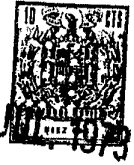


415536

14



COPIA
PROTECTOR
DE PATENTES
Y
MARCAS
COMERCIALES
ESTADOS UNIDOS
MEXICANOS

P. 54.517

File: 3889

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar PATENTE DE INVENCION por VEINTE años

A nombre de FMC CORPORATION

entidad norteamericana

establecida en 1617 John F. Kennedy Boulevard, Filadelfia,
Pensilvania, Estados Unidos de América

por: "UN METODO DE FORMACION DE UNA FIBRA MIXTA ABSORBENTE"
(Clase Internacional D01f, D06m)

5.7.73
H.M.C.



Es sabido que se pueden producir fibras adecuadas para la absorción de fluidos del cuerpo por incorporación de sodio-carboximetilcelulosa en viscosa e hilado de esta mezcla para producir fibras mixtas. Si bien las fibras mixtas arriba citadas son muy útiles, son relativamente costosas de obtener en una forma adecuada para artículos textiles no tejidos, compresas absorbentes y tapones. La fibra mixta de sodio-carboximetilcelulosa-celulosa regenerada es difícil de aprestar y secar a una forma susceptible de cardado a partir de un sistema acuoso. Estas fibras pueden aprestarse y secarse fácilmente por intercambio de disolvente, pero este sistema hace que aumente considerablemente el coste de fabricación.

La invención proporciona una fibra mixta absorbente de una matriz de celulosa regenerada que tiene una sal de almidón carboxialcoholado dispersada uniformemente en ella. El radical alcohol del grupo carboxialcohol tiene de 1 a 3 átomos de carbono. La celulosa regenerada constituye una proporción principal de la masa de fibra.

El método de preparación de la fibra mixta comprende hacer reaccionar almidón alcalino con un agente eterificante de carboxialcohol en un medio acuoso, mezclar la solución de almidón carboxialcoholado alcalino con viscosa, dar a la mezcla forma de fibras, coagular y regenerar las fibras, y tratar las fibras con una composi-



ción de apresto lubricante para celulosa.

La fibra mixta, que se forma predominantemente a partir de viscosa, se coagula y regenera por medios conocidos y preferiblemente en un baño ácido que contiene ácido sulfúrico y sulfato de sodio. En muchos casos se incorpora sulfato de zinc al baño, así como otros modificadores de la coagulación, según se desee.

Puesto que el producto tiene que contener un derivado de almidón que se encuentra en forma de sal, las fibras de gel húmedas, después de la coagulación y regeneración en un baño ácido se tratan con un compuesto formador de sal en solución para transformar el derivado de almidón desde el estado ácido al estado de sal. Preferiblemente, el compuesto formador de sal es un compuesto formador de sal de metal alcalino, de metal alcalino-térreo o de amonio. Los metales alcalino-térreos incluyen el magnesio. Ejemplos de compuestos formadores de sal para el almidón carboxilado incluyen carbonato de sodio, de potasio o de litio, fosfato de amonio dibásico, fosfato de sodio dibásico, fosfato de sodio tribásico, metaborato de sodio, fosfato de potasio dibásico, metaborato de potasio, acetato de magnesio, cloruro de magnesio, cloruro de calcio, acetato de calcio, acetato de zinc y sulfato de zinc. Ejemplos de otros metales cuyos compuestos pueden utilizarse como formadores de sal incluyen ba-



rio, estroncio, titanio, cromo, manganeso, hierro, cobalto, níquel, cobre, cadmio, aluminio y estaño. Ejemplos de otros aniones utilizados con aquellos metales incluyen hidróxidos, bicarbonatos, nitratos, formiatos, propionatos y benzoatos. Son también formadores útiles de sales para el almidón carboxilado ácido las aminas y las sales de aminas. Estas incluyen tanto aminas monocíclicas como aminas policíclicas y heterocíclicas. Las aminas terciarias o sus sales y las aminas cuaternarias o sus sales son formadores útiles de sales. Ejemplos de aminas que son útiles incluyen etilamina, propilamina, dimetilamina, dietilamina, butilmetilamina, metiletilamina, trimetilamina, tripropilamina, tributilamina, bromuro de trietilamonio, piperidina, piridina, etilendiamina, trietilentetramina e hidróxido de tetrametilamonio.

El almidón que es útil para esta invención se deriva de cualquier fuente vegetal, con inclusión de maiz, trigo, tapioca, patatas, etc. El almidón está, preferiblemente, sin modificar, pero puede haber sido tratado con álcalis, ácidos, enzimas o agentes oxidantes. Son también adecuados los almidones modificados solubles o parcialmente solubles.

