

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 733 229**

51 Int. Cl.:

D21H 13/08 (2006.01)
D04H 1/42 (2012.01)
D01F 2/00 (2006.01)
D04H 1/4258 (2012.01)
D04H 1/4382 (2012.01)
D01D 5/42 (2006.01)
D21H 11/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **29.05.2015 PCT/AT2015/000082**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **06.05.2016 WO16065377**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **29.05.2015 E 15744462 (1)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **17.04.2019 EP 3212846**

54 Título: **Fibras de Lyocell de fibrilación rápida y su uso**

30 Prioridad:

29.10.2014 AT 7932014

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
28.11.2019

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**MÄNNER, JOHANN;
AIGNER, RUDOLF;
GANNON, JIM y
RILEY, MATT**

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 733 229 T3

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

DESCRIPCIÓN

Fibras de Lyocell de fibrilación rápida y su uso

La presente invención se refiere a fibras de Lyocell fibriladas, que presentan un cociente de fibrilación Q de 20 o más y cuyo contenido en microfibras con una finura de menos de 14 de malla y un diámetro de menos de 2 μm asciende al menos al 50%, así como a su uso para la producción de un trapo de limpieza, que contiene material celulósico y del 5 al 20% en peso de fibras de Lyocell fibriladas.

Estado de la técnica

El documento US 6042769 da a conocer un procedimiento, con el que se aumenta la tendencia a la fibrilación de fibras de Lyocell mediante un tratamiento, que reduce el grado de polimerización de la celulosa en al menos 200 unidades. La fibra así obtenida debe utilizarse sobre todo en tejidos no tejidos y papel. Preferiblemente, el tratamiento tiene lugar con un agente blanqueante, en particular con hipoclorito de sodio. Alternativamente, también es posible el tratamiento con un ácido, preferiblemente un ácido mineral tal como ácido clorhídrico, ácido sulfúrico o ácido nítrico. Sin embargo, este procedimiento no se ha llevado a la práctica comercialmente hasta la fecha.

El uso de fibras regeneradas de celulosa, tales como viscosa y Lyocell en tejidos no tejidos se conoce suficientemente. En especial mediante molienda o también en denominados refinadores, que se conocen de la fabricación de papel, se fibrilan fibras de Lyocell y se utilizan como microfibras de celulosa en mezcla con material celulósico de papel en denominados procedimientos de deposición en húmedo (en los sectores técnicos denominados también procedimientos "wet laid"). A este respecto, se producen los más diversos productos, tales como, por ejemplo, trapos o paños de limpieza, las denominadas toallitas, y estructuras de papel para, por ejemplo, pañuelos de papel. Por ejemplo, el documento US 8187422 describe que mediante la adición de microfibras de Lyocell fibriladas a material celulósico de papel pueden optimizarse correspondientemente las propiedades de trapos de limpieza celulósicos de un solo uso. A diferencia de los trapos de limpieza de material celulósico puros, mediante esta adición se pretende mejorar correspondientemente el comportamiento de limpieza. A este respecto, el perfil de propiedades optimizado debe caracterizarse por una opacidad aumentada (dispersión de la luz) y porosidad, con una mejora del tacto suave. La mayor porosidad debe condicionar una mayor capacidad de succión para el agua y el aceite, lo que conduce a un comportamiento de limpieza mejorado.

El documento US 8187422 describe de manera no exacta cómo se producen las microfibras de Lyocell usadas. Solo indica que fibras cortadas de Lyocell habituales, tal como se utilizan, por ejemplo, también para la producción de materiales textiles, pueden fibrilarse en un refinador de discos o módulo similar en un medio acuoso con un porcentaje en sólidos reducido. Las microfibras de Lyocell usadas según el documento US 8187422 se compraron en un estado ya fibrilado de un proveedor. Presentan un grado de fibrilación de CSF < 175 ml así como un diámetro de < 2 μm . A este respecto, el 40% de las fibras deben tener una finura de menos de 14 de malla. Los trapos de limpieza de un solo uso dados a conocer en el documento US 8187422 contienen entre el 25 y el 75% de las microfibras de Lyocell producidas de esta manera.

Aunque las fibras de Lyocell utilizadas según el documento US 8187422 fibrilan en el caso de una solicitud mecánica por molienda en un medio acuoso, el esfuerzo para conseguir según el documento US 8187422 un determinado grado de fibrilación, con respecto al tiempo y la utilización de energía, con las tecnologías de refinador actuales es claramente mayor que, por ejemplo, para material celulósico.

