica (documentos WO 95/02082, WO 97/38153), porque la humedad y la temperatura del aire de soplado no representan parámetros relevantes. Pueden utilizarse valores de humedad del aire de soplado de entre 0 g/kg de aire y 30 g/kg de aire, y la temperatura del aire de soplado puede encontrarse entre 10°C y 30°C (el experto en la técnica conoce que para un objetivo de humedad dado del aire de soplado, una temperatura del aire mínima, que corresponde a una humedad relativa del 100%, no puede quedarse por debajo). La velocidad del aire de soplado en el espacio de aire es menor que en la producción de fibras de Lyocell que pueden obtenerse comercialmente en la actualidad y debe encontrarse por debajo de 3 m/s, preferiblemente a aproximadamente 1 - 2 m/s.

iv) Estiraje en el espacio de aire: El valor del estiraje en el espacio de aire (cociente de la velocidad de extracción del baño de hilatura con respecto a la velocidad de extrusión desde la boquilla) debe encontrarse por debajo de 7. Puede conseguirse un estiraje reducido en el caso de un título definido de la fibra, mediante la utilización de boquillas con un diámetro de orificio reducido. Pueden utilizarse boquillas con un diámetro de orificio de  $\leq 100 \mu\text{m}$ , se prefieren boquillas con un diámetro de orificio de entre  $40 \mu\text{m}$  y  $60 \mu\text{m}$ .

v) Temperatura de hilatura: La hilatura debe tener lugar a una temperatura lo más alta posible, limitada solo por la estabilidad térmica del disolvente. Sin embargo, no puede quedarse por debajo de un valor de 130°C.

vi) La temperatura de baño de hilatura puede ascender a entre 0°C y 40°C, se prefieren valores de 0°C a 10°C.

vii) Durante el transporte de la fibra desde el baño de hilatura al tratamiento posterior y durante el tratamiento posterior, de manera correspondiente al documento WO 97/33020, los filamentos deben exponerse a un esfuerzo de tracción en la dirección longitudinal de no más de 5,5 cN/tex.

Se ha mostrado que en el caso de mantener los parámetros anteriores, se obtienen de manera reproducible fibras de Lyocell, que cumplen con las relaciones según la invención en cuanto a los dos factores de Höller F1 y F2 y por consiguiente presentan propiedades "más similares a la viscosa".

La presente invención se refiere a también un haz de fibras, que contiene un gran número de fibras según la invención. Como "haz de fibras" debe entenderse un gran número de fibras, así por ejemplo un gran número de fibras discontinuas, una hebra de filamentos continuos o una bala de fibras.

Métodos de medición:

Comprobación de las propiedades mecánicas textiles:

La determinación del título de las fibras (*linear density*) tuvo lugar según la disposición de la BISFA "Testing methods viscose, modal, lyocell and acetate staple fibers and tows" edición 2004 capítulo 6 con ayuda de un vibroscopio de tipo constructivo Lenzing Technik.

La determinación de la fuerza de tracción máxima (*breaking tenacity*), del alargamiento por fuerza de tracción máxima (*elongation at break*) en estado acondicionado y en estado húmedo y del módulo húmedo (*wet modulus*) tuvo lugar según la disposición de la BISFA anterior, capítulo 7 con ayuda de un aparato de prueba de tracción Lenzing Vibrodyn (aparato para ensayos de tracción en fibras individuales con una velocidad de deformación constante).

La resistencia de los lazos se determinó basándose en la norma DIN 53843 parte 2 de la siguiente manera: Se determinan en el vibroscopio los títulos de las dos fibras a las que se recurre para la comprobación. Para la determinación de la resistencia de los lazos se forma un lazo con la primera fibra y se sujeta a presión con ambos extremos en el peso de pretensado (magnitud del peso de pretensado según la disposición de la BISFA anterior capítulo 7). La segunda fibra se hace pasar por el lado de la primera fibra y los extremos se sujetan en el elemento de sujeción superior (cabezal de medición) del aparato de prueba de tracción de tal manera que el entrelazado se encuentra en el centro de ambos elementos de sujeción. Tras balancear la pretensión se cierra el elemento de sujeción inferior y se inicia el ensayo de tracción (longitud de sujeción 20 mm, velocidad de tracción 2 mm/min). Debe prestarse atención a que la rotura de la fibra se produce en el arco del lazo. Como resistencia de los lazos dependiente del título, el valor de medición de fuerza de tracción máxima obtenido se divide entre el menor de los dos títulos de fibra.

