

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 689 386**

51 Int. Cl.:

D04H 1/46 (2012.01)

D06N 3/04 (2006.01)

D06N 3/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **25.05.2011 PCT/GB2011/000802**

87 Fecha y número de publicación internacional: **01.12.2011 WO11148136**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **25.05.2011 E 11729645 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **04.07.2018 EP 2576881**

54 Título: **Materiales no tejidos naturales**

30 Prioridad:

29.06.2010 GB 201010985
25.05.2010 GB 201008729

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
13.11.2018

73 Titular/es:

ANANAS ANAM LIMITED (100.0%)
6 Northbrook Road
Dublin 2, IE

72 Inventor/es:

HIJOSA, CARMEN;
GALLART, ANNA, RIBÉ;
ROMERO, JAVIER, JIMÉNEZ;
PAUL, ROSHAN y
BROUTA-AGNÉSA, MAROLDA

74 Agente/Representante:

DURÁN BENEJAM, María Del Carmen

ES 2 689 386 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

Materiales no tejidos naturales

5 Campo de la invención

La presente invención se refiere a un nuevo material o material de red de apilamiento de múltiples capas hecho básicamente de fibras naturales que es adecuado para una diversidad de aplicaciones, a los usos de los mismos y a métodos de fabricación. La presente invención también se refiere a nuevos métodos de preparación de fibras naturales y de procesamiento de las mismas en un material de tejido no tejido.

Más particularmente, la presente invención se refiere a un material o material de red de apilamiento de no tejidos de múltiples capas natural que, entre otros, tiene el aspecto del cuero.

15 Se ha de entender que el uso del nuevo material de red natural no se debería limitar a un sustituto del cuero como se describe en lo sucesivo en el presente documento.

Antecedentes de la invención

20 La presente invención se basa en la investigación de una amplia diversidad de fibras de hojas y tallos naturales que incluyen, por ejemplo, fibra de hoja de piña (PALF).

Las fuentes principales de la piña son originarias de Brasil, Tailandia y Filipinas. En 2008, los 20 primeros países productores de piña produjeron más de 17 millones de MT de piña como se ilustra en la siguiente Tabla I:

25

2008				
Posición	País	Producción (Int 1000 \$)	Producción (MT)	% de producción de los 20 primeros
1	Brasil	481922	2491974	14,2
2	Tailandia	440651	2278566	13,0
3	Filipinas	427263	2209336	12,6
4	Costa Rica	324532	1678125	9,6
5	China	271144	1402060	8,0
6	India	252528	1305800	7,5
7	Indonesia	246139	1272761	7,3
8	Nigeria	174051	900000	5,1
9	México	132627	685805	3,9
10	Vietnam	90893	470000	2,7

Fuente: estadísticas de alimentación y cultura de ONU

30 En Brasil, Tailandia, Filipinas y en otros lugares, cuando se cosecha la fruta de la piña, se deja que se pudran las hojas de la piña en su mayor parte. Hasta la fecha, se ha usado una pequeña cantidad para extraer fibra de hoja de piña, que se usa como filamento o se mezcla con algodón, nailon o fibras de base natural o sintética similares y se hila en un hilo. El hilo producido se puede usar en la fabricación de textiles tejidos, etc.

35 Las fibras de hoja de piña que se usan para preparar el nuevo material no tejido natural que se describe en lo sucesivo en el presente documento son un producto secundario de la cosecha de la fruta de la piña. En la actualidad, se dejan descomponer después de que se coseche la fruta. De ese modo, los ingresos de los granjeros de piña de Tailandia, Filipinas y otros lugares aumentarían mediante los procesos de extracción de fibra necesarios en la producción de este nuevo material no tejido natural que se describe en lo sucesivo en el presente documento. La tecnología, cuando se complete, será transferible a otras regiones del mundo que son grandes productoras de piña.

40 El uso adecuado de la fibra de hoja de piña sería económicamente beneficioso para los granjeros de piña, también proporcionaría un material a partir de fuentes renovables, que de otro modo a menudo se descarta como material de desecho.

El material no tejido natural es medioambientalmente ventajoso debido a que, entre otras razones, no requiere tierra, energía y fertilizantes adicionales para la cosecha, como es el caso de otras fibras naturales tales como el algodón. Tampoco compite por los recursos de tierra que se usan en la industria alimentaria a diferencia del algodón y PLA.

5 La presente invención proporciona un material basado en un material biodegradable que tiene una buena resistencia a la tracción y una buena densidad lineal de masa de fibras (denier). Además, entre otras cosas, el material de fibra no tejido natural, por ejemplo, fibra de piña se puede coser y se puede usar como material sustituto en la preparación, por ejemplo, de muebles, prendas de vestir, interiores de hogar, paneles, bolsas, equipaje, industria del automóvil, zapatos, accesorios, etc.

10 La presente invención proporciona que tal fibra no tejida natural puede tener una diversidad de utilidades que incluyen, pero no se limitan a, cuero artificial como se ha descrito anteriormente en el presente documento.

15 El documento de solicitud de Patente Europea n.º 1 013 290 describe un material compuesto absorbente de múltiples capas que comprende un núcleo absorbente de fibras de pulpa de lana de celulosa. El material compuesto absorbente se produce mediante un proceso de deposición en aire.

20 En la preparación de fibras no tejidas naturales a partir de material de hojas y tallos de plantas es necesario tratar el material de hojas y tallos para retirar la goma que mantiene junto el material de hojas y tallos. Los métodos convencionales de desengomar fibras naturales comprenden procesos químicos, habitualmente el uso de una base tal como hidróxido de sodio o hidróxido de amonio acuoso. Sin embargo, el uso de sosa cáustica puede dañar la propia fibra y habitualmente se puede producir una fibra gruesa que puede requerir el uso de un agente de ablandamiento adicional.

25 **Sumario de la invención**

Por lo tanto, existe la necesidad de materiales naturales que se puedan obtener a partir de fuentes existentes usando técnicas ecológicas.

30 De ese modo, de acuerdo con un primer aspecto de la presente invención, se proporciona un cuero artificial que comprende un material de apilamiento de no tejidos de múltiples capas, material de apilamiento de múltiples capas que comprende capas interconectadas discretas pudiendo ser, cada una de las capas, igual o diferente, comprendiendo una fibra compuesta de aproximadamente un 80 a un 100 % p/p de fibra de hoja o tallo, en el que la fibra de hoja o tallo comprende las hojas de una o más plantas de la familia *Bromeliaceae*, y un polímero curado, en el que el contenido de polímero curado es de aproximadamente un 1 a un 20 % p/p y el polímero se cura a una temperatura de aproximadamente 120 °C o menos.

35 El contenido de polímero curado puede ser preferentemente de aproximadamente un 2 a un 20 % p/p, preferentemente de aproximadamente un 3 a un 20 % p/p, preferentemente de aproximadamente un 4 a un 20 % p/p, más preferentemente de aproximadamente un 5 a un 20 % p/p.

40 Las fibras de hoja comprenden generalmente fibras de origen natural o cultivadas que tienen un alto contenido en celulosa, por ejemplo aproximadamente un 70 % p/p o más. El material de apilamiento de múltiples capas de la invención puede comprender una fuente individual de fibra de hoja o un material compuesto de fibras de hoja o un material compuesto de una o más fibras de hoja y una o más fibras de tallo. La fibra natural puede comprender una fibra de hoja o una fibra de tallo y las mezclas de las mismas. Preferentemente, la fibra natural comprende una fibra de hoja. Cuando el material natural comprende solo fibra de hoja, se puede basar en una fuente individual de hoja o una mezcla de hojas.

45 Una fibra de hoja preferente comprende las hojas de una o más plantas de la familia *Bromeliaceae*, tales como *Ananas Comosus (Linn)*, por ejemplo PALF. Alternativamente, se pueden usar fibras tales como abacá o sisal (*Agave sisalana*) ya sean solas o como un material compuesto con PALF. Las fibras de abacá son fibras de hoja de las plantas de la banana, tales como *Musa acuminata* o *Musa balbisiana*, etc. Cuando se incluye una fibra de tallo en un material compuesto de la invención puede comprender una diversidad de fibras de tallo conocidas convencionalmente, por ejemplo, lino, yute, ramio y cáñamo. Una fibra de hoja especialmente preferente comprende las hojas de una o más plantas de la familia *Bromeliaceae*, tales como *Ananas Comosus (Linn)*, piña. Sin embargo, el experto en la materia ha de entender que se pueden usar mezclas de las fibras de hoja y tallo, por ejemplo, fibras que pueden tener un contenido relativamente alto de fibras de hoja de piña, en el material de apilamiento de múltiples capas de este aspecto de la invención. Cuando el material de apilamiento de múltiples capas no tejido de la invención comprende un material compuesto que incluye fibras de hoja y tallo, preferentemente la mayoría del material comprende una fibra de hoja, tal como PALF. De ese modo, en un material compuesto, la fibra de hoja puede comprender al menos un 50 % p/p del contenido de fibra de hoja/tallo, preferentemente al menos un 60 % p/p del contenido de fibra de hoja/tallo, preferentemente al menos un 70 % p/p del contenido de fibra de hoja/tallo, preferentemente al menos un 80 % p/p del contenido de fibra de hoja/tallo, preferentemente al menos un 90 % p/p del contenido de fibra de hoja/tallo y especialmente al menos un 95 % p/p del contenido de fibra de hoja/tallo. Cuando se usa una mezcla de fibras de hojas, es deseable que la mayor parte de la fibra de hoja sea PALF. De ese