Los agentes eterificantes de carboxialcoholo son bien conocidos en la técnica e incluyen, por ejemplo, acrilonitrilo, metacrilonitrilo, metacrilamida, acrilami-



da, ácido acrílico, anhídrido maleico, ácido maleico, ácido fumárico, ácido crotonico, ácidos grasos halogenados o sus sales, con inclusión de ácido monocloroacético, ácido bromo- o cloropropiónico, ácido bromoisobutírico y ácido bromosuccínico. El acrilonitrilo es el agente esterificante de carboxialcoholo preferido, debido a que facilita el procedimiento químico, y se empleará más adelante en esta memoria para demostrar la presente invención. Si bien el hidróxido de sodio es la base preferida para la reacción de eterificación y se utilizará más adelante en esta memoria para demostrar la invención, son útiles otros compuestos básicos de metal alcalino, con inclusión, por ejemplo, de hidróxido de potasio e hidróxido de litio. El almidón carboxietilado preferido se puede preparar, por ejemplo, como se describe en la Patente de los Estados Unidos Núm. 2.316.128 de fecha 6 de abril de 1943.

En la forma preferida de esta invención, el almidón se convierte inicialmente en una suspensión espesa en agua, la suspensión acuosa espesa se hace alcalina (pH mayor de 12) con hidróxido de sodio, y se añade acrilonitrilo a la suspensión acuosa espesa. Para formar el producto sodio-carboxietilado, se añade a la suspensión acuosa espesa desde aproximadamente 10 a aproximadamente 70% de acrilonitrilo, basado en el peso del almidón. Una vez que ha reaccionado el acrilonitrilo con el almidón,



1973

están presentes en el producto grupos amida y grupos nitrilo. Después de un corto período de envejecimiento, la mayoría de estos grupos se hidrolizan proporcionando predominantemente grupos carboxietilo y dejando un número menor de grupos amida y posiblemente algunos grupos nitrilo.

El almidón carboxialcoholado de esta invención es preferiblemente un almidón carboxialcoholado sustancialmente soluble en agua; sin embargo, el grado de sustitución promedio de grupos carboxialcoholo por unidad de glucosa de la molécula de almidón estará comprendido entre aproximadamente desde 0,1 hasta un máximo teóricamente posible de 3. Aquellos derivados que tienen un G.S. de 1,5 a 3 son solubles en agua. A medida que aumenta el grado de sustitución, se hace mayor el grado de absorberencia de agua de la sal de almidón carboxialcoholado.

La viscosa que es adecuada para la formación de filamentos es bien conocida en la técnica y no precisa ser descrita aquí en detalle. En general, se hace reaccionar la celulosa alcalina con disulfuro de carbono y el xantogenato de sodio-celulosa resultante se diluye con álcali acuoso para producir una viscosa del contenido deseado en celulosa y en álcali. Si se desea, se pueden incorporar a la viscosa aditivos o modificadores.

El almidón sodio-carboxietilado se desairea y se mezcla, preferiblemente por inyección, usualmente con una



bomba dosificadora, en la corriente de viscosa a medida que ésta se está bombeando a las hileras. La mezcla de almidón sodio-carboxietilado y viscosa se puede hacer pasar a través de un mezclador u homogenizador para obtener
5 una dispersión más perfecta, si se desea.

La cantidad de almidón carboxialcoholado presente en la fibra mixta es tal que proporcione una fibra en la que la matriz es celulosa regenerada que tiene el almidón carboxialcoholado dispersado en ella. Preferiblemente, el
10 derivado de almidón está presente en la fibra mixta en una cantidad tal que el peso de los grupos carboxialcoholo está comprendido entre aproximadamente 0,5 y aproximadamente 3% basado en el peso de la fibra mixta acondicionada.

15 Después del hilado, la coagulación y la regeneración, las fibras mixtas se transforman convencionalmente, se estiran si se desea, y se tratan con un apresto. El tratamiento de apresto se realiza preferiblemente antes del secado. Si las fibras de gel no se encuentran en es-
20 tado de sal, tienen que tratarse con una solución formadora de sal para hacer volver el derivado de almidón del estado ácido al de sal. Esto puede hacerse en el baño de apresto o con anterioridad a la introducción en el mismo. El baño de apresto se prepara preferiblemente con un for-
25 mador de sal de metal alcalino, alcalino-térreo o de amo-



nio y agentes tensoactivos lubricantes de las fibras, pero puede estar constituido por otros sistemas de apresto. Ejemplos de aprestos lubricantes para fibras de celulosa incluyen oleato de sodio, ácido oleico, ésteres parciales de ácido graso de sorbitán o manitán y los derivados de polioxietileno de los mismos. Cualquiera de los formadores de sal previamente mencionados, con tal que sea compatible, puede incorporarse al baño de apresto.

Ejemplos de fibras con las que se pueden mezclar las fibras mixtas de esta invención incluyen fibras de rayón, algodón, rayón o algodón modificados químicamente, acetato de celulosa, nylon, poliéster, acrílicas y de poliolerinas.

Las fibras mixtas de esta invención son componentes fibrosos útiles de artículos textiles tejidos y no tejidos para la producción de compresas absorbentes, toallas y prendas de vestir.

La capacidad de retención de fluidos de las fibras mixtas descritas en el Ejemplo I se determinó de acuerdo con el procedimiento que sigue:

Se cardan o se separan bien hebras cortadas de muestra, se acondicionan y se introducen dos gramos en una matriz de 2,5 cm de diámetro. Las fibras contenidas en la matriz se prensan luego a un espesor de 3,225 mm durante 1 minuto, se retiran y se colocan sobre una placa porosa



(p. ej., un embudo de Buchner) de tal modo que la base de 2,5 cm de diámetro de un pistón que pesa 1,09 kg se apoya sobre la pastilla de ensayo. (El pistón se mantiene en una posición vertical y puede desplazarse verticalmente con libertad). La pastilla se humedece luego con agua que penetra en el embudo a través del vástago, el cual está conectado por un tubo flexible a un frasco cuentagotas, estando controlado el flujo de agua por la posición del frasco cuentagotas. Al cabo de dos minutos de inmersión, se vacía el agua durante tres minutos, se retira la pastilla húmeda y se pesa. La capacidad de retención de fluidos de las fibras en cc/g es la mitad del peso de agua en la pastilla de ensayo.

Para demostrar esta invención se presenta el ejemplo que sigue:

Ejemplo I

Se formó una suspensión espesa en agua de almidón de maiz sin modificar a una concentración de sólidos de 20% en peso. La suspensión acuosa espesa se hizo alcalina por incorporación de cantidad suficiente de hidróxido de sodio para elevar el pH por encima de 13. La solución contenía ahora 9% de almidón y 6% de hidróxido de sodio. Se añadió acrilonitrilo a la suspensión acuosa espesa, y se mezcló perfectamente dicha suspensión. Se envejeció la solución durante 20 horas, se expulsó el aire de la misma



y se inyectó por medio de una bomba dosificadora en la viscosa que se estaba bombeando a la hilera en una máquina convencional de hilado de fibras de viscosa. La composición de la viscosa era 9,0% de celulosa, 6,0% de álcali y 32% de disulfuro de carbono basado en el peso de la celulosa. La caída de la bola de viscosa era 70, y su ensayo de sal común era 8.

La mezcla de almidón sodio-carboxilado y viscosa se hiló a través de una hilera de 4500 orificios, yendo a parar a un baño de hilado acuoso constituido por 7,5% en peso de ácido sulfúrico, 18% en peso de sulfato de sodio y 3,5% en peso de sulfato de zinc. Las fibras mixtas se hicieron pasar a través del baño y se cortaron después en hebras, después de lo cual se lavaron sucesivamente con agua, sulfuro de sodio, agua, ácido sulfúrico diluido y agua. Las fibras de gel húmedas se hicieron pasar después a través de un baño de apresto alcalino constituido por 1% en peso de carbonato de sodio y 0,5% en peso de monolaurato de sorbitán (Span 20). Las fibras se cortaron, se secaron y se ensayaron en lo referente a capacidad de retención de fluidos. Se observó la susceptibilidad de cardado de todas las fibras producidas, encontrándose que era satisfactoria. Las capacidades de retención de fluidos de las fibras preparadas como se ha descrito arriba pero con cantidades variables de acrilonitrilo, se muestran en



la tabla siguiente:

Tabla I

	<u>% de Acrilonitrilo (B.e.A.)*</u>	<u>Proporción de Almidón a Fibra Seca</u>	<u>Fluido Retenido, cm³/g</u>
5	0	0	2,85
	23	0,20	2,95
	"	0,30	5,55
	33	0,20	4,65
	"	0,30	5,70
10	43	0,20	5,00
	"	0,30	5,60

* B.e.A. = Basado en el peso del almidón

De los datos anteriores, se deduce que la fibra mixta de esta invención posee una capacidad satisfactoria de retención de fluidos, la cual puede variarse a voluntad. Además de la elevada capacidad de retención de fluidos, la fibra se produce por un procedimiento de secado poco costoso.

Ejemplo II

Se prepararon diversas fibras mixtas de acuerdo con el procedimiento del Ejemplo I, excepto que la relación de almidón a fibra seca se mantuvo en todos los casos en 0,30 y las fibras de gel húmedas se hicieron pasar a través de baños acuosos de apresto constituidos por soluciones 1/10 molares de diversos compuestos formadores



de sal y 1/10 % en peso de monolaurato de sorbitán.

Se determinó la capacidad de retención de fluidos para tales fibras mixtas según el Método Syngyna descrito por G.W. Rapp en "A Comparison of the Absorptive Efficiency of Commercial Catamenial Tampons" ("Comparación de la Eficiencia Absorbente de Tapones de Menstruación Comerciales"), publicado en junio de 1958 por el Departamento de Investigación (Dept. of Research) de la Universidad de Loyola, Chicago, Illinois. Este ensayo se describe en líneas generales en la Patente de los Estados Unidos Núm. 3.699.965. En el caso presente, se empleó agua como el fluido del ensayo Syngyna.

La tabla que sigue da los resultados del ensayo de las fibras mixtas según este procedimiento de ensayo.

15

Tabla II

<u>Formador de sal</u>	<u>Fluido Retenido cm³/g</u>	<u>pH de la fibra</u>
Testigo*	4,2	--
Acetato de magnesio	6,18, 6,10, 5,76	6,0
20 Cloruro de magnesio	5,06, 6,49, 5,48	4,75
Acetato de calcio	5,24	--
Cloruro de calcio	5,42	--
Acetato de zinc	5,80, 5,59	5,7
25 Sulfato de zinc	5,00, 5,55	5,1

*Fibras de rayón ordinario.



Por los datos anteriores, se puede ver que estas fibras mixtas que contienen diversas sales de carboxietilcelulosa poseen una capacidad elevada de retención de fluidos y se pueden emplear ventajosamente cuando se desean fibras no alcalinas.

Ejemplo III

Se prepararon varias fibras mixtas y se ensayaron de acuerdo con el procedimiento del Ejemplo II, excepto que se emplearon varios compuestos nitrogenados formadores de sal a diversas concentraciones.

La Tabla que sigue da los resultados del ensayo de estas fibras mixtas.

Tabla III

	<u>Formador de Sal</u>	<u>Fluido Retenido, cm³/g</u>
15	Dimetilamina (solución al 0,4%)	5,55
	Piridina (solución al 1%)	4,29
	Hidróxido de amonio (solución al 0,3%)	4,93
	" " (solución al 0,6%)	5,12
	" " (solución al 1,2%)	5,42
20	" " (solución al 2,4%)	6,10

De los datos que anteceden se puede deducir que estas fibras mixtas que contienen diversas sales nitrogenadas de carboxietilcelulosa poseen una alta capacidad mejorada de retención de fluidos.

La presente solicitud, que corresponde a la presen-



tada en Estados Unidos de América, el 5 de Junio de 1972, bajo el Nº 259.943 y el 20 de Abril de 1973, bajo el Nº 352.933, se acoge a los beneficios del Artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

5

REIVINDICACIONES

10

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

15

1ª.- Un método de formación de una fibra mixta absorbente, la cual se puede incorporar a una compresa o tapón absorbente tejido o no tejido, que comprende una matriz de celulosa regenerada como una porción principal de la masa de la fibra, caracterizado por el hecho de que se hace reaccionar un agente eterificante de carboxialcoholo con almidón en un medio alcalino, el almidón carboxialcoholado alcalino se mezcla con viscosa, se transforma la mezcla en una fibra, se coagula y se regenera la fibra, y se trata la fibra con una composición de apresto lubricante para celulosa.

25



2ª.- Un método de acuerdo con la reivindicación 1ª,
caracterizado por el hecho de que el almidón carboxial-
cohilado alcalino se mezcla con viscosa en una cantidad
suficiente para proporcionar una fibra mixta que tiene des-
5 de 0,5 a 3% de grupos carboxialcohilo basado en el peso
de la fibra mixta acondicionada.

3ª.- Un método de acuerdo con las reivindicaciones
1ª ó 2ª, caracterizado por el hecho de que la fibra se
coagula y regenera en un baño ácido y la fibra de gel hú-
10 meda se trata con una composición de apresto lubricante
acuosa que contiene un compuesto formador de sal.

4ª.- Un método de acuerdo con la reivindicación 3ª,
caracterizado por el hecho de que el compuesto formador
de sal comprende un compuesto de metal alcalino o un com-
15 puesto de amonio.

5ª.- Un método de acuerdo con la reivindicación 4ª,
caracterizado por el hecho de que la composición de apres-
to comprende carbonato de sodio y monolaurato de sorbitán.

6ª.- Un método de acuerdo con las reivindicaciones
20 1ª a 5ª, caracterizado por el hecho de que el agente ete-
rificante es acrilonitrilo.

7ª.- Un método de acuerdo con la reivindicación 6ª,
caracterizado por el hecho de que se hace reaccionar con
el almidón de 10% a 70% de acrilonitrilo, basado en el
25 peso del almidón.

8a.- Un método de formación de una fibra mixta absorbente.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y con los fines que se han especificado.

5 Esta Memoria consta de dieciseis hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 14 JUL 1973

P.A.

Alberto de Eizaburo
Per rosal 