Objetivo

El objetivo consistía, con respecto al estado de la técnica, en poner a disposición fibras para su uso en trapos de limpieza, que por un lado puedan fibrilarse de manera más económica y por otro lado posibiliten en un mejor porcentaje en trapos de limpieza todavía las mismas propiedades mecánicas de los trapos de limpieza, tal como, por ejemplo, una alta resistencia.

Descripción de la invención

El objetivo descrito anteriormente pudo alcanzarse mediante fibras de Lyocell fibriladas, que están caracterizadas porque presentan un cociente de fibrilación Q de 20 o más y su contenido en microfibras con una finura de menos de 14 de malla y un diámetro de menos de 2 μm asciende al menos al 50%. Para evitar malentendidos, con esto pretende aclararse que el término "fibras de Lyocell fibriladas" en relación con la presente invención no significa una cantidad total de fibras completamente idénticas, sino una mezcla de fibras básicamente de la misma naturaleza, habiendo en la mezcla fibras de diferente finura (medida en malla) y diferente diámetro.

El cociente de fibrilación Q se define como

$$Q = 200/t_{\text{CSF}200}$$

A este respecto, $t_{\text{CSF}200}$ es el tiempo (en min), que se necesita en la comprobación de CSF, para alcanzar un valor de CSF de 200. Cuanto mayor es Q, menos tiempo se necesita entonces con condiciones de fibrilación constantes,

para alcanzar el mismo grado de fibrilación. Según el tipo de las fibras de partida y del tratamiento con ácido según la invención puede alcanzarse un valor de Q de hasta 400.

5 Un objeto adicional de la presente invención es un trapo de limpieza, que contiene material celulósico y del 5 al 20% en peso de fibras de Lyocell fibriladas y presentando las fibras de Lyocell fibriladas un cociente de fibrilación Q de 20 o mayor. En una forma de realización preferida, el material celulósico es un material celulósico de papel.

10 Las fibras de Lyocell de fibrilación rápida pudieron producirse sorprendentemente mediante un tratamiento con ácido de fibras de Lyocell convencionales. Este tratamiento con ácido puede tener lugar según la invención impregnando un cable de fibra extruido de manera conocida según el procedimiento de Lyocell desde hilas con un título de fibra individual de, por ejemplo, entre 1,0 y 6,0 dtex con ácido mineral diluido, por ejemplo, ácido clorhídrico, sulfúrico o nítrico, con una concentración de, por ejemplo, entre el 0,5 y el 5% a temperatura ambiente en un recipiente con una relación de baño de, por ejemplo, 1:10 y prensando entonces hasta una cierta humedad residual de, por ejemplo, el 200%. El cable de fibra impregnado se solicita a continuación con vapor de agua con sobrepresión en un dispositivo adecuado, después se lava liberándolo de ácido y se seca.

15 Para determinar la tendencia a la fibrilación se corta el cable de fibra hasta una longitud de fibra cortada de 5 mm y se somete a la comprobación de CSF (Canadian Standard Freeness según la norma TAPPI T227 om-94).

El cable de fibra se corta para la producción de los trapos de limpieza según la invención en fibras cortadas de longitud de corte adecuada, por ejemplo, de 4 a 6 mm. La fibrilación puede tener lugar entonces en un módulo de trituración habitual en la industria del papel, por ejemplo, un módulo de molienda, un refinador, un disgregador o una máquina Hydrapulper. Se realiza en los mismos hasta que se alcanza el grado de fibrilación deseado.

20 Puede influirse en el efecto del tratamiento con ácido y la reducción condicionada de ese modo del CSF mediante la variación de los parámetros de tratamiento. En el caso de una duración de tratamiento prolongada en vapor a sobrepresión puede conseguirse con concentraciones de ácido menores el mismo efecto y viceversa. Igualmente, con temperaturas menores o mayores del tratamiento con vapor puede influirse en el valor de CSF.

25 A este respecto se debilita de manera dirigida evidentemente la estructura de fibras y con ello se aumenta la tendencia a la fibrilación.

30 En el caso de una comprobación de CSF a continuación puede establecerse que la duración de molienda, que es necesaria para alcanzar un CSF de 200 ml, en el caso de fibras de Lyocell sin tratar, según los tipos de material celulósico y los parámetros de producción asciende al intervalo de 12-16 minutos (véase la figura 1). Esta manera de proceder es comparable con la del documento US 8187422. Las fibras de Lyocell tratadas con ácido necesitan con el mismo tipo de molienda solo aproximadamente 3-4 minutos más hasta alcanzar un CSF de 200 ml (figura 1). Además pudo establecerse que mediante el tratamiento previo con ácido se aumenta el porcentaje de microfibras formadas durante la molienda con <14 de malla y <2 µm de diámetro claramente hasta más del 50%.