- modo, al menos un 50 % p/p del contenido de la fibra de hoja es PALF, preferentemente al menos un 60 % p/p del contenido de la fibra de hoja es PALF, preferentemente al menos un 87 % p/p del contenido de la fibra de hoja es PALF, preferentemente al menos un 80 % p/p del contenido de la fibra de hoja es PALF, preferentemente al menos un 90 % p/p del contenido de la fibra de hoja es PALF y especialmente al menos un 95 % p/p del contenido de la fibra de hoja es PALF. En un aspecto de la presente invención, cuando la fibra de hoja es PALF, el material no tejido natural puede comprender aproximadamente un 100 % p/p de fibra de hoja, es decir no se añade ningún fusible. Preferentemente, la fibra de hoja o tallo se desgoma antes de su uso usando métodos de desgomado conocidos en la técnica u otros métodos de desgomado que se describen en el presente documento.
- 10 Cuando se usa un polímero fusible como se describe en el presente documento, el polímero puede ser fusible a una temperatura de aproximadamente 180 °C o menos, preferentemente aproximadamente 170 °C o menos, preferentemente aproximadamente 160 °C o menos, preferentemente aproximadamente 150 °C o menos, preferentemente aproximadamente 140 °C o menos, preferentemente aproximadamente 130 °C o menos, preferentemente aproximadamente 120 °C o menos, preferentemente aproximadamente 110 °C o menos,
- 15 preferentemente aproximadamente 100 °C o menos, más preferentemente aproximadamente 90 °C, más preferentemente aproximadamente 80 °C o menos, más preferentemente aproximadamente 60 °C o menos. De ese modo, el polímero puede ser fusible a una temperatura de aproximadamente 50 a 120 °C, preferentemente de aproximadamente 60 a 110 °C, preferentemente de aproximadamente 60 a 110 °C, preferentemente de aproximadamente 70 a 100 °C, más preferentemente de aproximadamente 70 a 80 °C.
- 20 La fibra de hoja/polímero de múltiples capas (que incluye un 100 % de fibra de hoja como se ha descrito anteriormente en el presente documento) se puede formar en un material de múltiples capas como se ha descrito anteriormente en el presente documento mediante una diversidad de métodos conocidos convencionalmente por el experto en la materia. Sin embargo, preferentemente cada una de las capas de fibra se deposita por aire. El proceso de deposición por aire se conocerá generalmente por el experto en la materia.
- 25 Una o más de las capas de material pueden estar asociadas a un material curable, tal como una resina. El material curable se puede curar mediante cualquier medio convencional, de ese modo, puede ser curable con temperatura, por ejemplo, curable térmicamente; curable con luz, por ejemplo curable con UV; curable químicamente; etc. De ese modo, un material curable adecuado puede comprender una resina, tal como una resina olefínica, por ejemplo una resina acrílica, tal como una resina acrílica hidrófila, por ejemplo una resina acrílica hidrófila blanda.
- 30 Preferentemente, cada una de las capas de material está asociada al material curable, aunque el experto en la materia entenderá que se puede obtener un material de apilamiento de múltiples capas adecuado si una parte de las capas está asociada y/o solo una región de cada capa está asociada a un material curable. Sin embargo, en un aspecto preferente de la invención básicamente cada capa del material de apilamiento de múltiples capas está asociada a un material curable y básicamente la totalidad de cada capa está asociada al material curable.
- 35 El material curable asociado a las capas del material de apilamiento de múltiples capas no tejido se puede revestir sobre el material no tejido o impregnar en el material no tejido mediante una diversidad de medios conocidos convencionalmente. Sin embargo, preferentemente, el material curable está impregnado en una o más de las capas del material de apilamiento no tejido de múltiples capas.
- 40 De forma deseable, el material de apilamiento no tejido de la invención se proporciona con un material curable pigmentado, por ejemplo en forma de un revestimiento, tal como un revestimiento superficial de un material curable pigmentado. El material curable pigmentado de este aspecto de la invención puede comprender el mismo material curable que está asociado con el material como se ha descrito anteriormente en el presente documento, tal como una resina acrílica hidrófila pero incluyendo un pigmento de color. Alternativamente, el pigmento se puede aplicar en un material curable diferente.
- 45 La selección de tales pigmentos se comprenderá bien por parte del experto en la materia y comprenderá pigmentos convencionales.
- 50 El material curable pigmentado se puede aplicar en forma de un revestimiento de un modo tal que el material no tejido se proporcione con un acabado de color.
- 55 Una vez se calienta el material no tejido que comprende el polímero fusible a la temperatura apropiada de un modo tal que se cure el material, se produce un material no tejido que, con el tratamiento apropiado, como se describe en el presente documento se puede parecer al cuero.
- 60 El material no tejido de la presente invención tendrá una resistencia a la tracción y una elongación adecuadas. La resistencia a la tracción puede variar dependiendo, entre otros factores, de la fuente de la fibra de hoja, el método de desgomado, etc.
- 65 La fibra de hoja de piña es especialmente adecuada dado que produce fibras que, entre otras cosas, son finas, por ejemplo pueden tener un denier de aproximadamente 10 a 20 tex, preferentemente de aproximadamente 14 a 18

tex.

El material no tejido natural de la invención puede ser útil como material de cuero artificial. De ese modo, de acuerdo con un aspecto de la invención se proporciona el uso de un material como se ha descrito anteriormente en el presente documento en la fabricación de un cuero artificial.

La invención proporciona además un material curado que comprende un apilamiento no tejido de múltiples capas, comprendiendo el no tejido de apilamiento de capas múltiples capas interconectadas discretas, comprendiendo cada una de las capas, que puede ser igual o diferente, una fibra compuesta de aproximadamente un 80 a un 100 % p/p de fibras de hoja o tallo y de aproximadamente 0 a un 20 % p/p de un polímero curado.

En este aspecto de la invención el polímero es tal que sería fusible a una temperatura de aproximadamente 180 °C o menos como se ha descrito anteriormente en el presente documento, pero el polímero está en su estado curado, es decir, endurecido.

El material curado se puede parecer al cuero y por lo tanto de acuerdo con este aspecto de la invención se proporciona un cuero artificial que comprende un apilamiento de múltiples capas, apilamiento de múltiples capas que comprende capas interconectadas discretas, comprendiendo cada una de las capas, que puede ser igual o diferente, una fibra compuesta de aproximadamente un 80 a un 100 % p/p de fibra de hoja o tallo y de aproximadamente 0 a un 20 % p/p de un polímero, en el que el polímero es fusible a una temperatura de aproximadamente 180 °C o menos y en el que el polímero está en su estado curado.

Se puede usar una diversidad de polímeros fusibles conocidos por el experto en la materia en el material de la presente invención. Tales polímeros pueden comprender un polímero sintético o, preferentemente, un polímero natural, por ejemplo biodegradable. Tales polímeros incluyen, pero no se limitarán a, acrilonitrilo butadieno estireno (ABS); acrílico (PMMA); polieteretercetona; acetato de celulosa; copolímero de olefina cíclica (COC); etileno acetato de vinilo (EVA); etileno alcohol vinílico (EVOH); fluoroplásticos, tales como, PTFE, FEP, PFA, CTFE, ECTFE y ETFE; ionómeros; aleación acrílica/PVC; polímero de cristal líquido (LCP); polioximetileno (POM o acetal); poliacrilatos (acrílico); poliacrilonitrilo (PAN o acrilonitrilo); poliamida (PA o nailon); poliamida-imida (PAI); poliarletercetona (PAEK o cetona); polibutadieno (PBD); polibutileno (PB); tereftalato de polibutileno (PBT); policaprolactona (PCL); policlorotrifluoroetileno (PCTFE); tereftalato de polietileno (PET); tereftalato de policiclohexilidendimetileno (PCT); policarbonato (PC); polihidroxialcanoatos (PHA); policetona (PK); poliéster; polietileno (PE); polieteretercetona (PEEK); polietercetonaacetona (PEKK); polieterimida (PEI); polietileno clorado (CPE); poliimida (PI); ácido poliláctico (PLA); polimetilpenteno (PMP); óxido de polifenileno (PPO); sulfuro de polifenileno (PPS); polifitalimida (PPA); polipropileno (PP); poliestireno (PS); polisulfona (PSU); tereftalato de politrimetileno (PTT); poliuretano (PU); acetato de polivinilo (PVA); cloruro de polivinilo (PVC); cloruro de polivinilideno (PVDC); y estireno acrilonitrilo (SAN); etc. De forma deseable, el polímero es hidrófilo.

De acuerdo con un aspecto adicional de la presente invención, se proporciona un proceso de preparación de un material no tejido y un material curado, por ejemplo un material sustituto de cuero.

De ese modo, de acuerdo con un aspecto adicional de la invención, se proporciona un proceso de preparación de un cuero artificial que comprende un apilamiento de múltiples capas, apilamiento de múltiples capas que comprende capas interconectadas discretas, comprendiendo cada una de las capas, que pueden ser iguales o diferentes, una fibra compuesta de aproximadamente un 80 a un 100 % p/p de fibra de hoja o tallo y de aproximadamente un 1 a un 20 % p/p de un polímero, en el que el polímero es fusible a una temperatura de aproximadamente 120 °C o menos, comprendiendo el proceso:

- a) formar un apilamiento compuesto por una pluralidad de capas de fibras de hoja o tallo, estando interconectadas las fibras de cada una de la pluralidad de capas con las fibras de la capa adyacente;
- b) interconectar la pluralidad de capas conjuntamente, para formar una estera de múltiples capas no tejida;
- c) aplicar un material fusible a la estera;
- d) prensar y fusionar, por ejemplo térmicamente, el material fusible para formar un material compuesto con las fibras de hoja o tallo;
- e) aplicar un material curable hidrófilo flexible opcionalmente pigmentado;
- f) curar el material curable; y
- e) secado rotativo del material curado compuesto.

La etapa de secado rotativo se conoce en la técnica, particularmente la técnica de la fabricación de cuero. El secado rotativo es necesario para producir un cuero artificial de acuerdo con la invención, aunque puede no ser necesario para la producción de otros materiales, tales como los de uso interior, por ejemplo alfombras, muebles, estereras, etc.

La etapa de fusión térmica de las capas que comprenden el material fusible térmicamente hidrófilo flexible se puede llevar a cabo simultáneamente, secuencialmente o por separado de la etapa de prensado de la estera. Antes de que la fibra se deposite por aire, es deseable que se someta a cardado y/o peinado. Para evitar dudas, el proceso de cardado y/o peinado está destinado a abrir, desenredar y enderezar las fibras antes de la deposición por aire.

En el proceso de este aspecto de la invención se puede usar una diversidad de fibras de hoja o tallo incluyendo opcionalmente una mezcla de fibras de hoja o tallo. Sin embargo, preferentemente la fibra de hoja o tallo es básicamente o completamente fibra de hoja de piña.

5 En el proceso de este aspecto de la invención el método de interconexión de la pluralidad de capas puede comprender cualquiera de tales métodos conocidos convencionalmente en la técnica. Tales métodos incluyen, pero no se limitarán a, perforar con aguja, cohesionar por chorro de agua, realizar la deposición por aire, etc., de cada una de las capas, para formar un material interconectado no tejido. Preferentemente, el método de interconexión comprende deposición por aire.

10 Se puede usar cualquier material curable, especialmente materiales curables hidrófilos, conocidos convencionalmente por el experto en la materia, en el método de la invención. Tales materiales curables incluyen, pero no se limitarán a, una o más resinas, tales como una o más resinas acrílicas sintéticas, por ejemplo una resina de isocianato acrílica, acrilato de polimetilo (PMA), metacrilato de polimetilo (PMMA), etc., o uno o más biopolímeros, tales como ácido poliláctico (PLA), poli-3-hidroxibutirato, etc.

Mediante el término "curar" se pretende indicar cualquier método conocido convencionalmente por el experto en la materia que haga que un material se endurezca. De ese modo, el término curar se puede referir a térmicamente, por ejemplo calentar un material, por ejemplo calentar una resina, a una temperatura por encima de la temperatura de fusión de la resina, endurecimiento por luz visible o no visible, por ejemplo curado por UV, etc.