La resistencia de los nudos se determinó basándose en la norma DIN 53842 parte 1 de la siguiente manera: A partir de la fibra que debe comprobarse se forma un lazo, un extremo de la fibra se hace pasar a través del lazo y así se forma un nudo suelto. La fibra se sujeta en el elemento de sujeción superior del aparato de prueba de tracción de tal manera que el nudo se encuentra en el centro entre los elementos de sujeción. Tras balancear la pretensión se cierra el elemento de sujeción inferior y se inicia el ensayo de tracción (longitud de sujeción 20 mm, velocidad de

tracción 2 mm/min). Para la evaluación se recurre solo a los resultados, en los que la fibra se ha rasgado también realmente en el nudo.

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

5 Se empleó el método descrito en la publicación de Helfried Stöver: "Zur Fasernassscheuerung von Viskosefasern" Faserforschung und Textiltechnik 19 (1968) cuaderno 10, página 447-452.

10 El principio se basa en la abrasión de fibras individuales en estado húmedo por medio de un árbol de acero rotatorio, que está recubierto con un calcetín de filamentos de viscosa. El calcetín se humecta constantemente con agua. Se determina el número de revoluciones, hasta que la fibra se ha sometido a abrasión completamente y el peso de pretensado desencadena un contacto, y se relaciona con el respectivo título de fibra.

15 Aparato: máquina de abrasión Delta 100 de la empresa Lenzing Technik Instruments

A diferencia de la publicación citada anteriormente, el árbol de acero se desplazada durante la medición de manera continua en la dirección longitudinal, para evitar una formación de estrías en el calcetín de filamentos.

20 Fuente de referencia del calcetín de filamentos: empresa Vom Baur GmbH & KG. Marktstraße 34, D-42369 Wuppertal

Condiciones de prueba:

25 Caudal de agua: 8,2 ml/min

Número de revoluciones: 500 rpm

Ángulo de abrasión: 40° para el título 1,3 dtex, 50° para el título 1,7 dtex, 50° para el título 3,3 dtex

30 Peso de pretensado: 50 mg para el título 1,3 dtex, 70 mg para el título 1,7 dtex, 150 mg para el título 3,3 dtex

Determinación de la resistencia a la abrasión de productos planiformes según Martindale:

35 Metodología según la norma "Determinación de la resistencia a la abrasión de los tejidos por el método Martindale – parte 2: Determinación de la rotura de la probeta (norma ISO 12947-2:1998+Cor. 1:2002; versión alemana EN ISO 12947-2:1998+AC:2006).

**Ejemplos:**

40 Las pulpas o mezclas de pulpas descritas a continuación en la tabla 1 se procesaron para dar masas de hilatura de la composición mencionada en la tabla 2 y se hilaron mediante un procedimiento de hilatura según el documento WO 93/19230 en las condiciones de la tabla 2 para dar fibras con un título de aproximadamente 1,2 a aproximadamente 1,6 dtex.

45 Parámetros constantes, no indicados en la tabla, son:

- la expulsión de masa de hilatura con 0,02 g/orificio/min

50 - el espacio de aire con 20 mm

- la humedad del aire de soplado con 8 - 12 g H<sub>2</sub>O/kg de aire

- la temperatura del aire de soplado con 28 - 32°C

55 - la velocidad del aire de soplado en el espacio de aire con 2 m/s

Los datos mecánicos textiles de las fibras obtenidas se indican en la tabla 3. Los factores de Höller calculados a partir de los datos textiles, el valor de abrasión en húmedo y la flexibilidad de las fibras pueden tomarse de la tabla 4. Los resultados muestran claramente la influencia de la pulpa y la importancia especial de la temperatura de hilatura.