35 De este modo es posible reducir el porcentaje de fibras de Lyocell en un paño de limpieza hasta claramente < 25% en peso, según la invención incluso menos del 20% en peso, y a pesar de ello obtener los perfiles de propiedades requeridos, descritos, por ejemplo, en el documento US 8187422.

40 Las fibras de Lyocell de fibrilación rápida según la invención pueden utilizarse según la invención para la producción de los más diversos productos, tales como trapos de limpieza, en particular trapos de limpieza de un solo uso, papeles, en particular papeles de filtro y papeles para aplicaciones técnicas, tales como baterías, etc. Estos y otros productos así como los procedimientos de producción que se tienen en cuenta para los mismos se describen entre otros en el documento WO 95/35399, al que se remite por la presente.

En particular, los trapos de limpieza según la invención pueden producirse según procedimientos básicamente conocidos a partir de material celulósico y las fibras según la invención. En una forma de realización preferida, la solidificación tiene lugar mediante hidrogenamarañamiento.

45 También es objeto de la presente invención el uso de las fibras según la invención descritas anteriormente para la producción de un trapo de limpieza, conteniendo el trapo de limpieza material celulósico y del 5 al 20% en peso de fibras de Lyocell fibriladas. El material celulósico es preferiblemente un material celulósico de papel.

A continuación se describirá la invención mediante ejemplos. Sin embargo, la invención expresamente no está limitada a estos ejemplos, sino que comprende también todas las demás formas de realización, que se basen en el mismo concepto inventivo.

50 Ejemplos

Ejemplo 1: Tratamiento con ácido

Las fibras de Lyocell de fibrilación rápida según la invención se producen tal como sigue: Una cuerda de fibra de Lyocell con un título de fibra individual de 1,7 dtex se impregna con ácido sulfúrico diluido a temperatura ambiente y una relación de baño de 1:10 y se prensa hasta aproximadamente el 200% de humedad. La cuerda de fibra

impregnada se solicita en un evaporador de laboratorio durante aproximadamente 10 min con vapor de agua a presión, a continuación se lava con agua liberándola de ácido y se seca. La cuerda de fibra seca se corta a 5 mm de longitud de fibra cortada y se somete a la comprobación de CSF.

Ejemplo 2: Comparación de la dinámica de fibrilación

5 La tendencia a la fibrilación se mide por medio de una comprobación de CSF (Canadian Standard of Freeness) según la norma TAPPI T227 om-94 y se determina el cociente de fibrilación Q. Se compararon:

A. fibras de Lyocell de 1,7 dtex/6 mm sin tratar habituales en el comercio, que pueden obtenerse comercialmente como Tencel® de Lenzing AG (“patrón de Tencel®”)

B. fibras tratadas con ácido según el ejemplo 1 (“Tencel® de fibrilación rápida”)

10 La figura 1 muestra la disminución del valor de CSF con un tiempo de trituración creciente en el dispositivo de medición. Puede reconocerse bien que las fibras tratadas con ácido fibrilan claramente más rápido que las sin tratar. Esto significa para la práctica de la producción comercial de fibras de Lyocell fibriladas un esfuerzo de tiempo y de energía considerablemente reducido en comparación con el uso de fibras de Lyocell sin tratar.

15 La tabla 1 muestra los valores de t_{CSF200} determinados para las diferentes muestras y los valores de Q calculados a partir de los mismos.

Tabla 1:

Muestra	t_{CSF200}	Q [min^{-1}]
A	15,5	12,9
B	3,5	57,1

Ejemplo 3: Comparación de la idoneidad para procedimientos de deposición en húmedo

Se compararon las mismas muestras de fibra que en el ejemplo 1:

20 En cada caso suspensiones acuosas de fibras al 1% de ambas muestras de fibra A y B se molieron en un refinador de laboratorio del tipo Andritz R1L con una potencia de 500 W, habiéndose determinado tanto el consumo de energía en kWh/to así como la duración hasta alcanzar un grado de molienda de CSF 200 (comprobación de Canadian Standard of Freeness según la norma TAPPI T227 om-94). La fibra de Lyocell fibrilada pudo procesarse en comparación con la fibra de Lyocell convencional en solo el 50% de la duración de molienda con menos del 80% del consumo de energía (véase la tabla 2).