De acuerdo con este aspecto de la presente invención, se proporciona un proceso de preparación de un material que tiene el aspecto de cuero, comprendiendo el proceso:

- 25 a) formar un apilamiento compuesto por múltiples capas de fibras de hoja o tallo, especialmente fibras de hoja de piña, estando las fibras de cada capa depuestas por aire entre sí con respecto a las fibras de la capa o capas vecinas;
- b) unir las capas conjuntamente, por ejemplo mediante perforación con aguja, para formar una estera no tejida interconectada;
- 30 c) aplicar una resina hidrófila flexible, por ejemplo una resina de isocianato acrílica, a la superficie de la estera, y prensar y curar la resina a una temperatura por encima de la temperatura de fusión de la fibra de fusión;
- d) aplicar en una o más etapas una resina hidrófila flexible, por ejemplo una resina acrílica, que contiene un pigmento a la superficie de la estera, y curar la resina para producir una red; y
- 35 e) secado rotativo de la red.

Antes de aplicar una resina hidrófila flexible a la estera no tejida, el proceso que se ha descrito anteriormente en el presente documento puede incluir opcionalmente la etapa de aplicar uno o más tules a la estera.

40 También se pueden usar fibras de hoja/tallo que comprenden las hojas/tallos de una o más plantas de la familia *Bromeliaceae*, tales como, *Ananas Comosus (Linn)*, piña (PALF - fibra de hoja de piña) como refuerzo en resinas termoplásticas y termoestables para desarrollar materiales compuestos ligeros y de bajo coste.

El experto en la materia ha de entender que se puede usar cualquiera de las plantas de cultivo de piña conocidas en los materiales o los procesos de la presente invención. La piña, *Ananas comosus*, tiene diversas variedades de cultivos y otras subespecies taxonómicas. Aquí, se clasifican pomológicamente (por las características del fruto) en 3 grupos:

- 50 • *Grupo español* - es un grupo que se puede reconocer por pulpa de color blanco y hojas con espinas en los bordes
 - Española roja
 - Española de Singapur
 - Hoja de azúcar
- 55 • *Grupo de Queen* - se pueden reconocer por pulpa de color amarillo y/o amarillo dorado y hojas con espinas en los bordes
 - Abacachi
 - Cabazoni
 - Pernambuco
 - Queen
 - Victoria
- 60
- 65 • *Grupo de Cayenne* - se pueden reconocer por pulpa de color amarillo y hojas sin espinas en los bordes

- Baronne Rothschild
- Cayenne
- 5 ▪ Hilo
- Monte Lirio

10 El material no tejido y/o el cuero artificial de la invención puede comprender una fuente individual de fibra de hoja o un material compuesto de fibras de hoja o un material compuesto de una o más fibras de hoja y una o más fibras de tallo.

15 Una fibra de hoja preferente comprende las hojas de una o más plantas de la familia *Bromeliaceae*, tales como, *Ananas Comosus (Linn)*, por ejemplo, PALF. Alternativamente, se pueden usar fibras tales como abacá o sisal (*Agave sisalana*) ya sean solas o en forma de un material compuesto con PALF. Las fibras de abacá son fibras de hoja de plantas de la banana, tales como *Musa acuminata* o *Musa balbisiana*, etc.

20 Cuando se incluye una fibra de tallo en el material compuesto, se puede usar una diversidad de fibras de tallo conocidas convencionalmente, por ejemplo lino, yute, ramio y cáñamo.

De ese modo, el material de la invención puede ser útil para una diversidad de fines que incluyen, pero no se limitan a, cuero artificial (como se ha descrito anteriormente en el presente documento) y similares.

25 De ese modo, de acuerdo con un aspecto de la invención se proporciona el uso de un material como se ha descrito anteriormente en el presente documento en la fabricación de un cuero artificial.

Mediante el término sustituto de cuero se pretende indicar un material con el aspecto, textura, flexibilidad, sensación, etc., que se esperaría del cuero natural.

30 Como se ha descrito anteriormente en el presente documento, la fabricación del material no tejido natural de acuerdo con la presente invención utiliza de forma deseable fibras de hoja y/o tallo que se han desgomado. El proceso químico de desgomado se conoce en la técnica. Se han usado productos químicos para el proceso de desgomado convencional de PALF. Con mayor precisión, el desgomado convencional se ha realizado usando hidróxido de sodio (NaOH).

35 Sin embargo, la presente invención también proporciona un nuevo proceso de desgomado enzimático de fibras de hojas y/o tallos.

40 Para el tratamiento enzimático, se pueden usar diversos tipos de enzimas, tales como biopectinasa (un complejo de poligalacturonasa, pectinesterasa, liasa pectínica y hemicelulasa), una pectinasa, una hemicelulasa y una celulasa. Esas enzimas se han usado combinadas son solo con el fin de determinar la mejor formulación de desgomado. La biopectinasa es capaz de disolver materiales de pectina, hemicelulósicos y otros materiales. Las enzimas pectinasa, hemicelulasa y celulasa pueden disolver materiales de pectina, hemicelulosa y celulosa, respectivamente. La enzima celulasa se conoce bien para el pulido de fibrillas en la superficie de tejidos de algodón. Sin embargo, de acuerdo con el estado de la técnica, la celulasa no se usa habitualmente para el tratamiento de fibras dado que puede degradar las fibras y reducir su resistencia. En este estudio, la celulasa se ha usado en una baja cantidad como aditivo al proceso enzimático.

50 De ese modo, de acuerdo con un aspecto adicional de la presente invención se proporciona un método de desgomado enzimático de fibras de hoja y/o tallo que comprende tratar las fibras de hoja y/o tallo con una o más enzimas seleccionadas entre el grupo que consiste en poligalacturonasa, pectinesterasa, liasa pectínica, hemicelulasa, pectinasa y celulasa, y las mezclas de las mismas. Cuando se usa una mezcla de enzimas en el desgomado se pueden usar de forma simultánea, secuencial o por separado. Preferentemente, las enzimas se usan de forma simultánea.

55 Un grupo preferente de enzimas que se puede mencionar consiste en poligalacturonasa, pectinesterasa, liasa pectínica y hemicelulasa, y las mezclas de las mismas. Las mezclas específicas que se pueden mencionar incluyen una mezcla de poligalacturonasa, pectinesterasa, liasa pectínica y hemicelulasa (Biopectinasa) y una mezcla de poligalacturonasa y hemicelulasa. Una enzima especialmente preferente es una mezcla de poligalacturonasa y hemicelulasa.

60 Cuando se usa una mezcla de poligalacturonasa y hemicelulasa, la mezcla puede comprender de un 1 % a un 10 % p/p de poligalacturonasa y de un 05 % a un 2 % p/p de hemicelulasa, por ejemplo una mezcla de un 5 % de poligalacturonasa y un 1 % de hemicelulasa.

65

La cantidad de enzimas puede variar dependiendo de, entre otros factores, la naturaleza de la fibra de hoja y/o tallo que se desgoma.

5 La invención se describirá a continuación solo a modo de ejemplo y por referencia a las figuras acompañantes, en las que la figura 1 es una representación esquemática de tratamiento de plasma;

la Figura 1 es una representación de un equipo de Ugolini y recipientes de solución;
 las Figuras 3a a e son fotografías de fibras secas; y las Figuras 4 a 9 son microimágenes de las fibras después de desgomado.

10

Todos los porcentajes son en peso, a menos que se indique de otro modo.

Divulgación detallada

15 El componente principal del material es fibras de hoja o tallo, especialmente fibra de hoja de piña (PALF). PALF es una fibra basada en vegetal extraída de las hojas de la planta *Ananas Comosus (Linn)* de la familia *Bromeliaceae* mediante descortezado ya sea manual o usando métodos mecánicos. Los constituyentes químicos principales de las fibras de hoja de piña son celulosa (75-90 %), lignina (2-5 %) y ceniza (1,1 %).

20 Las propiedades físicas y mecánicas de ciertas fibras de hoja, por ejemplo piña, abacá, y banana, se muestran a continuación en las Tablas II, III y IV.

Tabla II

PROPIEDADES	PIÑA		ABACÁ		BANANA	
	EN BRUTO	TRATADA	EN BRUTO	TRATADA	EN BRUTO	TRATADA
1. Resistencia a la tracción, kg/gm/m	24,97	16,33	40,80	31,58	20,90	25,71
2. Finura (Denier)	21,54	17,45	98,50	22,70	48,80	43,05
3. Goma residual, %	35,04	7,69	28,70	6,40	41,90	10,29
4. Contenido de humedad, %	9,31	7,86	10,80	8,24	9,70	9,79
5. Extractivos con agua caliente	5,52	3,64	2,86	1,02	16,45	11,49
6. Extractivos con agua fría	5,36	0,65	1,45	0,47	14,21	8,27
7. Extractivos con Alcol-Ben, %	1,95	1,33	1,70	0,35	1,70	1,40
8. Celulosa total, %	75,44	95,97	68,50	86,11	56,44	89,98
9. Alfa Celulosa, %	56,09	87,33	54,50	63,27	49,53	54,23
10. Lignina, %	4,31	2,50	8,70	3,23	13,22	3,86
11. Longitud de célula final (mm)	5,00	-	3,00	-	3,50	-
12. Diámetro de célula final (mm-3)	8,00	-	20,00	-	25,00	-

25

Tabla III
Propiedades físicas y mecánicas de la fibra de hoja de piña (PALF)

PROPIEDADES	VALOR
Densidad (g/cm ³)	1526
Punto de ablandamiento (°C)	104
Resistencia a la tracción (MPa)	170
Módulo de Young (MPa)	6260
Módulo específico (MPa)	4070
Elongación en la ruptura (%)	3
Recuperación de humedad (%)	12

Tabla IV

Constituyentes químicos	% de la composición
Celulosa total	87,56
Alfa celulosa	78,11
Hemicelulosa	9,45
Lignina	4,78

(De SITRA - University Technology Malaysia)

Asociación Internacional Americana para Pruebas y Materiales (ASTM) 2003

- Las propiedades mecánicas superiores de las fibras de hoja de piña están asociados a su alto contenido de celulosa. Son relativamente baratas, y están disponibles de forma abundante. PALF es una fibra fuerte con aspecto sedoso.
- 5 Son preferentes las hojas largas exteriores. PALF se deja habitualmente en el suelo después de que se haya cosechado el fruto de la piña. Otras fibras de hoja o tallo que se pueden usar son sisal, fibra de hoja de banana, cáñamo y fibra de lino.
- 10 PALF se extrae de las hojas de la piña, una vez el fruto de la piña se ha cortado de la planta. Las hojas se descortezan donde las hojas se machacan y baten mediante una rueda giratoria equipada con cuchillas romas, de un modo tal que permanezcan solo las fibras. La fibra se seca a continuación, se machaca y se recoge en trozos. La longitud de PALF en esta etapa tiene un promedio de 70/100 cm de longitud.
- 15 Las fibras se "limpian" mediante la retirada de goma/tejido no deseados para formar fibras separadas. Para el desgomado químico el proceso convencional consiste en una solución acuosa de hidróxido de sodio. Con más precisión, se ha disuelto un 2 % o.w.f. en agua destilada. Se ha usado una proporción de licor de 1:25. Las muestras de PALF se han tratado en la formulación química durante 10 a 40 minutos, por ejemplo 30 minutos, de 60 °C a 90 °C, por ejemplo 80 °C. A continuación las muestras tratadas se han aclarado en agua destilada y se han secado a temperatura ambiente.
- 20 Las fibras se lavan y se aclaran y a continuación se cargan en un tanque de vacío vertical, con compuestos químicos disueltos en agua y añadidos al tanque. El licor de desgomado es una solución acuosa de hidróxido de sodio y amoníaco. El empapado dura de 2 a 6 horas dependiendo de cuánta goma se retendría por las fibras. A continuación se añaden agentes de ablandamiento, a continuación las fibras se aclaran en agua y se secan al sol.
- 25 El procedimiento anterior es un proceso químico convencional para el desgomado de fibras. Alternativamente, el procedimiento de desgomado puede comprender un desgomado enzimático como se describe en el presente documento.
- 30 En la presente invención, con el fin de la formación de un material no tejido, la longitud óptima de las fibras se descubrió que era aproximadamente 2-12 cm, por ejemplo 4-10 cm, especialmente aproximadamente 6 cm para proporcionar buenas propiedades mecánicas globales en el material acabado mientras que permite una manipulación y un procesamiento fáciles. Las fibras se cortan a la longitud deseada mediante una máquina de corte convencional.
- 35 De aproximadamente un 80 a un 100 % p/p de la malla no tejida está hecha de PALF. El resto, de aproximadamente 0 a un 20 % p/p, está hecha de fibras de un polímero fusible, por ejemplo un poliéster, de aproximadamente 5 cm de longitud. Esto se usa como la fibra de fusión o aglutinante en la malla no tejida. Una mezcla de las fibras cortadas anteriormente se depositan por aire con una "máquina de deposición por aire" adecuada para la producción de no tejidos depositados por aire. Se hace una estera por apilamiento de dos o más capas depositadas por aire, peso total de aproximadamente 100 a aproximadamente 2000 gsm, por ejemplo 400 gsm. Esto se consigue en una máquina de deposición por aire convencional en la que las fibras se alimentan a la máquina y se cardan; esto va seguido de deposición por aire. Las capas se unen mecánicamente, por ejemplo mediante perforación con aguja.
- 40 Los no tejidos perforados con aguja se crean mediante orientación mecánica y entrelazado de las fibras de una red de filamento continuo o cardada. Este entrelazamiento mecánico se consigue con miles de agujas de formación de fieltro barbadadas que pasan repetidamente dentro y fuera de la red.
- 45 Como se ha mencionado anteriormente, de aproximadamente un 80 a un 100 % p/p de en la malla no tejida está hecha de PALF, siendo el resto un polímero fusible, por ejemplo un poliéster, que se usa como fibra de fusión o aglutinante en la malla no tejida. El no tejido resultante tiene una densidad de aproximadamente 100 a aproximadamente 200 gsm, por ejemplo de aproximadamente 200 a 400 g/m² y es de aproximadamente 0,5 mm a aproximadamente 15 mm de grosor, por ejemplo de aproximadamente 2,5 mm a aproximadamente 3 mm de grosor. Se enrolla, por ejemplo, en rollos de 2,15 m de ancho por 50 m de longitud.
- 55

La malla o estera no tejida que tiene un peso, por ejemplo, de aproximadamente 100 a aproximadamente 400 g/m², se acabó para formar un material artificial usando una o más de las siguientes etapas de proceso:

Los materiales no tejidos son ventajosos debido a que, entre otras cosas, toman el color muy bien y son compatibles con las resinas y los acabados usados. Además es biodegradable y no usa compuestos químicos de tinción tóxicos o contaminantes y de ese modo es más responsable socialmente que el cuero. Se puede usar como material sustitutivo en la preparación, por ejemplo, de accesorios de moda, acabados, ropa de vestir, paneles para interiores del hogar, bolsas, equipaje, industria del automóvil, zapatos etc.

1. Endurecimiento térmico de la estera no tejida:

La compactación es útil en la obtención de un peso base mayor o GPSM (gramos por metro cuadrado) y densidad, más volumen, resistencia mayor y mejora las propiedades adhesivas.

La estera se prensa a una temperatura de 90 °C a 200 °C durante 1 a 30 segundos, por ejemplo 120 °C durante 30 segundos, a una presión de 1 a 4 kg/cm². A esta temperatura, el polímero fusible, por ejemplo un poliéster, se funde y fusiona las fibras de PALF conjuntamente.

2. Laminado con malla:

Se aplica una malla de copolímero, polímero y/o biopolímero sobre uno o dos lados del PALF no tejido mediante la aplicación de temperatura, por ejemplo de aproximadamente 90 °C a aproximadamente 200 °C, y presión, por ejemplo de aproximadamente 1 a aproximadamente 4 kg/cm². La malla se diseña para que no se pele del tejido no tejido.

Este proceso es opcional de acuerdo con las propiedades que se desean dar al material. Las propiedades que proporciona no son básicas para obtener el material/tejido final.

3. Tratamientos químicos

Los no tejidos de PALF se acaban con diversos compuestos químicos con el fin de obtener la propiedad específica dependiendo del uso final. Los acabados químicos diferentes se discuten a continuación.

Se describen cuatro métodos o tratamientos y son válidos para obtener diferentes acabados en el no tejido de PALF.

3.1 Primera forma. Por papel de transferencia

Un papel de transferencia revestido con una composición de resina de acabado:

Se usó para transferir la resina sobre la superficie de la estera no tejida usando una máquina de calandrado, con una cuchilla gruesa para aplicar la composición. El papel no se retiró en esta etapa. La composición penetró en la estera no tejida.

Composición 3.1.1

Acrílico basado en agua al 100 %, blando (convencional), por ejemplo poliuretano PKA	de un 90 % a un 97 %
Agente antiespumante, por ejemplo BG-Print ASF - BGH	de un 0,1 % a un 0,3 %
Espesante por ejemplo Cresaclear TE	de un 1,2 % a un 1,8 %
Isocianato Bayhydur XP 2655 - Bayer	de un 1,6 % a un 2,3 %
Otros compuestos químicos auxiliares, por ejemplo acabados extra, espesante, pigmento, polvo metálico, etc.	de 0 % a un 4 %

La estera revestida resultante se secó a continuación y se curó en una prensa con calor y presión (con el papel de transferencia *in situ*) a una temperatura de 90 °C a 150 °C y una presión: de 1 kg/cm² a 4 kg/cm², durante 1 a 30 segundos, por ejemplo 120 °C de 1,5 kg/cm² a 2 kg/cm² durante 10 segundos o 150 °C durante 60 segundos.

Composición 3.1.2

Acrílico basado en agua al 100 %, blando (convencional)	96,43 %
Agente antiespumante (BG-Print ASF" - BGH España)	0,19 %
Espesante ("Cresaclear TE" - Cresa)	1,45 %
Isocianato (Bayhydur XP 2655 - Bayer)	1,93 %

3.2 Segunda forma, por inmersión o proceso por vía húmeda

Tinción de no tejido de PALF; se pueden añadir colorantes y pigmentos en forma de un concentrado. Estos procesos se denominan coloración de productor o tinción por fusión.

5

3.2.1 Resina y tinción mediante máquina de Foulard

Se aplicó resina a la estera en un Foulard (2 rodillos horizontales compresión: laboratorio de foulard). La composición penetró en la estera.

10

Una composición con la Formulación A

Agua	de un 50 % a un 90 %
Agente antiespumante, por ejemplo BG-Print ASF - BGH	de un 0,1 % a un 0,4 %
Acrílico blando basado en agua al 100 %, poliuretano, látex, silicona o biorresinas (estándar)	de un 9 % a un 30 %
Agente antimigración, por ejemplo Migravit TCP	de un 2,5 % a un 4,0 %

La estera se secó y se polimerizó a una temperatura de 120 a 160 °C durante 1 a 5 minutos, por ejemplo 120 °C durante 2 minutos, dependiendo de la morfología de la resina.

15

3.2.2 Resina y máquina de tinción

Este proceso se llevó a cabo en solo una etapa en el mismo baño de tinción. Este método tiene como fin usar la resina en el proceso de tinción en una etapa.

20

La solución preparada añadió color al no tejido de PALF y además proporcionó la resina de acabado.

Agua	de un 50 % a un 90 %
Agente antiespumante, por ejemplo BG-Print ASF - BGH	de un 0,1 % a un 0,4 %
Acrílico blando basado en agua al 100 %, poliuretano, látex, silicona o biorresinas (estándar), por ejemplo poliuretano PKA	de un 9 % a un 30 %
Agente antimigración, por ejemplo Migravit TPC	de un 2,5 % a un 4,0 %
Pigmento sintético u orgánico, por ejemplo azul S- RRR	de un 1 % a un 10 %
Sulfato de sodio y carbonato de sodio	de 0 % a un 8 %

La estera se secó y se polimerizó a una temperatura de 120 a 160 °C durante 1-5 minutos. La temperatura dependerá de la morfología de la resina, y de la necesidad de eliminar agua.

25

3.3 Tercera forma, tratamiento de revestimiento superficial

Esta metodología se basa en la realización de una cubierta o revestimiento que proporciona resina y color a la estera no tejida de PALF. Después de este tratamiento, la estera no tejida permanece compacta y está coloreada.

30

Este tratamiento se lleva a cabo usando un proceso de revestimiento. Este revestimiento se puede obtener a través de un equipo o maquinaria adecuados, por ejemplo impresión de pantalla, calandrado, etc., para cubrir el no tejido de PALF y la viscosidad de la formulación empleada. La formulación usada 3.3.1:

35

Acrílico blando basado en agua al 100 %, poliuretano, látex, silicona o biorresinas (estándar)	de un 85 % a un 95 %
Agente antiespumante, por ejemplo BG-Print ASF - BGH	de un 0,1 % a un 0,4 %
Espesante, por ejemplo Cresaclear TE	de un 1 % a un 10 %
Isocianato, por ejemplo Bayhydur XP 2655 - Bayer	de un 1 % a un 2,5 %
Pigmento de color sintético u orgánico	de 0 % a un 10 %

La estera se secó a continuación a una temperatura de 150 160 °C durante 1 a 5 minutos, por ejemplo 150 °C durante 1 minuto.

Este proceso de revestimiento y polimerización se puede repetir varias veces hasta que se consiga la consistencia correcta para la aplicación presente.

3.4 Cuarta forma, método de pulverización

5 Este proceso se llevará a cabo si es necesario como continuación de los procesos que se han descrito anteriormente. 3.2.1 y 3.2

10 El tratamiento proporciona color, la superficie/lado se trata por pulverización. El fin es obtener dos colores diferenciados en ambos lados del no tejido. Se puede aplicar más de un revestimiento. El tratamiento se lleva a cabo aplicando una formulación líquida que proporciona el color.

Agua	de un 60 % a un 80 %
Acrílico blando basado en agua al 100 %, poliuretano, látex, silicona o biorresinas (estándar)	de un 10 % a un 30 %
Isocianato	de un 0 a un 5 %, por ejemplo de un 1 % a un 2,5 %
Pigmento de color sintético u orgánico	de un 1 % a un 10 %

15 La estera no tejida se secó a continuación a una temperatura de 120 a 160 °C durante 1 a 5 minutos, por ejemplo 150 °C durante 1 minuto.

4. Procesos de acabado

20 Se pueden aplicar diferentes acabados a la estera no tejida. Se usan algunos métodos para mejorar las características superficiales de la estera no tejida de PALF. Los no tejidos se acaban con diversos productos químicos con el fin de obtener la propiedad específica dependiendo del uso final. Los diferentes acabados químicos se discuten a continuación.

25 4.1 Repelentes de agua

Los acabados de repelente de agua son un tipo de barrera que funciona para disminuir la tensión superficial crítica de la superficie de la fibra. Para que sea más eficaz es importante que las fibras se traten de forma uniforme en todas las superficies para dar la menor tensión superficial crítica posible. La repulsión de agua se puede conseguir con una diversidad de acabados químicos tales como ceras, dispersiones de cera, prolongadores de cera de melamina, complejos de cromo, siliconas, y productos fluoroquímicos. Los acabados requieren el curado para desarrollar la mejor repulsión.

35 4.2 Tratamiento con plasma

También se puede usar un tratamiento con plasma para conferir varias propiedades, por ejemplo resistencia extra, acabado superficial, etc. a la superficie de la estera no tejida.

40 El tratamiento con plasma se usará para conferir varias propiedades de acabado sobre la superficie de la estera no tejida. El tratamiento con plasma comprende tratamiento con un gas ionizado (por ejemplo de una descarga luminiscente) con una densidad básicamente igual de cargas positivas y negativas. El gas ionizado puede existir en un intervalo extremadamente amplio de temperaturas y presiones. De acuerdo con los requisitos los materiales que se procesan (no tejido de PALF) se tratarán durante segundos o algunos minutos con plasma. Se pueden obtener básicamente cuatro efectos principales dependiendo de las condiciones de tratamiento.

- 45 ▪ El efecto de limpieza se combina en su mayor parte con cargas en la humectabilidad y la textura superficial. Esto conduce, por ejemplo, a aumentar la impresión de calidad, pintado, captación de colorante, adhesión y similar.
- 50 ▪ Generación de radicales. La presencia de radicales libres induce reacciones secundarias tales como reticulación. Además, se puede llevar a cabo polimerización de injerto así como reacción con oxígeno para generar superficie hidrófila.
- Polimerización con plasma. Permite la deposición de materiales poliméricos sólidos con propiedades deseadas sobre los sustratos.
- 55 ▪ Aumento de microrrugosidad. Esto efectúa, por ejemplo, un acabado antiformación de bolitas de lana.

La ventaja de tal tratamiento es que la modificación se restringe a las capas más superiores de sustrato, no afectando de ese modo a las propiedades en masa deseables globales del adherente del sustrato.

4.3 Acabado de cuero

Los métodos que se usan son continuos e implican habitualmente uno o varios pares de rodillos operando a presión.

- 5 Las calandras son habituales en el acabado de no tejidos. El efecto de gofrado se usa para obtener efectos especiales tales como granulación del cuero o cuero textura o similares.

10 Una máquina de calandrado, con una cuchilla gruesa se usó para aplicar un acabado de cuero disponible en el mercado, por ejemplo una formulación convencional. La estera no tejida se secó a continuación mediante secado rotativo mecánico a una temperatura de 150 °C a 160 °C durante 1 a 5 minutos.

Una máquina de calandrado, con una cuchilla gruesa se usó para aplicar una formulación de acabado de cuero disponible en el mercado Astacin Finish PFM TF de BASF.

- 15 La estera se secó a continuación a una temperatura de 160 °C durante 1 minuto.

4.4 Aglutinantes termoplásticos, resinas y polímeros en emulsión

20 Los aglutinantes y las resinas se usan ampliamente en el acabado de no tejidos para añadir resistencia, controlar la rigidez, añadir moldeabilidad o capacidad de doblado, proporcionar retardantes de llama duraderos, color, reducir la formación de pelusas y controlar la formación de arrugas. Se ablandan cuando se exponen al calor y vuelven a su estado original cuando se enfrían y, por lo tanto, se pueden endurecer. Los polímeros en emulsión también se denominan látex. Los aglutinantes, resinas y polímeros habituales incluyen acrílicos, PVC, ácido poliacrílico, uretanos, almidón, acetato de vinilo, etc.

25

4.5. Secado rotativo (acabados mecánicos)

30 Este proceso proporciona blandura y capacidad de manipulación al tejido no tejido después del acabado. El proceso reduce la rigidez del no tejido de PALF como resultado de los tratamientos previos. Este acabado proporciona principalmente suavidad y sensación táctil.

Estos son procesos mecánicos que se pueden llevar a cabo con diferentes metodologías y equipación: máquina de secado rotativo al vacío, máquina de secado rotativo de cilindro o calandra y/o secado rotativo a mano, para proporcionar una sensación táctil deseada y suavidad.

35

5. Desgomado

5.1. Descripción del proceso de agotamiento

40 Las muestras se procesaron en un equipo de agotamiento de Ugolini. Durante el tratamiento, las fibras se agotaron en la solución a una velocidad de 40 rpm y una temperatura y tiempo determinados (de acuerdo con la información el fabricante). Las fibras se pusieron en el interior de un pequeño recipiente de 300 ml de capacidad. El recipiente se llena completamente con la solución enzimática de un modo tal que las fibras se puedan impregnar en el baño. El equipo de Ugolini se describe en la figura 2.

45

5.2. Descripción de procesos enzimáticos

50 Se han realizado diversos procesos con el fin de determinar la mejor formulación enzimática. Los parámetros de temperatura y pH se han mantenido constantes de acuerdo con la información técnica del proveedor. Los parámetros de formulación enzimática, concentración de enzima, y tiempo de proceso se han variado.

55 Se han desarrollado cinco formulaciones de enzimas. Las enzimas biopectinasa y poligalacturonasa se usarán solas. A continuación, la poligalacturonasa se asociará a las enzimas hemicelulasa y celulasa para observar su efecto en el desgomado de la fibra. La biopectinasa M01 se asociará a la celulosa por las mismas razones. Sin embargo, la biopectinasa no se asociará a hemicelulasa dado que ya está compuesta por este material. La siguiente tabla 1 presenta los diferentes materiales que se usan en este estudio y la Tabla 2 presenta diferente combinación de enzimas hecha:

Tabla 1. Descripción de materiales

Producto	Composición	Actividad (U/ml)	Proveedor
Biopectinasa M01	Poligalacturonasa, pectinesterasa, liasa pectínica y hemicelulasa.	60 000	Biocon Española
Poligalacturonasa	Pectinasa	11 000 +/- 5 %	Biocon Española

Producto	Composición	Actividad (U/ml)	Proveedor
Xilanasa	Hemicelulasa	36 000 -5 % + 10 %	Biocon Española
Biosoft L	Celulasa	50 000	Biocon Española

Tabla 2. Descripción de combinación de enzimas

Referencia	Combinación de enzimas	Descripción
E1	Biopectinasa M0	Complejo de enzimas
E2	Biopectinasa M01 + Biosoft L	Complejo de enzimas + celulasa
E3	Poligalacturonasa	Pectinasa
E4	Poligalacturonasa + Xilanasa	Pectinasa + hemicelulasa
E5	Poligalacturonasa +Xilanasa + Biosoft L	Pectinasa + hemicelulasa + celulasa

- 5 Los valores de temperatura y pH de cada baño se han determinado de acuerdo con la temperatura óptima y el pH de cada enzima. Por ejemplo, la mejor actividad de poligalacturonasa, xilanasa y Biosoft L se sitúa a pH 3-5,5, pH 4-7 y pH ácido, respectivamente. De ese modo, la formulación de pH óptimo se ha fijado en 5. De ese modo, los valores aplicados de temperatura y pH de Biopectinasa M01 fueron 40 °C y 4,25, respectivamente, cuando los valores de temperatura y pH aplicados de poligalacturonasa fueron 50 °C y 5, respectivamente.
- 10 La siguiente Tabla 3 presenta la formulación de los baños enzimáticos. La proporción de licor se ha mantenido constante en 1:40.

Tabla 3. Formulación de baños

Número de baño	Referencia de la enzima	Concentración de la enzima o.w.f. (*)	pH	Temperatura del proceso (°C)	Tiempo de proceso (horas)	Referencia de muestra (**)	Actividad de Poligalacturonasa (U/ml)
Baño n.º 1	E1	14,6 % de biopectinasa	4,25	40	2, 4 y 6	B1 2, B1 4, B1 6	5,5
Baño n.º 2	E1	36,7 % de biopectinasa	4,25	40	2, 4 y 6	B2 2, B2 4, B2 6	13,8
Baño n.º 3	E2	14,6 % de biopectinasa + 1 % de celulasa	4,25	40	2, 4 y 6	B3 2, B3 4, B3 6	5,5
Baño n.º 4	E2	36,7 % de biopectinasa + 1 % de celulasa	4,25	40	2, 4 y 6	B4 2, B4 4, B4 6	13,8
Baño n.º 5	E3	2 % de poligalacturonasa	5	50	2, 4 y 6	B5 2, B5 4, B5 6	5,5
Baño n.º 6	E3	5 % de poligalacturonasa	5	50	2, 4 y 6	B6 2, B6 4, B6 6	13,8
Baño n.º 7	E4	2 % de poligalacturonasa + 1 % de xilanasa	5	50	2, 4 y 6	B7 2, B7 4, B7 6	5,5
Baño n.º 8	E4	5 % de poligalacturonasa + 1 % de xilanasa	5	50	2, 4 y 6	B8 2, B8 4, B8 6	13,8
Baño n.º 9	E5	2 % de poligalacturonasa + 1 % de xilanasa + 1 % de celulasa	5	50	2, 4 y 6	B9 2, B9 4, B9 6	5,5
Baño n.º 10	E5	5 % de poligalacturonasa + 1 % de xilanasa + 1 % de celulasa	5	50	2, 4 y 6	B10 2, B10 4, B10 6	13,8

5 Se observó que el baño enzimático fue transparente antes del tratamiento y de color amarillento después del tratamiento. Esto significa que la fibra se ha limpiado de su material péctico que está presente en el baño. En el caso del proceso convencional, el color del baño fue más intenso (se volvió de color naranja) pero las fibras estuvieron menos limpias, más rugosas y tienen un color amarillo. Además, los presentes inventores observamos partes cortas (4 mm) de fibras tratadas químicamente en el baño después del aclarado. Esta última observación muestra que las fibras se han dañado mediante el proceso químico.

5.3. OPTIMIZACIÓN DEL PROCESO ENZIMÁTICO

10 Como los presentes inventores observaron en el análisis visual, la mayoría de los mejores resultados se han obtenido con el tiempo de proceso más largo, es decir para 6 horas. De ese modo, el tiempo de proceso se aumentará en la optimización del proceso. Además, los mejores resultados se han obtenido con un 5 % o.w.f de enzima. La concentración de enzima no se ha aumentado dado que estos productos tienen una actividad óptima para una concentración determinada y su actividad podría disminuir después de un 5 %.

15 La optimización del proceso consistió en aumentar el tiempo de proceso de 6 horas a 8 horas. Además, todas las enzimas se han usado a 5 % o.w.f. La temperatura de proceso se ha ajustado a 45 °C que es una temperatura óptima para la actividad de la mayoría de las enzimas. La siguiente Tabla 4 presenta la formulación de baños optimizada.

20

Tabla 4: Formulación de baños optimizada

Número de baño	Referencia de la enzima	Concentración de la enzima (o.w.f)	pH de la solución	Temperatura del proceso	Tiempo de proceso	Referencia de muestra	Actividad de Poligalacturonasa (U/ml)
Baño n.º 11	E1	36,7 % de biopectinasa	4,25	45 °C	8 horas	B11 8	16,5
Baño n.º 12	E2	36,7 % de biopectinasa + 1 % de celulasa	4,25	45 °C	8 horas	B12 8	16,5
Baño n.º 13	E4	5 % de poligalacturonasa + 1 % de hemicelulasa	5	45 °C	8 horas	B13 8	16,5
Baño n.º 14	E5	5 % de poligalacturonasa + 1 % de hemicelulasa + 1 % de celulasa	5	45 °C	8 horas	B14 8	16,5

Observaciones del proceso:

Se observó que el baño n.º 12 y el baño n.º 14 presentaron fibras cortas rotas en su interior. El baño n.º 14 presentó mayor cantidad de fibras rotas que el baño n.º 12. De ese modo, después de analizar la composición de los baños n.º 12 y 14, los presentes inventores pueden concluir que la enzima celulasa es responsable de la ruptura de las fibras. Además, la presencia de hemicelulasa aumenta la degradación de las fibras.

Presentación de las muestras:

Después de secado de las muestras, se han separado manualmente para su caracterización. De hecho, las fibras tienen un aspecto rugoso después de secado pero solo una vez se abren se vuelven más blandas que antes. A escala industrial, la apertura manual se realizaría por medio de un abridor (equipo textil convencional). Las muestras optimizadas se representan en las figuras 3a a e.

Como se puede observar en las figuras, las muestras no tratadas y convencionales tienen un color amarillento. El tratamiento enzimático mejoró el aspecto de las fibras dándoles un color blanco. Se observó en la última figura que las fibras tratadas con poligalacturonasa, hemicelulasa y celulasa (B14 8) se dañaron más que las otras. Todas las fibras (proceso convencional y enzimático) presentan un tacto rugoso después del tratamiento. De hecho, los tratamientos eliminan las ceras y otros componentes en la superficie de las fibras que proporcionan un tacto suave. Después del proceso de apertura, las fibras son más blandas que antes. No se ha usado ningún agente de ablandamiento por problemas medioambientales.

Las fibras no tratadas, tratadas convencionalmente y con tratamiento enzimático se han caracterizado por medición de su longitud, su resistencia a la tracción y por observación de las mismas en un microscopio. Los resultados obtenidos se presentan en esta parte.

5.4. Longitud de fibra

La longitud de las fibras se ha determinado usando la norma UNE 40152:1984. Las muestras se han acondicionado 24 horas a 20 °C ± 2 °C y un 65 % ± 5 % de h.r. (humedad relativa). Las condiciones de las mediciones se presentan en la siguiente Tabla 5:

Tabla 5. Condiciones del ensayo

Atmósfera del ensayo:	22 °C (20 °C ± 2 °C) - 60 % (65 % ± 5 % h.r.)
Número de mediciones (para cada muestra):	entre 100-300
Tratamiento previo:	No aplicable

La siguiente Tabla 6 presenta los resultados obtenidos para cada muestra:

Tabla 6. Resultados de mediciones de longitud

Muestra	Longitud media (cm)	Coefficiente de variación (%)	Longitud máxima (cm)
No tratada	75	6,7	85
B11 8	62	22,2	80
B12 8	52	20,0	70
B13 8	69	15,2	90
B14 8	41	15,0	55
Convencional	41	32,2	70

Observaciones:

Ninguna de las muestras tratadas tiene la mayor longitud de las fibras. Después del tratamiento la longitud de las fibras de todas las muestras se ha reducido. Los presentes inventores observamos que la muestra B14 8 y las fibras tratadas convencionalmente presentan la mayor disminución de longitud. Este resultado se podría deber a la acción agresiva de los compuestos químicos (NaOH) y la enzima celulasa combinada con hemicelulasa. La muestra B12 8, también tratada con celulasa, presenta longitud de fibras corta. Después de la muestra no tratada, la muestra que tiene la mayor longitud de fibra es la muestra **B13 8**, que corresponde a fibras tratadas con poligalacturonasa y hemicelulasa.

5.5. Finura de fibra

La finura y el título de las fibras se ha determinado usando un microscopio ZEISS Axioplan, una cámara y el programa de análisis DeltaPix 300. El ensayo consiste en la extracción de las fibras más cortas de la muestra, la observación de las mismas en el microscopio con luz transmitida y la toma de una imagen de las mismas a x 25. A continuación, el programa mide la finura y el título de aproximadamente 150 fibras.

La siguiente Tabla 7 presenta la finura y el título obtenidos de las fibras.

Tabla 7. Resultados de las mediciones de finura

Muestra	Finura media (µm)	Finura mínima (µm)	Finura máxima (µm)	CV (%)	Título de fibra medio (dTex)
No tratada	75	21	393	59,8	68
B11 8	80	29	597	84,6	78
B12 8	63	25	165	38,9	48
B13 8	71	30	176	41,1	60
B14 8	71	18	224	44,8	61
Convencional	60	28	150	33,3	43

Observación:

La Tabla 7 muestra que los resultados presentan un alto valor del coeficiente de variación. Esto se debe a irregularidades en la finura de las fibras. Por ejemplo, la muestra B11 8 tiene un mayor diámetro que la muestra no tratada. Esto se podría deber a la unión producida entre las fibras después de secado. Como se ha mencionado anteriormente, en la parte 0, el material péctico que une las fibras conjuntamente se ha hidrolizado pero las fibras siguen estando unidas. Esta unión física se podría eliminar por medio de una máquina de apertura.

La muestra convencional presenta los mejores resultados y el menor coeficiente de variación. Estos resultados muestran que el proceso convencional es más eficaz en lo que respecta a la separación de las fibras aunque podría dañarlas. Después de la muestra convencional, los mejores resultados se han obtenido con la muestra B12 8 tratada con las enzimas biopectinasa y celulasa.

5.6. Inspección microscópica

La inspección microscópica se ha determinado usando un Microscopio ZEISS Axioplan y el programa DeltaPix 300. Se han realizado secciones longitudinales de cada muestra y se han observado a través de un microscopio con una ampliación de imagen de x 12,5. Se han observado las muestras con luz transmitida. Se han tomado las siguientes imágenes de cada muestra:

MUESTRA NO TRATADA

Microimágenes de las zonas más significativas de la muestra. Los presentes inventores observamos la presencia de fibrillas desprendidas de las fibras representadas en la Figura 4.

MUESTRA CONVENCIONAL

Microimágenes de las zonas más significativas de la muestra. Los presentes inventores observamos la presencia de fibrillas desprendidas de las fibras. En este caso, los presentes inventores observamos la mayor cantidad de fibras desprendidas representadas en la Figura 5.

MUESTRA B11 8

Microimágenes de las zonas más significativas de la muestra. Los presentes inventores observamos la presencia de fibrillas desprendidas de las fibras representadas en la Figura 6.

MUESTRA B12 8

Microimágenes de las zonas más significativas de la muestra. Los presentes inventores observamos la presencia de fibrillas desprendidas de las fibras. En este caso, los presentes inventores observamos menos cantidad de fibrillas desprendidas que en los casos previos. Los presentes inventores también observamos que la finura y la forma de esas fibras fueron más regulares que otras fibras representadas en la Figura 7.

MUESTRA B13 8

Microimágenes de las zonas más significativas de la muestra. Los presentes inventores observamos la presencia de fibrillas desprendidas de las fibras representadas en la Figura 8.

5

MUESTRA B14 8

Microimágenes de las zonas más significativas de la muestra. Los presentes inventores observamos la presencia de fibrillas desprendidas de las fibras. En este caso, los presentes inventores observamos menos cantidad de fibrillas desprendidas que en los casos previos representadas en la Figura 9.

10

Observación:

Durante la observación microscópica, los presentes inventores observamos que la diferencia principal entre las muestras es el daño representado por la presencia de filamentos desprendidos de las fibras. La formación de estas fibrillas se puede deber a fenómenos de abrasión o acción química. La muestra no tratada también presenta fibrillas, pero la muestra convencional presenta mayor cantidad de fibrillas que antes del tratamiento. De ese modo, el tratamiento convencional aumenta la degradación de las fibras y la formación de fibrillas.

15

La degradación de las muestras **B13 8**, **B11 8** y la muestra no tratada es similar.

20

Las muestras B12 8 y B14 8 presentan menos cantidad de fibrillas que otras muestras. De hecho, los presentes inventores observamos una alta cantidad de fibrillas en el baño después del tratamiento. De ese modo, los presentes inventores podemos concluir que la celulasa es responsable de la eliminación de las fibrillas en la superficie de las fibras. Con mayor precisión, la celulasa pule la fibra. Además, la celulasa se usa habitualmente para la eliminación de fibrillas sobre la superficie de tejidos de algodón.

25

5.7. Resistencia a la tracción de la fibra

La resistencia a la tracción de las muestras se ha medido por medio de un equipo INSTRON 5544, de acuerdo con la norma UNE EN ISO 5079:1996. La temperatura y las condiciones de humedad durante el ensayo fueron de 20,9 °C y un 63 %, respectivamente.

30

Los resultados se presentan en la siguiente Tabla 8:

35

Tabla 8. Resistencia a la tracción y elongación en la ruptura de las muestras

	Resistencia (cN)	CV de la resistencia (%)	Extensión en la ruptura (%)	CV de la extensión en la ruptura (%)	Resistencia a la tracción (cN/Tex)
No tratada	111,56	44,72	3,62	51,44	16,41
Convencional	154,76	21,82	4,21	36,09	35,99
B11 8	127,39	32,24	3,45	21,52	16,33
B12 8	47,93	50,61	1,42	87,42	9,99
B13 8	82,85	32,62	3,88	69,08	13,81
B14 8	34,39	27,35	1,98	22,60	5,64

Observación:

La muestra convencional presenta buenos resultados, seguido de las muestras *no tratada* y B11 8. La muestra *no tratada* tendría la mayor resistencia a la tracción dado que se ha aplicado cualquier producto de aditivo que probablemente debilita la fibra. Sin embargo, la muestra *convencional* obtuvo mejores resultados que la muestra *no tratada*. Los presentes inventores suponemos que la alta resistencia a la tracción de la muestra convencional se debe a la presencia de fibrillas que se pueden adherir a la fibra aumentando el coeficiente de fricción y de ese modo añadiendo más resistencia a la fibra (como los presentes inventores vieron en la inspección microscópica, las fibrillas están más presentes en esta muestra). Además, la resistencia a la tracción de la fibra convencional podría haber aumentado por la presencia de NaOH. De hecho, durante el proceso de mercerización de algodón, la adición de más de un 23 % de NaOH puede aumentar la resistencia a la tracción de la fibra.

40

45

Como los presentes inventores pueden observar en la tabla, las muestras que obtienen la resistencia a la tracción más baja son las muestras B12 8 y B14 8 debido a la presencia de la enzima celulasa en su baño de tratamiento. Además, los presentes inventores pueden hacer una correlación entre los resultados obtenidos en la inspección microscópica y los obtenidos en la medición de la resistencia a la tracción. De hecho, las muestras con menor

50

cantidad de filamentos son las muestras que mostraron menor resistencia a la tracción, es decir, las muestras tratadas con la enzima celulasa.

5 Después de la muestra convencional los mejores resultados se obtienen con las muestras **B11 8** y **B13 8**, tratadas con biopectinasa y poligalacturonasa + hemicelulasa, respectivamente.

CONCLUSIÓN

10 Las mediciones de longitud mostraron que el tratamiento químico y la enzima celulasa dañan las fibras. La muestra **B13 8** (poligalacturonasa y hemicelulasa) tiene las fibras más largas, justo después de la muestra no tratada. La tercera mejor muestra es **B11 8** con una longitud de 62 cm.

15 Las mediciones de finura mostraron que se han obtenido los mejores resultados con el proceso convencional. La finura de la muestra convencional se debería a la desfibrilación de la fibra. Con mayor precisión, el diámetro de la fibra es menor cuando se retiran las fibrillas. Justo después del proceso convencional, los mejores resultados se han obtenido con las muestras **B12 8** (48 dTex) y **B13 8** (60 dTex).

20 La inspección microscópica mostró que el proceso convencional daña las fibras aumentando el número de fibrillas superficiales. Por otra parte, la enzima celulasa es responsable de la eliminación de las fibrillas de las fibras.

Los valores de la resistencia a la tracción muestran que los mejores resultados se han obtenido con el proceso convencional. Sin embargo, el mejor proceso enzimático se ha obtenido con las muestras **B11 8** y **B13 8**. Los resultados también mostraron que la enzima celulasa tiene influencia en la resistencia a la tracción de la fibra.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Cuero artificial que comprende un apilamiento no tejido de múltiples capas, comprendiendo el no tejido de apilamiento de capas múltiples capas interconectadas discretas, comprendiendo cada una de las capas, que pueden ser iguales o diferentes, una fibra compuesta de aproximadamente un 80 a un 100 % p/p de fibras de hoja o tallo, en el que la fibra de hoja o tallo comprende las hojas de una o más plantas de la familia *Bromeliaceae*, y de aproximadamente un 1 a un 20 % p/p de un polímero curado.
- 10 2. Un cuero artificial de acuerdo con la reivindicación 1 que comprende un material de apilamiento no tejido de múltiples capas, comprendiendo el material de apilamiento de capas múltiples capas interconectadas discretas, comprendiendo cada una de las capas, que pueden ser iguales o diferentes, una fibra compuesta de aproximadamente un 80 a un 100 % p/p de fibra de hoja o tallo, en el que la fibra de hoja o tallo comprende las hojas de una más plantas de la familia *Bromeliaceae*, y un polímero curado, en el que el contenido de polímero curado es de aproximadamente un 1 a un 20 % p/p y el polímero se cura a una temperatura de aproximadamente 120 °C o menos.
- 15 3. Un cuero artificial de acuerdo con la reivindicación 2 en el que la fibra de hoja o tallo comprende un contenido relativamente alto de hojas de *Ananas Comosus (Linn)*, piña.
- 20 4. Un cuero artificial de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes en el que la fibra de hoja o tallo/polímero compuesta de múltiples capas se forma en un material de múltiples capas mediante el proceso de deposición por aire.
- 25 5. Un cuero artificial de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes en el que el material no tejido tiene una resistencia a la tracción de aproximadamente 16 MPa.
- 30 6. Un cuero artificial de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes en el que el material no tejido tiene un denier de aproximadamente 10 a 20 tex.
- 35 7. Proceso de preparación de un cuero artificial que comprende un apilamiento de múltiples capas, comprendiendo el apilamiento de capas múltiples capas interconectadas discretas, comprendiendo cada una de las capas, que pueden ser iguales o diferentes, una fibra compuesta de aproximadamente un 80 a un 100 % p/p de fibra de hoja o tallo y de aproximadamente un 1 a un 20 % p/p de un polímero, en el que el polímero es fusible a una temperatura de aproximadamente 120 °C o menos, comprendiendo el proceso:
- 40 a) la formación de un apilamiento compuesto por una pluralidad de capas de fibras de hoja o tallo, estando interconectadas las fibras de cada una de la pluralidad de capas con las fibras de la capa adyacente;
- b) la interconexión de la pluralidad de capas conjuntamente, para formar una estera de múltiples capas no tejida;
- 45 c) la aplicación de un material fusible a la estera;
- d) el prensado y la fusión, por ejemplo térmicamente, del material fusible para formar un material compuesto con las fibras de hoja o tallo;
- e) la aplicación de un material curable hidrófilo flexible opcionalmente pigmentado;
- f) el curado del material curable; y
- 50 g) el secado rotativo del material curado compuesto.
- 55 8. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 7 en el que las fibras de hoja o tallo son sustancialmente o completamente fibra de hoja de piña.
9. Un proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 7 u 8 en el que el método de interconexión comprende deposición por aire.
10. Un proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 7 a 9 que incluye el desgomado de la fibra de hoja o tallo.
- 60 11. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 10 en el que el método de desgomado de las fibras de hoja y/o tallo comprende tratar las fibras de hoja y/o tallo con una o más enzimas seleccionadas entre el grupo que consiste en poligalacturonasa, pectinesterasa, liasa pectínica y hemicelulasa, y las mezclas de las mismas.
12. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 11 en el que la enzima es una mezcla de poligalacturonasa y hemicelulasa.

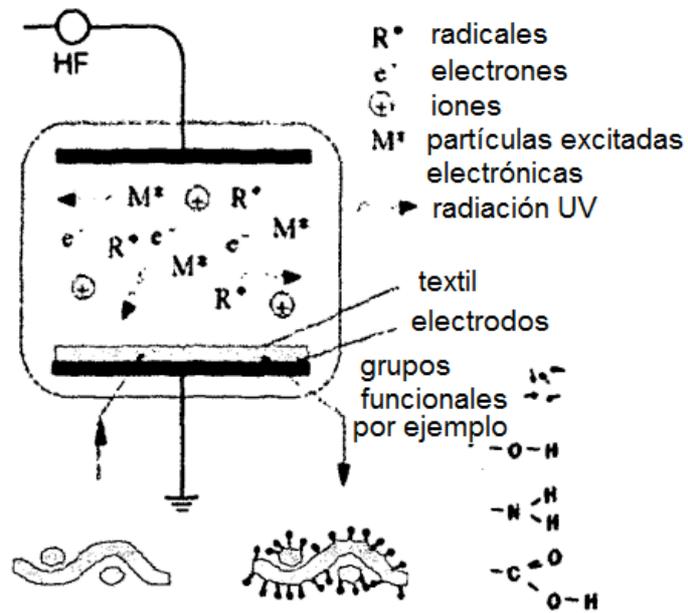
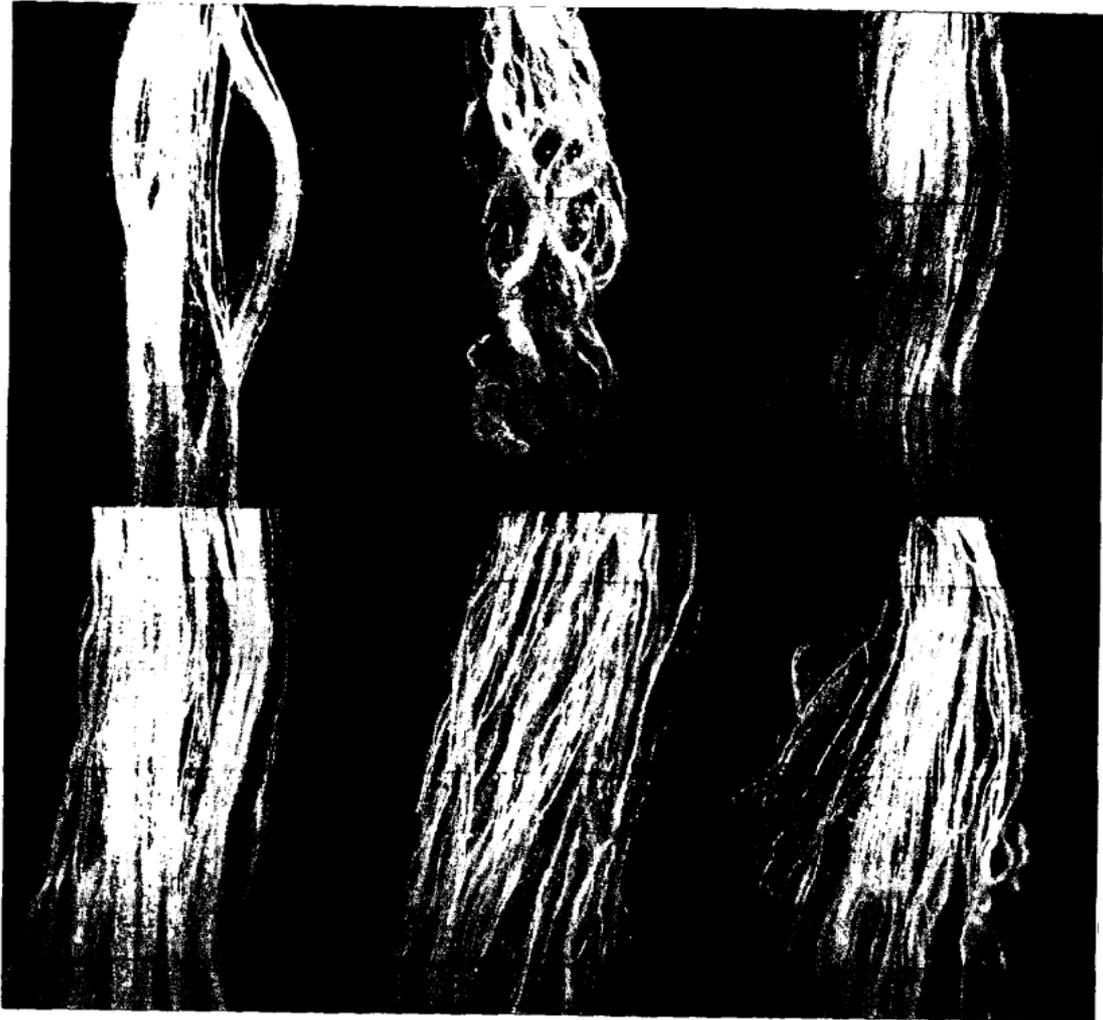


Figura 1



Figura 2. Equipo de Ugolini y recipientes de solución



Figuras 3a a e. De izquierda a derecha: fibras no tratadas, fibras tratadas convencionalmente, B11 8, B12 8, B13 8 y B14 8.



Figura 4

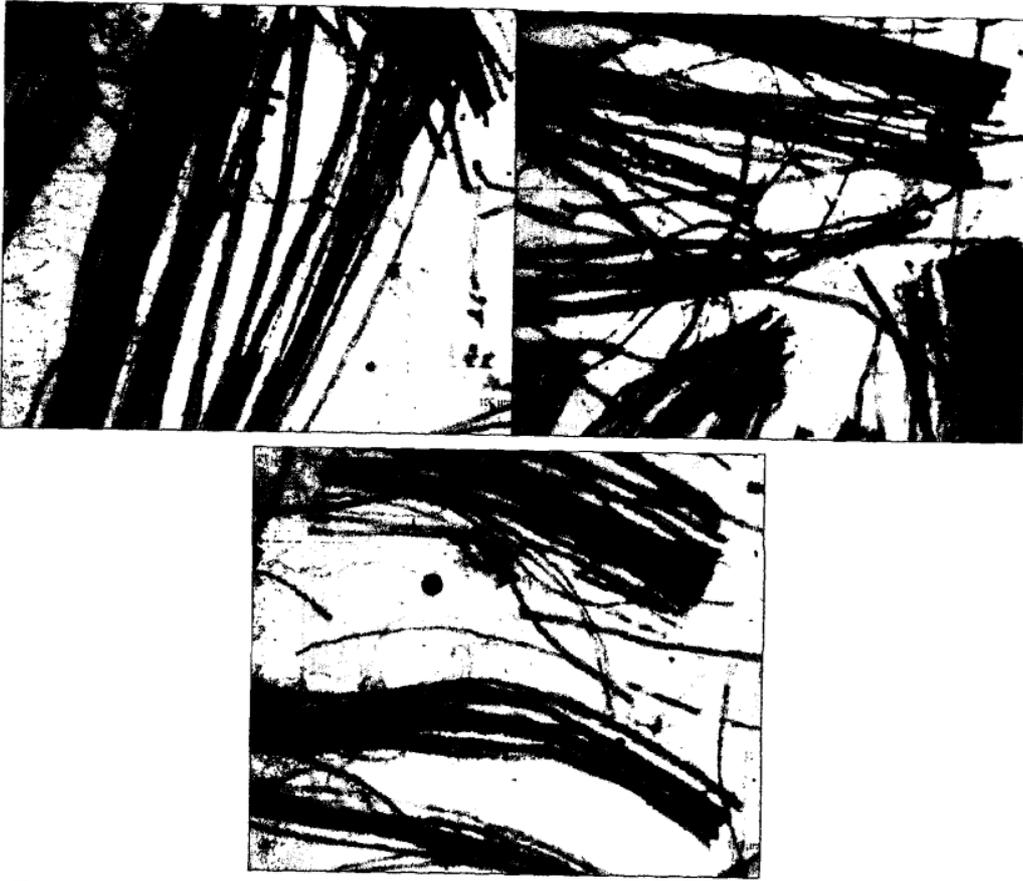


Figura 5

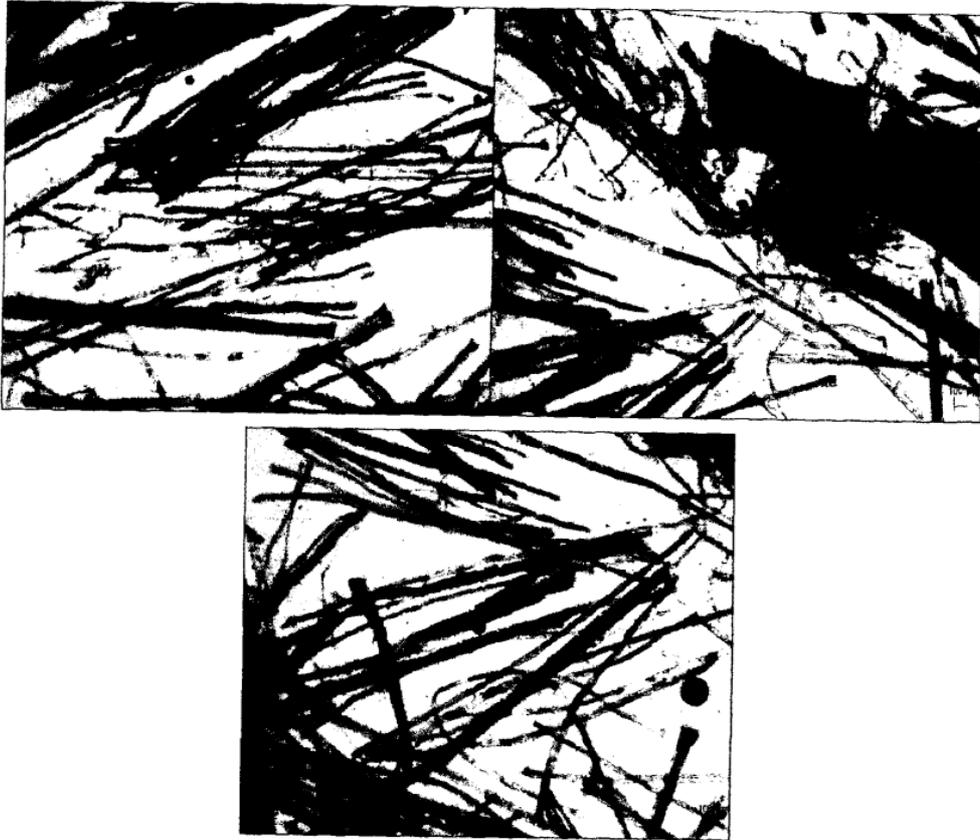


Figura 6

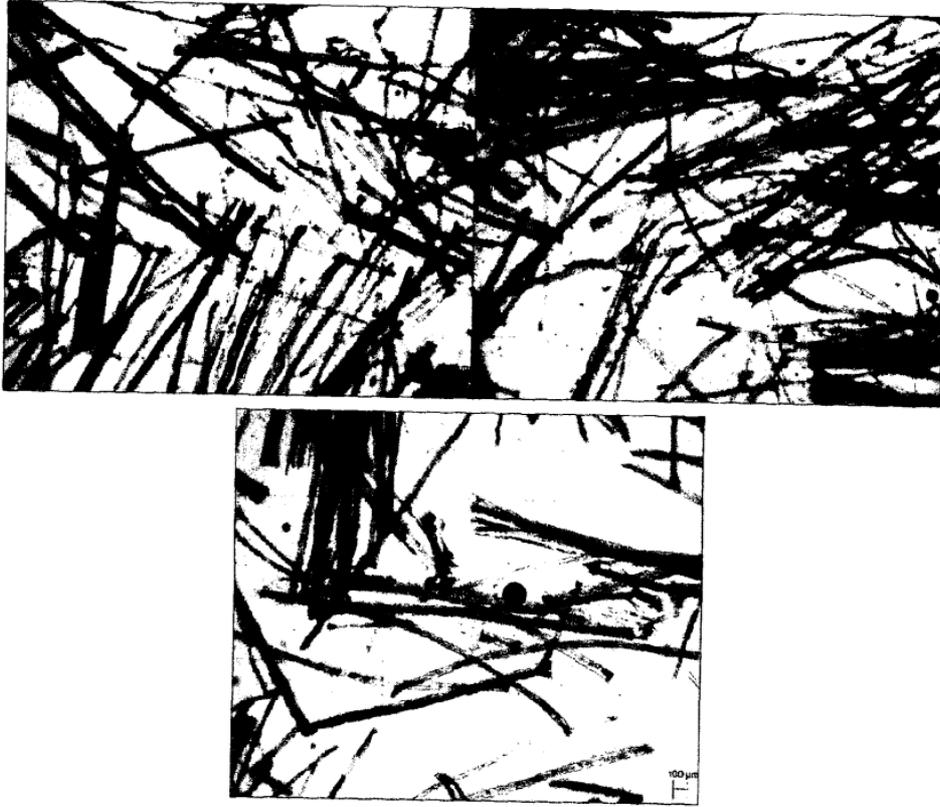


Figura 7

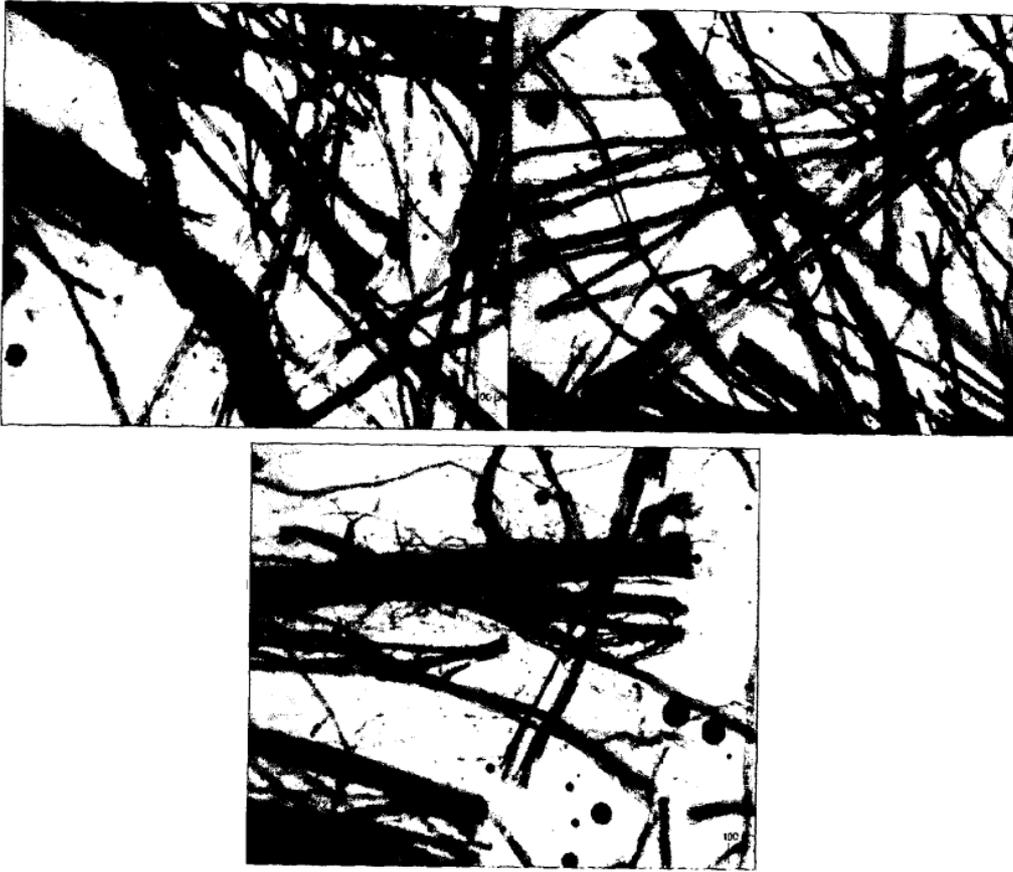


Figura 8



Figura 9