60

Tabla 1:

Pulpa	Código	Índice de viscosidad límite ml/g	Contenido alfa %	Porcentaje DP <50 %	DP>2000

Solucell 250	So 250	270	91,8	1,3	2,8
Borregard Derivat HV	Bo HV	1030	n.d.	1,4	49,1
Saiccor	Sai	383	90,4	6,6	14,9
Borregard Derivat VHV	Bo VHV	1500	92,7	n.d.	n.d.
Solucell 400	So 400	415	94,9	1,9	11,8
Línteres de algodón de bajo PM	Co LV	396	97,1	0,6	0
Línteres de algodón de alto PM	Co HV	2030	99,1	0	98,3
Fibra de algodón reciclada ( <i>reclaimed cotton fibers</i> ) de bajo PM	RCF LV	423	97,1	0,45	7,7
Fibra de algodón reciclada ( <i>reclaimed cotton fibers</i> ) de alto PM	RCF HV	1840	97,8	0	68,7

Las pulpas "RCF LV" y "RCF HV" se produjeron según la enseñanza de la publicación "Process for pretreating reclaimed cotton fibres to be used in the production of moulded bodies from regenerated cellulose" (Research Disclosure, [www.researchdisclosure.com](http://www.researchdisclosure.com), número de base de datos 609040, publicada digitalmente el 11 de diciembre de 2014).

5

Tabla 2:

	Pulpa o mezcla de pulpas	Relación de porcentaje de alto peso molecular/porcentaje de bajo peso molecular	Celulosa en la masa de hilatura	Agua en la masa de hilatura	Boquilla	Estiraje	Temperatura de hilatura	Temperatura de baño de hilatura
			%	%	□		°C	°C
Ejemplo 1	Co HV/Co LV	10 / 90	11	12	40	1,54	131	0
Ejemplo 2	Co HV/Co LV	10 / 90	11	12	50	2,41	131	0
Ejemplo 3	Co HV/Co LV	10 / 90	11	12	60	3,47	130	0
Ejemplo 4	Co HV/Co LV	10 / 90	11	12	80	6,17	130	0
Ejemplo 5	Co HV/Co LV	10 / 90	11	12	60	3,47	130	20
Ejemplo 6	Co HV/Co LV	10 / 90	11	10,5	50	2,41	132	0
Ejemplo 7	Co HV/Co LV	10 / 90	11	10,5	50	2,41	132	20
Ejemplo 8	Co HV/Co LV	10 / 90	13	11,7	50	2,85	131	0
Ejemplo 9	Co HV/Co LV	5 / 95	13,5	10	50	2,96	130	20
Ejemplo 10	Co HV/Co LV	5 / 95	13,5	10	50	2,96	131	0
Ejemplo 11	Bo HV/So 250	30 / 70	11	12	40	1,54	130	20
Ejemplo 12	Bo HV/So 250	30 / 70	11	12	50	2,41	130	20
Ejemplo 13	Bo HV/So 250	30 / 70	11	12	60	3,47	130	20
Ejemplo 14	Bo HV/So 250	30 / 70	11	12	70	4,73	130	20
Ejemplo 15	Bo VHV/So 400	24 / 76	11	12	50	2,41	132	20
Ejemplo 16	RCF HV/RCF LV	10 / 90	11	12	50	2,41	130	0
Ejemplo 17	Bo VHV/RCF LV	10 / 90	11	12	50	2,41	132	0
Ejemplo comparativo 1	Co HV/Co LV	5 / 95	13,5	10	50	2,96	122	0
Ejemplo comparativo 2	Co HV/Co LV	10 / 90	11	12	100	9,64	130	20
Ejemplo comparativo 3	Sai		12,8	10,5	40	1,80	132	20

ES 2 668 695 T3

Ejemplo comparativo 4 (fibra de Lyocell comercial)	Sai		13	10,5	100	11,4	124	20
----------------------------------------------------	-----	--	----	------	-----	------	-----	----

Tabla 3:

	Título	FFk	FDk	FFn	FDn	NM	SFk	KFk
	dtex	cN/tex	%	cN/tex	%	cN/tex, 5%	cN/tex	cN/tex
Ejemplo 1	1,37	21,8	15,2	16,7	22,8	4,2	14,8	21,3
Ejemplo 2	1,37	25,1	21,5	17,8	28,2	3,9	15,7	23,3
Ejemplo 3	1,37	26,4	17,4	19,0	22,2	4,8	16,3	23,3
Ejemplo 4	1,37	26,3	16,5	20,8	22,8	5,4	17,5	25,1
Ejemplo 5	1,36	26,0	14,0	17,5	20,5	4,7	14,5	22,7
Ejemplo 6	1,23	24,5	19,0	18,7	25,5	4,4	16,1	22,5
Ejemplo 7	1,34	24,7	17,5	20,0	24,4	5,5	16,7	24,1
Ejemplo 8	1,54	26,4	16,1	19,5	21,7	4,7	17,4	23,6
Ejemplo 9	1,29	27,5	14,9	20,5	21,0	5,8	20,6	24,9
Ejemplo 10	1,37	24,8	17,8	19,4	24,2	4,5	19,1	23,6
Ejemplo 11	1,34	21,3	14,1	14,9	22,8	3,6	11,5	19,2
Ejemplo 12	1,30	24,1	15,2	15,4	19,2	4,4	10,2	19,4
Ejemplo 13	1,37	22,9	15,9	18,1	22,7	4,4	11,1	20,3
Ejemplo 14	1,30	25,3	14,6	19,4	21,8	5,0	12,0	20,5
Ejemplo 15	1,30	27,5	16,9	22,7	22,8	6,0	13,2	23,8
Ejemplo 16	1,36	24,6	16,0	18,5	23,9	4,2	14,8	22,4
Ejemplo 17	1,32	23,1	16,5	17,9	24,5	4,0	14,1	20,9
Ejemplo comparativo 1	1,30	28,8	15,0	21,1	23,6	5,3	20,9	25,2
Ejemplo comparativo 2	1,43	27,7	11,1	21,6	16,1	8,1	16,7	25,0
Ejemplo comparativo 3	1,31	30,1	13,5	22,3	16,4	6,9	11,3	21,1
Ejemplo comparativo 4 fibra de Lyocell comercial	1,37	39,3	13,6	34,9	18,6	10,6	18,9	31,7

Tabla 4

	Factor de Höller	Factor de Höller	Valor de abrasión en húmedo	Flexibilidad
	F 1	F 2	Revoluciones hasta la rotura	FDk/FFk
Ejemplo 1	-0,05	3,20	1951	0,70
Ejemplo 2	-0,45	4,39	1947	0,86
Ejemplo 3	0,27	4,22	664	0,66
Ejemplo 4	0,51	4,88	370	0,63
Ejemplo 5	0,40	3,33	244	0,54
Ejemplo 6	-0,12	4,16	1427	0,78
Ejemplo 7	-0,07	5,02	1455	0,71
Ejemplo 8	0,42	4,53	511	0,61
Ejemplo 9	0,84	5,61	303	0,54
Ejemplo 10	0,17	5,15	635	0,72
Ejemplo 11	-0,28	1,82	336	0,66
Ejemplo 12	-0,04	1,45	585	0,63
Ejemplo 13	-0,09	2,06	410	0,70
Ejemplo 14	0,27	2,36	312	0,58
Ejemplo 15	0,52	3,49	443	0,62
Ejemplo 16	0,08	3,59	1153	0,65
Ejemplo 17	-0,14	3,13	821	0,71
Ejemplo comparativo 1	1,21	5,94	332	0,52

Ejemplo comparativo 2	1,45	4,16	125	0,40
Ejemplo comparativo 3	1,05	2,17	30	0,45
Ejemplo comparativo 4 fibra de Lyocell comercial	2,72	6,17	40	0,34

La posición de los ejemplos/ejemplos comparativos en el diagrama de Höller así como la zona de diagrama, que se reivindica según la invención, se muestra en la imagen 3. En esta se indican los ejemplos según la invención 1 a 17 con sus respectivos números, así como los ejemplos comparativos 1 a 4 en cada caso con una "V" que los precede.

5 El ejemplo comparativo 1 demuestra que cuando todos los parámetros de producción a excepción de la temperatura de hilatura, que con 122°C se encuentra por debajo del valor requerido de al menos 130°C, coinciden con los parámetros para la producción de la fibra según la invención, no se alcanza el objetivo según la invención.

10 El ejemplo comparativo 2 demuestra que cuando todos los parámetros de producción a excepción del estiraje, que con 9,64 se encuentra por encima del valor requerido de menos de 8,00, coinciden con los parámetros para la producción de la fibra según la invención, no se alcanza el objetivo según la invención.

15 El ejemplo comparativo 3 demuestra el significado de la pulpa. Cuando todos los parámetros de producción a excepción de la composición de pulpa, que con un pulpa individual no presenta el porcentaje requerido de peso molecular muy alto y peso molecular bajo, coinciden con los parámetros para la producción de la fibra según la invención, no se alcanza el objetivo según la invención.

20 El ejemplo comparativo 4 muestra las propiedades y la posición en el diagrama de Höller de una fibra de Lyocell comercial (Tencel® de la empresa Lenzing AG)

Ejemplo de procesamiento:

25 Se procesó una bala de 130 kg de una fibra 1,3 dtex/38 mm de manera correspondiente al ejemplo 11 para dar un hilado de anillo Nm 50. A partir de este hilado se produjo un producto planiforme de punto sencillo 150 g/m<sup>2</sup>. Una muestra de este punto sencillo se tiñó durante 45 min con Novacronmarine FG al 4%, razón de baño de 1:30 a 60°C en el dispositivo Laborjet y a continuación se sometió a 15 lavados domésticos a 60°C.

30 La tabla 5 muestra el comportamiento de abrasión y de lavado de este punto sencillo en comparación con un producto planiforme de la misma construcción a partir de una fibra de viscosa o de Lyocell comercial.

Tabla 5:

	Fibra correspondiente al ejemplo 11	Viscosa 1,3 dtex	Lyocell convencional 1,3 dtex
Abrasión según Martindale Vueltas hasta la formación de un agujero	57500	58750	15500
Ensayo de lavado			
Escala de grises*			
Nota tras el 1 <sup>er</sup> lavado	4-5	4	3-4
Nota tras el 5 <sup>o</sup> lavado	4-5	4	1
Nota tras el 10 <sup>o</sup> lavado	3	4-5	2
Nota tras el 15 <sup>o</sup> lavado	2-3	4-5	1

\* Notas de 1 a 5, la mejor nota es 5

**REIVINDICACIONES**

1. Fibra celulósica de tipo Lyocell, que presenta un título de desde 0,8 dtex hasta 3,3 dtex y está caracterizada por las siguientes relaciones:
- 5 factor de Höller  $F2 \geq 1$ , preferiblemente  $\geq 2$
- factor de Höller  $F1 \geq -0,6$
- 10 factor de Höller  $F2 \leq 6$  así como
- factor de Höller  $F2$  menos  $4,5 \cdot$  factor de Höller  $F1 \geq 1$ , preferiblemente  $\geq 3$ .
- 15 2. Fibra según la reivindicación 1, caracterizada por una resistencia a la abrasión en húmedo que asciende a entre 300 y 5000 revoluciones.
3. Fibra según la reivindicación 1 o 2, caracterizada por una flexibilidad que se encuentra entre 0,55 y 1,00.
- 20 4. Fibra según una de las reivindicaciones anteriores, presentando un punto sencillo 150 g/m<sup>2</sup> producido a partir de un hilado de anillo Nm 50/1 de esta fibra una resistencia a la abrasión según Martindale de entre 30000 y 60000 vueltas hasta la formación de un agujero.
- 25 5. Fibra según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizada porque está producida según el procedimiento de aminóxido.
6. Fibra según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizada porque está producida a partir de una mezcla de al menos dos pulpas diferentes.
- 30 7. Haz de fibras, que contiene un gran número de fibras según una de las reivindicaciones anteriores.

FIGURA 1

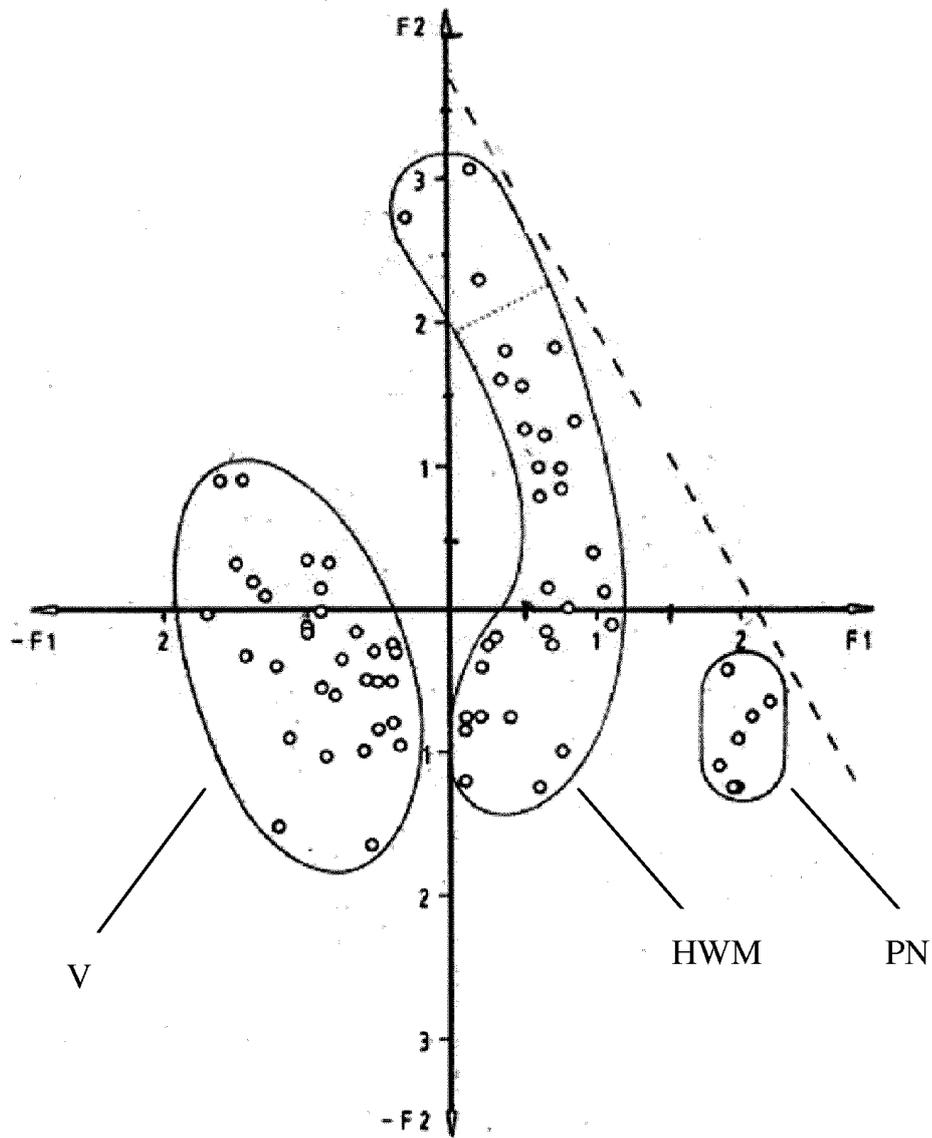


FIGURA 2

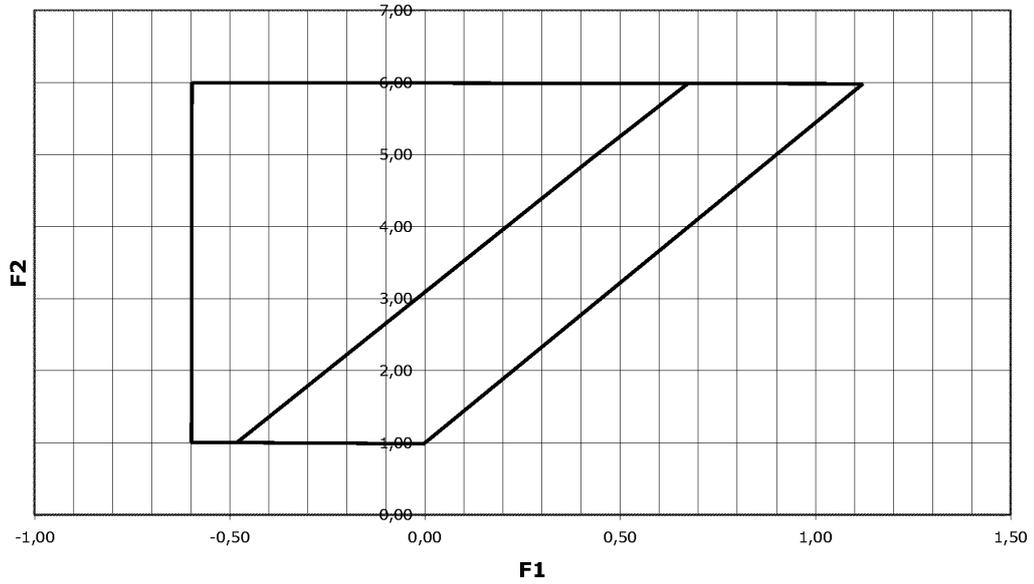


FIGURA 3