25 Tabla 2:

Muestra	Duración de molienda [min]	Consumo de energía [kWh/to]
A	5	400
B	2,5	65

De 2000 ml de estas se produjeron en un formador de hojas del tipo Rapith Köthen hojas de ensayo y se tomaron imágenes de REM de estas hojas de ensayo. La figura 2 muestra una imagen de REM de la hoja de la suspensión de la muestra B.

REIVINDICACIONES

1. Trapo de limpieza, que contiene material celulósico y del 5 al 20% en peso de fibras de Lyocell fibriladas, caracterizado porque las fibras de Lyocell fibriladas presentan un cociente de fibrilación Q de 20 o más.
2. Trapo de limpieza según la reivindicación 1, siendo el material celulósico un material celulósico de papel.
- 5 3. Fibras de Lyocell fibriladas, caracterizadas porque presentan un cociente de fibrilación Q de 20 o más y su contenido en microfibras con una finura de menos de 14 de malla y un diámetro de menos de 2 μm asciende al menos al 50%.
4. Uso de las fibras según la reivindicación 3 para la producción de un trapo de limpieza, caracterizado porque el trapo de limpieza contiene material celulósico y del 5 al 20% en peso de fibras de Lyocell fibriladas.
- 10 5. Uso según la reivindicación 4, siendo el material celulósico un material celulósico de papel.
6. Uso de las fibras de Lyocell fibriladas según la reivindicación 5 en procedimientos de deposición en húmedo.
7. Uso según la reivindicación 6 en mezcla de las fibras de Lyocell fibriladas con material celulósico de papel con un porcentaje de fibras de Lyocell de entre el 5 - 20% en peso.

Fig. 1:

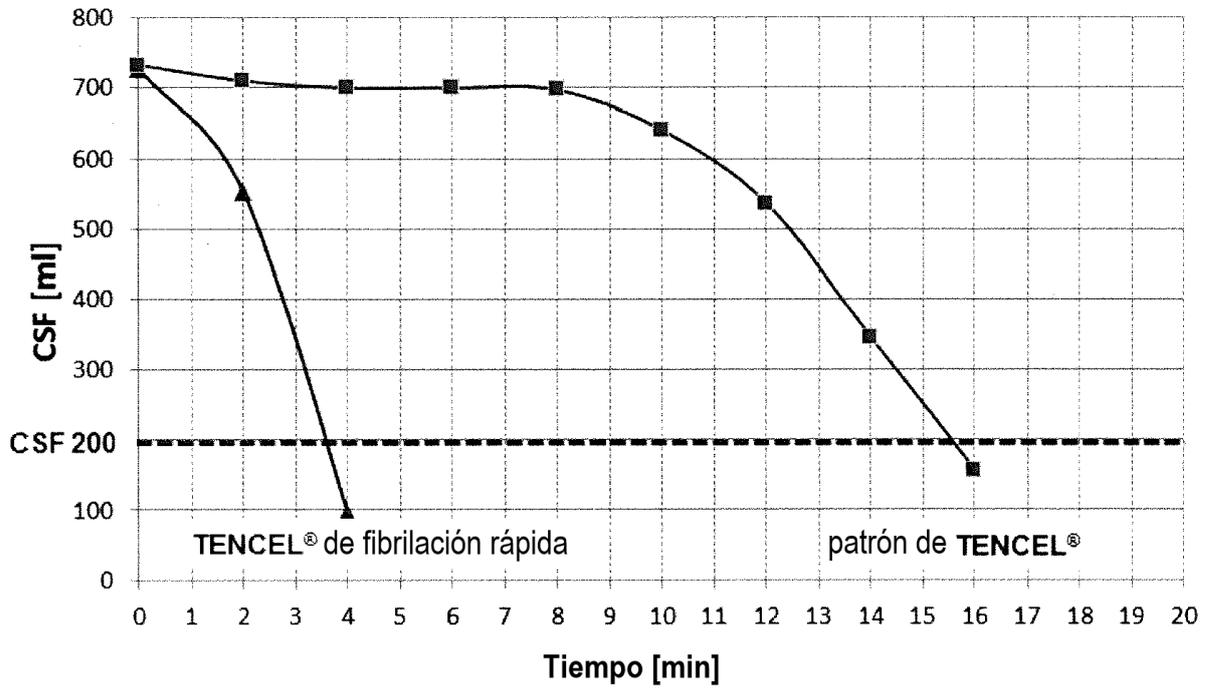


Fig. 2:

