



00 30193

SOLICITUD DE
PATENTE DE INVENCIÓN

SUPERINDUSTRIA Y COMERCIO
Radicación : 00030193 00000000 Folios: 66
Fecha (APD): 2000-04-27 12:12:59
Trámite : 002 PATENTES D 1 REGISTRO/ 411 PRESENTA
Dependencia: 2020 DIVISION DE NUEVAS CREACIONES

DATOS DEL SOLICITANTE

(71) Nombres y Apellidos o Razón Social

KURARAY CO., LTD.

No. de Identificación

Representante Legal (Persona Jurídica)

País de Domicilio

JAPON

Departamento o Estado

Dirección

1621, Sakazu, Kurashiki-shi

Ciudad

OKAYAMA-KEN

Teléfono

(74) DATOS DEL APODERADO

Nombre

HUMBERTO RUBIO CAMACHO

Dirección y Domicilio

CARRERA 7 No. 74 - 64, Oficina 506

Ciudad

SANTAFE DE BOGOTA, D.C.

Teléfono 3 13 24 08

DATOS DEL INVENTOR

(72) Nombre del Inventor (es)

YOUICHI YAMAMOTO, RYO YAMAMOTO, JUN-ICHI HIKASA

Identificación

Dirección

JAPON

Ciudad

OKAYAMA-KEN

Teléfono

DATOS DE LA PATENTE DE INVENCION

(54) Título de la Invención "FIBRAS A BASE DE ALCOHOL POLIVINILICO Y PROCESOS DE PRODUCCION DE LAS MISMAS."

PRIORIDAD REIVINDICADA SI ☐ NO ☒ TIPO DE PRIORIDAD ANDINA ☐ UNIONISTA ☐

(33) País (32) Fecha (31) No. Solicitud

Para Publicar a los ☐ 6 meses ☐ 12 meses ☐ 18 meses a partir de la fecha de la presente solicitud

(51) CLASIFICACION INTERNACIONAL

D01 F 6/14

RESUMEN CON EL OBJETO Y LA FINALIDAD DE LA INVENCIÓN

La presente invención se refiere a fibras a base de alcohol polivinílico estructuradas de un centro superficial que tienen una tenacidad de fibra individual de 9 / D o mayor, un módulo inicial de 170 g / D o más una circularidad seccional de 57% o más, y un contenido total de ácido bórico y sus sales de 0.4% en peso o más. Debido a su alta fuerza mecánica, alta resistencia de adhesividad de las fibras, pequeña circularidad seccional, etc., las fibras a base de alcohol polivinílico estructuradas de un centro superficial, muestran propiedades adecuadas como refuerzos, etc.

ANEXOS DE LA SOLICITUD

Certificado de Existencia y Representación Legal cuando el solicitante sea Persona Jurídica	☐
Los poderes debidamente otorgados, o mención de su protocolización ante la SIC	☐
Recibo de la tasa respectiva	☒
Recibo de la tasa por concepto de excedente de palabras en la publicación	☐
Si se reivindica prioridad Andina:	
Copia de la primera solicitud	☐
Traducción oficial	☐
Si se reivindica prioridad Unionista:	
Copia certificada de la primera solicitud:	☐
Nota: Debe presentarse dentro de los tres (3) meses, contados a partir de la fecha de radicación de la solicitud posterior	
Traducción simple	☐
Capítulo descriptivo	☒
Dibujos, planos necesarios	☐
Capítulo reivindicatorio	☒
Tarjeta archivo propietarios según formato	☒
Tarjeta archivo temático según formato	☒
Extracto para publicación según formato	☒
Arte final 12 x 12 cms Y 6x6 cms	☐
Otros Documentos	☐

SOLICITO LA CONCESION DE LA PATENTE DE INVENCIÓN Y DECLARO QUE LA INVENCIÓN ES NUEVA Y DE MI PROPIEDAD

FIRMA

NOMBRE HUMBERTO RUBIO CÁRDENAS

CC. 17.192.062 de Bogotá

T.P.No. 50.007 C.S.



2

Industria y Comercio

SUPERINTENDENCIA

REGISTRO
PATENTE DE INVENCION
"FIBRAS A BASE DE ALCOHOL
POLIVINILICO Y PROCESOS DE
PRODUCCION DE LAS MISMAS"

NIT : 800176089-2

RECIBO OFICIAL DE CAJA : 17,848
FECHA : MARZO 14 DE 2000

SUPERINDUSTRIA Y COMERCIO
Radicacion : 00030193 00000000 Folios: 66
Fecha (AMD): 2000-04-27 12:12:59
Tramite : 002 PATENTES D 1 REGISTRO/ 411 PRESENTAC
Dependencia: 2020 DIVISION DE NUEVAS CREACIONES

***** CONSIGNACION

DEPOSITANTE	TIPO PAGO	BANCO	SUCURSAL	CUENTA	No. PAGO	Vr. PAGO
TINKE STOL	CONSIGNACION	BANCO POPULAR	BOGOTA	050-00024-9	958704	2,735,000.00

***** CONCEPTO *****

CANT. RENTISTICO	CONCEPTO	TOTAL CONCEPTO
1 50005-01-01 SOLICITUDES	1 TRAMITES DE SOL. DE PATENTE DE IN	608,000.00
	TOTAL :	\$ 608,000.00

SON: SEISCIENTOS OCHO MIL PESOS

RESPONSABLE :



RECIBO DE CAJA APLICADO AL EXPEDIENTE No. _____

Carrera 13 No. 27-00 Pisos 5 y 10
Conmutador: 334 12 21
Fax: 281 31 25
Santa Fe de Bogotá, D.C., Colombia

FIBRAS A BASE DE ALCOHOL POLIVINILICO Y PROCESOS DE
PRODUCCION DE LAS MISMAS

CAMPO DE LA INVENCION

5

La presente invención se refiere a fibras a base de alcohol polivinílico (posteriormente aquí abreviadas como APV), y más particularmente, a fibras a base de APV, excelentes como refuerzos para materiales hidráulicos, un
10 proceso para la producción de las fibras a base de APV y refuerzos para materiales hidráulicos, que comprenden a las fibras a base de APV.

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

15

Los asbestos han sido ampliamente usados para el refuerzo de productos formados de cemento. Sin embargo, el uso de los mismos está ahora siendo regulado, debido a que se han reportado que los asbestos pueden causar
20 padecimientos humanos. Por lo tanto, se han ensayado varios materiales como substitutos para asbestos. Entre las fibras de propósitos generales, la demanda de fibras a base de APV como substitutos para asbestos está creciendo rápidamente en el campo de las fibras
25 reforzadas de cemento, debido a su alta tenacidad, alta elasticidad, alta adhesividad al cemento y alta resistencia alcalina.

Se han producido fibras a base de APV, por ejemplo, mediante etapas secuenciales de rotación en húmedo, de

una solución de APV acuosa a temperatura ambiente, en un baño de coagulación que contiene sal inorgánica. deshidratada, rodillo de extracción, extracción en húmedo bajo calentamiento, y extracción en seco. Este método de rotación es simple y se puede realizar en un aparato compacto. Además, puesto que el hilado se seca o se extrae por calor con deshidratación, las sales inorgánicas coagulantes contenidas aquí, se adjuntan a estas, el hilado a introducirse en la etapa de secado tiene un contenido de agua reducido, con ello, se facilita la etapa de secado y se elaboran las fibras. Además, el método es adecuado para la producción en masa, debido a que el secado se realiza eficientemente y se puede incrementar la fineza del hilado (grado de colección, denier total). Puesto que las fibras obtenidas tienen una sección transversal elíptica parecida a un capullo, es decir, una sección transversal circular aplanada (una circularidad seccional de aproximadamente 35 hasta 50%), las fibras presentan excelente adhesividad a la matriz, tal como materiales hidráulicos. Así, las fibras a base de APV, tienen una forma de sección transversal adecuada como refuerzo.

Sin embargo, en los métodos conocidos, la proporción de extracción está limitada tan baja como aproximadamente 8 veces la longitud original, y la firmeza de la fibra es mayor a aproximadamente 7 g/d. La razón de esta desventaja ha sido considerada como sigue. Las fibras obtenidas por el proceso anterior, tienen una estructura de dos capas de una capa de superficie densa y una capa

245

de centro relativamente gruesa, debido a la deshidratación rápida en el baño de coagulación, y como un resultado del mismo, la orientación y la cristalización no proceden, esperando el grado en la etapa de extracción. Por lo tanto, se ha examinado la producción de fibras a base de APV, que no tienen una estructura de centro superficial.

Por ejemplo, se propone un método para producir las fibras con una estructura interna uniforme, en la cual, la estructura de centro superficial es destruida al lavar suficientemente el hilado con agua y agitándolo en la etapa de rotación, para producir fibras a base de APV.

Sin embargo, puesto que el hilado a partir de la etapa de lavado contiene una gran cantidad de agua, la etapa de secado llega a consumir energía y la adhesión entre las fibras individuales es similarmente al que ocurre debido a la acción combinada del calor para el secado y agua en las fibras. Debido a la dificultad del secado, el tamaño del hilado (grado de colección, denier total), no puede elaborarse tan largo, y es difícil incrementar la velocidad de producción. Es necesario adicionalmente, usar un aparato de lavado y secado de gran tamaño, incrementando con ello, los costos de producción.

También se propone un método, en el cual, una solución de hilado de APV que disuelve el ácido bórico y el borato y un ácido para controlar el pH, se someta a extrusión en un baño de coagulación que contiene álcali, saturado con sales, y las fibras resultantes sean

56

extraídas por rodillos, neutralizadas, lavadas con agua hasta que el contenido del ácido bórico residual disminuya a un nivel propuesto o inferior, se seque y se extraiga por secado con calor, a una proporción de

5 extracción superior. En este método, el ácido bórico o el borato en la solución de hilado, se enlaza al grupo hidroxilo del polímero APV débilmente, para formar un gel antes de que la solución del hilado se deshidrate y se coagule en el baño de coagulación.

10 Por lo tanto, se puede prevenir la estructura radialmente diferente debido a la coagulación deshidratante rápida, es decir, la estructura del centro superficial. Como un resultado del mismo, las fibras de hilado pueden ser extraídas eficientemente a una

15 proporción de extracción alta, con ello, produciendo fibras de alta tenacidad.

Sin embargo, este método requiere de un aparato a gran escala, y las fibras obtenidas tienen sección cercanamente transversal (circularidad seccional grande).

20 Por lo tanto, la adhesividad de las fibras con la matriz no es suficiente y el paso de las propiedades de las fibras a través de las etapas tales como una etapa de hilado y la etapa de entretejido se deteriora debido a que se incrementa la rigidez. La Solicitud de Patente

25 Japonesa No. 1-298208, propone un método de producir fibras que tienen una circularidad seccional pequeña, mediante el incremento de la temperatura del baño de coagulación. Sin embargo, puesto que la sal inorgánica es substancialmente completamente removida por el lavado con

agua en la etapa de lavado antes de la etapa de secado, y la estructura del núcleo de la piel no se forma, la adhesividad de las fibras ocurre como en el método de la Solicitud de Patente Japonesa No. 62-289607, y las
5 fibras son insuficientes en dispersibilidad en agua debido a la adhesividad.

BREVE DESCRIPCION DE LA INVENCION

10 En vista de los problemas anteriores en la técnica anterior, un objeto de la presente invención, es proporcionar fibras a base de APV de costos de producción bajos, debido a su alta productividad, la cual presente propiedades excelentes como refuerzos, tal como alta
15 firmeza mecánica, resistencia a la adhesividad de las fibras y una circularidad seccional pequeña, un proceso para la producción de las fibras a base de PVA y refuerzos para los materiales hidráulicos hechos de
fibras a base de APV.

20 Así, en un primer aspecto de la presente invención, se proporciona un fibra a base de alcohol polivinílico estructurada de núcleo de piel, que tiene una tenacidad individual de fibra de 9 g/D o mayor, un módulo inicial de 170 g/D o mayor, una circularidad seccional de 57% o
25 menor, y un contenido total de ácido bórico y sus sales de 0.4% en peso o menores.

En un segundo aspecto de la presente invención, se proporciona un refuerzo para materiales hidráulicos, los cuales comprenden una fibra a base de alcohol

polivinílico estructurada de centro superficial, descrita anteriormente.

En un tercer aspecto de la presente invención, se proporciona un proceso para producir una fibra a base de alcohol polivinílico, estructurada de un centro superficial, que comprende una etapa de hilado en húmedo o de hilado húmedo en seco, de una solución de hilado acuoso que contiene un polímero a base de alcohol polivinílico en un baño de coagulación que comprende una solución acuosa que contiene una sal inorgánica capaz de deshidratar y coagular la solución de hilado para formar un hilado y al menos, etapas subsecuentes de extracción y secado del hilado resultante, caracterizado en que el proceso además comprende una última etapa de lavado del hilado después de tomar el hilado del baño de coagulación y antes de introducir en hilado en la etapa de secado, siendo regulado dentro de un rango de 1 a 20% en peso.

DESCRIPCION DE LAS MODALIDADES PREFERIDAS

20

La tenacidad de la fibra individual de la fibra a base de APV es de 9 g/D o mayor, preferiblemente de 10 g/D o mayor, y más preferiblemente de 11 g/D o mayor, y el módulo inicial es de 170 g/D o mayor, y más preferiblemente de 200 g/D o mayor. Cuando la firmeza mecánica de la fibra es también pobre, no se presenta un efecto suficiente como el refuerzo. El más preferible, mayor tenacidad y módulo inicial. A pesar de que la firmeza y el módulo inicial no tienen límites superiores

particulares, la tenacidad de la fibra es de 30 g/D o menor, y el módulo inicial es de 500 d/D o menor.

La circularidad seccional de la fibra a base de APV es de 57% o menor, preferiblemente 55% o menor, más
5 preferiblemente 50% o menor y más preferiblemente 45% o menor. Cuando la circularidad seccional es excesivamente mayor, las propiedades de refuerzo no son presentadas suficientemente, debido a que la adhesividad reducida a la matriz y a la procesabilidad en el hilado, entretejido,
10 etc., se deteriora debido a que se incrementa la rigidez. En vista de las propiedades mecánicas, la circularidad seccional es preferiblemente 20% o mayor y más preferiblemente 25% o mayor.

La fineza de la fibra a base de APV no está
15 particularmente limitada, y las fibras tienen una fineza de fibra individual de 0.1 a 1,000 D, preferiblemente de 0.1 a 100 D se prefieren usar.

La presente invención se caracteriza en la producción de fibras a base de APV, que tienen excelentes
20 propiedades, eficientemente a bajo costo. Para alcanzar estas características, es necesario que las fibras a base de APV tengan estructuras de centro superficial. Puesto que un método de producción incapaz de formar una estructura de centro superficial, requiere un aparato a
25 gran escala y operaciones complicadas, el objeto de la presente invención no puede ser alcanzado en tal método. La estructura de centro superficial hace a las fibras resistentes a la adhesión y proporciona fibras de alta calidad que tienen excelente dispersabilidad en agua. La

adhesión de las fibras reduce la calidad aparente y previene a las fibras a base de APV de ser uniformemente dispersadas en agua cuando se agregan a un soporte o materiales hidráulicos como refuerzos.

5 En la presente invención, en la sección transversal de una fibra a base de APV bajo el microscópio óptico, una porción periférica exterior brillante, es referida como la porción superficial y una porción central relativamente oscura es referida como la porción centro.

10 EN otras palabras, una fibra que tiene porciones brillantes y oscuras en la sección transversal cuando se observa bajo el microscópio óptico, es una fibra estructurada de un centro superficial. La fibra estructurada de centro superficial, tiene una densidad

15 tan baja como 1.28 g/cm^3 o inferior y tan baja como 1.27 g/cm^3 o inferior, en un caso particular, mientras la densidad de una fibra que no tiene una estructura de centro superficial es de aproximadamente 1.30 g/cm^3 o superior. Por lo tanto, la presencia de una estructura de

20 centro superficial, puede ser juzgada también a partir de la densidad de la fibra.

El método de producción de las fibras a base de APV de la presente invención no está particularmente limitado, y las fibras a base de APV pueden ser eficientemente

25 producidas por métodos conocidos de hilado en húmedo, usando aparatos conocidos a bajo costo. Un método preferido para la producción de fibras a base de APV de la presente invención, será descrito posteriormente en detalle.

Además de APV, cualquier polímero a base de APV puede ser usado para la producción de las fibras a base de APV de la presente invención. Por ejemplo, los polímeros a base de APV que tienen una cadena principal y cadenas laterales modificadas con un monómero en lugar de un alcohol polivinílico o un polímero del mismo, o polímeros a base de APV que contiene otro monómero de vilino tal como etileno, ácido itacónico, ácido acrílico y ésteres acrílicos, son también usables. El contenido del comonómero en el polímero a base de APV es preferiblemente 20% por mol o menos, debido a que la resistencia a la ebullición del agua es buena. Los polímeros a base de APV que tienen porciones sindiotácticas en la misma cadena principal, pueden también ser usados.

El promedio del grado de polimerización de APV y los polímeros a base de APV (aquí posteriormente referidos simplemente como "polímero PVA") es preferiblemente de 4,000 o menos y más preferiblemente de 3,000 o menos, en vista de la facilidad de manipulación de la solución de hilado y el costo de producción, y preferiblemente 500 o más, en vista de la firmeza de la fibra y la resistencia al agua caliente. El grado de saponificación es preferiblemente 96 mol % o más, y más preferiblemente 99 a 100% en vista de la resistencia al agua caliente y las propiedades mecánicas.

El polímero de APV se disuelve en un solvente adecuado para preparar una solución de hilado. Se puede usar como el solvente, el agua o un solvente orgánico tal

como dimetilsulfóxido. El agua es preferible en vista de los costos de producción y fáciles operaciones. A pesar que dependiendo del grado de polimerización del polímero, la concentración del polímero de APV en la solución del
5 hilado es preferiblemente 5 a 40% en peso, y más preferiblemente de 10 a 30 % en peso. Puesto que las fibras de alta tenacidad están propuestas en la presente invención, son preferibles bajas concentraciones debido a que las cadenas moleculares del polímero son menos
10 enredadas y la fibra resultante puede ser extraída a una proporción de extracción superior. Sin embargo, una concentración excesivamente menor del polímero de APV resulta en una productividad pobre y fineza desigual de las fibras individuales (denier diferente). Por lo tanto,
15 la concentración deberá ser adecuadamente ajustada.

Otros aditivos pueden ser agregados también a la solución de hilado, cuando sea necesario. Por ejemplo, uno o más activadores de la superficie diferentes o sustancias inorgánicas, pueden ser agregadas a la
20 solución de hilado para extender el tiempo de vida de un hilado perdurable o asegurar la extracción estable. La adición de cantidad es preferiblemente 20% en peso o menos y más preferiblemente de 0.1 a 5% en peso para evitar la producción de fibras de coagulación de
25 deshidratación defectuosa. Cualquiera de los activadores de la superficie no iónicos, activadores de la superficie aniónicos, activadores de la superficie catiónicos y activadores anfotéricos, pueden ser usados. A pesar de que dos o más activadores de la superficie

diferentes, pueden ser usados en combinación, una combinación que forma precipitados da como una combinación de un activador de la superficie aniónico y un activador de la superficie catiónico, deberá evitarse.

- 5 Son preferiblemente usados los activadores de la superficie no iónicos.

La adición de ácido bórico o sales del mismo a la solución de hilado es tolerable en la prevención tan lejos como la adición no afecte adversamente la formación de una estructura de centro superficial. Sin embargo, una cantidad de adición incrementada no es preferible en vista del mejoramiento de la dispersabilidad del agua y la prevención de adhesividad de las fibras a causa de que la formación de la estructura de centro superficial llega a dificultarse con el incremento en la adición de la cantidad. Además, la circularidad de sección transversal llega a ser mayor. Por lo tanto, la adición de cantidad total de ácido bórico y sales del mismo, es preferiblemente 0.2% en peso o menos, más preferiblemente 0.1% en peso o menos, todavía más preferiblemente de 0.01% en peso o menos, en base a la solución de hilado, y más preferiblemente, substancialmente cero. El contenido total del ácido bórico y sus sales, que permanece en las fibras, es preferiblemente 0.4% en peso o menos, más preferiblemente 0.3% en peso o menos, y todavía más preferible de 0.15% en peso o menos, basado en el APV, y más preferiblemente substancialmente cero. Debido a la coagulación de deshidratación en el baño de coagulación, la concentración de ácido bórico o sales del mismo en la

solución de hilado usualmente no es la misma que la concentración en las fibras de APV.

La solución de hilado se hila en las fibras por el método de hilado en húmedo o el método de hilado húmedo en seco. El método de hilado húmedo en seco es un método de hilado, en donde la solución de hilado se hila en un baño de coagulación a través de una abertura de aire llenada con aire o un gas inerte formado entre una boquilla de hilado y el baño de coagulación.

La solución de coagulación no está particularmente limitada tan amplia como sea capaz de coagular la solución de hilado. En vista de la operabilidad y costos, una solución de coagulación que comprende agua como el solvente, es preferible.

Específicamente, una solución acuosa que disuelve una sal deshidratante, tal como sulfato de sodio (mirabilita), sulfato de amonio (punto de fusión: 513°C) y carbonato de sodio (punto de fusión: 852°C) se usa. La concentración de la solución acuosa puede ser 100 g/litro a la saturación y un cierre de concentración a saturación es preferible, debido a la capacidad incrementada de la coagulación de deshidratación. Más preferiblemente, una solución acuosa saturada se usa como el baño de coagulación, en vista de la operabilidad y costos. Cuando se usa el baño de coagulación anterior, las fibras que tienen una sección transversal altamente plana, con una forma similar a un capullo, se obtiene mediante de coagulación de deshidratación. Tales fibras tienen una circularidad seccional de 55% o menos, y presentan

excelentes propiedades tales como una alta adhesividad a la matriz. La temperatura del baño de coagulación es preferiblemente 20 a 70°C y más preferiblemente 30 a 50°C.

La solución de hilado sometida a extrusión a partir de una hilera dentro de un baño de coagulación se deshidrata y se coagula para formar el hilado. Durante la coagulación de deshidratación, se forma la estructura de centro superficial y las fibras así producidas tiene una sección transversal altamente modificada. Tales fibras presentan efectos excelentes particularmente como refuerzos, debido a su buena adhesividad a la matriz y alta flexibilidad.

El hilado tomado del baño de coagulación se elabora en fibras a base de APV al menos, a través de la etapa de secado y la etapa de extracción. El hilado tomado del baño de coagulación es sometido preferiblemente a una rodillo de extracción de 1 a 4 veces, para estabilizar la forma de hilado antes o después del lavado descrito anteriormente. Mediante el rodillo de extracción antes del lavado, la expansión y adhesividad de las fibras se previene efectivamente durante y después del lavado subsecuente, debido a la orientación superior de las fibras y la sal inorgánica puede ser removida efectivamente en un tiempo corto por el uso de un líquido de lavado con una concentración inferior. Las fibras pueden ser extraídas en húmedo después del lavado o extraídas en seco en etapas múltiples, antes y después del lavado.

Es preferible que el contenido de sal inorgánica de

las fibras que están entrando en la etapa de secado se reduzca a 1 a 20% en peso mediante la interposición de una etapa de lavado de las fibras después de tomarlas del baño de coagulación y antes de entrar en la etapa de

5 secado.

Como un resultado de un estudio extenso en la cantidad de la sal inorgánica y la capacidad de extracción de las fibras secas, los inventores han encontrado que el mejoramiento de la capacidad de

10 extracción, denominado, el incremento de las propiedades mecánicas de la fibra a base de APV no está gobernado o dirigido por la estructura uniforme de la sección transversal, sino ampliamente influenciado por la sal inorgánica que permanece en y dentro del hilado en la

15 etapa de extracción. En otras palabras, mientras la estructura de centro superficial observada en la sección transversal de las fibras significa la uniformidad de las fibras, la disminución significativa en la capacidad de extracción involucrada en los métodos conocidos, se ha

20 encontrado por ser atribuible a una gran cantidad de sales inorgánicas unidas a las fibras. Así, los inventores han alcanzado el conocimiento de que la capacidad de extracción de las fibras estructuradas de centro superficial está remarcadamente mejorada mediante

25 el control de la cantidad de las sales inorgánicas unidas a las fibras.

De manera general, el hilado se seca con las sales inorgánicas que permanecen en o dentro del hilado, de esta manera se facilita la eliminación en la etapa de

17

secado por la reducción en el avance del contenido de agua en el hilado que entra dentro de la etapa de secado y previene las fibras individuales de la adhesividad a cada una de las otras, debido a su superficie expandida o disuelta, causada por el agua vaporizada a partir del interior de las fibras. Puesto que el hilado húmedo antes del secado contiene agua en una cantidad de una mitad o más, de su peso, el contenido de agua deberá disminuir en la etapa de secado hasta 0.1% en peso o menos, basado en el APV. Cuando el secado es insuficiente y el contenido del agua es mayor, el rompimiento y la formación de espumas son similares a las que ocurren en la etapa de extracción de secado con calor, haciendo a la extracción a una proporción de extracción superior, imposible, con ello hace a las propiedades mecánicas de las fibras, pobres.

En particular, la extracción eficiente y uniforme llega a dificultarse con el incremento en el denier de la fibra individual y el grado de colección denier total) de las fibras. Por lo tanto, llega a ser más importante ajustar el contenido de agua dentro de un rango adecuado, y prevenir la adhesividad de las fibras. Por ejemplo, en el hilado en húmedo, el cual es en general un método para producir fibras o hebras principales de APV, el denier total es usualmente colocado a 100,000 D o más, para incrementar la productividad. En este método, la estopa es altamente requerida por tener una dimensión exacta en amplitud y grosor y por estar libre de irregularidades también en la dirección longitudinal. Al mismo tiempo,

particularmente importante es una deshidratación suficiente de la estopa por las sales inorgánicas y la prevención de la adhesividad de las fibras en la estopa calentada, ocasionada por el agua. La adhesividad de las fibras deteriora la calidad de apariencia y las propiedades mecánicas de las fibras, y reduce significativamente la dispersabilidad cuando se cortan las fibras de 1 a 10 mm larg, agregadas como el refuerzo a una matriz, tal como mortero, caucho y plásticos. También en la fabricación del papel, la dispersabilidad del agua de las fibras llega a ser pobre, con ello carente para producir un papel que tenga textura y propiedades mecánicas excelentes.

Por las razones anteriores, en los métodos conocidos, las fibras de APV son generalmente secadas con sales inorgánicas que permanecen unidas a estas en una cantidad de 25% en peso o más, basado en el APV.

Sin embargo, la sal inorgánica misma, es estable contra el calentamiento y generalmente permanece en el estado sólido en el rango de temperatura de 200 a 240°C, es decir, el rango de temperatura de extracción o contracción general de las fibras a base de APV. Por ejemplo, la mirabilita (sulfato de sodio decahidratado), el cual es ampliamente usado debido a su alta capacidad de coagulación de deshidratación y facilidad de manipulación, cambia a una sal cristalina hidratada mediante el secado a 40°C o superior, gradualmente libera agua con incremento de temperatura y finalmente llegan a ser cristales ortorhómbicos incoloros que tiene el punto

de fusión de 884°C. La mirabilita anhidra está presente como cristal sólido en la etapa de extracción y cubre la superficie de las fibras individuales para adherir firmemente las fibras individuales. Por lo tanto, se considera que la mirabilita afecta adversamente la conducta descendente de las fibras a base de APV, no solamente mediante la absorción de la energía de calentamiento durante la etapa de extracción, sino también mediante la elaboración de la fuerza de extracción indistintamente aplicada al hilado. En particular, cuando el hilado se extrae a temperaturas cercanas al punto de fusión del mismo en un horno de extracción, es altamente probable que la mirabilita dura se una a la superficie de las fibras raspadas de superficie altamente ablandada, de las fibras adyacentes. Puesto que la fuerza de extracción está concentrada en el raspado así formado, es altamente probable que las fibras se quiebren aún a una proporción de extracción menor. Así, la mirabilita es considerada por afectar la conducta descendente a una gran extensión.

Como un resultado de un estudio extenso por los inventores, se ha encontrado que la capacidad de extracción de las fibras está adversamente afectada por la presencia de sales inorgánicas a pesar de que las fibras, deberán secarse con las sales inorgánicas permanentes en esas, para prevenir la adhesividad de las fibras y alcanzar el secado eficiente. Se ha encontrado también, que, mediante la eliminación selectivamente de la sal inorgánica en la superficie de las fibras la

adhesividad de las fibras es efectivamente prevenida y simultáneamente, la capacidad de extracción de las fibras está remarcablemente mejorada sin perder la forma seccional, la cual imparte a las fibras, excelente adhesividad a la matriz y flexibilidad.

Se considera generalmente que la eliminación de la sal inorgánica en la superficie de las fibras promueve la adhesividad de las fibras. Sin embargo, puesto que parte de la sal inorgánica dentro de las fibras húmedas se mueve a la superficie de la misma en la etapa de secado mientras el agua acompañante, la adhesividad de las fibras en la etapa de secado se previene efectivamente aún cuando la sal inorgánica en la superficie de la fibra se elimina completamente en la etapa de lavado. En la etapa de lavado, es preferido remover 75 a 95% en peso de la sal inorgánica presente en la superficie de las fibras, y entre las fibras individuales (puede referirse simplemente como "una sal inorgánica en la superficie de las fibras") y 0 hasta 70% en peso de la sal inorgánica dentro de las fibras. Mediante la remoción de la sal inorgánica en las proporciones anteriores, el efecto de la presente invención puede ser efectivamente obtenido. La proporción de remoción es más preferiblemente 80% en peso o más para la sal inorgánica en la superficie de las fibras y 20 hasta 60% en peso para la sal inorgánica dentro de las fibras.

La etapa de lavado se realiza preferiblemente mediante el lavado de las fibras con un líquido de lavado tal como agua y alcohol, y más preferiblemente mediante

las fibras de goteo dentro del líquido de lavado. El tiempo de lavado es preferiblemente aproximadamente 1 hasta 60 segundos y más preferiblemente de aproximadamente 3 a 15 segundos, en vista de la
5 prevención de la expansión de las fibras.

A pesar de que el líquido de lavado usado en la etapa de lavado no está particularmente limitado, agua o una solución acuosa diluta de sal inorgánica, particularmente una solución acuosa diluta de la sal
10 inorgánica es preferible en vista del costo y remoción efectiva de la sal inorgánica en la superficie de las fibras sin deteriorar las propiedades de las fibras. Normalmente, la sal inorgánica para usarse en el baño de coagulación, puede ser usado como la sal inorgánica para
15 el líquido de lavado. Cuando el mismo líquido de lavado es continuamente y repetidamente usado por un largo tiempo, la concentración de la sal inorgánica se llega a incrementar. Por lo tanto, la concentración de la sal inorgánica se mantiene preferiblemente a un nivel
20 propuesto o inferior mediante el reemplazo adecuadamente del líquido de lavado con uno reciente. La concentración de la sal inorgánica, si se usa, en el líquido de lavado acuoso, es preferiblemente 10 hasta 200 g/litro. La concentración de la sal inorgánica es más preferiblemente
25 50 g/litro o menos para prevenir la adhesividad de las fibras. El líquido de lavado puede contener otro aditivo tan largo como el efecto de la presente invención no se afecte adversamente. A pesar de que no se limita particularmente, la temperatura del líquido de lavado es

preferiblemente 10 hasta 85°C y más preferiblemente 20 hasta 70°C, para prevenir la adhesividad de las fibras

En la etapa de lavado, el hilado es lavado preferiblemente bajo tensión, mientras se mantiene la
5 tensión constante para remover selectivamente la sal inorgánica en la superficie de las fibras y más efectivamente prevenir la expansión de las fibras. El hilado puede ser expuesto a vibración ultrasónica en un baño de lavado o moverse hacia arriba y hacia abajo en un
10 baño de lavado para acelerar la eliminación selectiva de la sal inorgánica en la superficie de las fibras.

Las condiciones de lavado para remover substancialmente completa la sal inorgánica, generalmente varían dependiendo de la fineza y el denier total de la
15 estopa. Sin embargo, en la presente invención, las condiciones son menos afectadas por la fineza de la estopa. Esto es debido a que, en la presente invención, puesto que el objeto puede ser alcanzado mediante la remoción selectivamente de la sal inorgánica en la
20 superficie de las fibras, la eliminación de la sal inorgánica en la superficie de las fibras y una cantidad adecuada de la sal inorgánica dentro de las fibras son suficientes.

Por lo tanto, cuando la productividad se toma en
25 consideración, la extensión de la fineza de la estopa, la más eficiente es la etapa de lavado. Por ejemplo, una estopa de 10,000 D o mayor, más preferiblemente 100,000 hasta 50,000 D o mayor, es ventajosa en vista de la productividad. En el lavado una estopa que tiene tal

23

amplia fineza, la eficiencia de remoción de la sal inorgánica es preferiblemente incrementada por el aumento de la amplitud y reducción del espesor de la estopa.

Específicamente, el grosor de la estopa a ser lavada es preferiblemente 3 mm o menor y más preferiblemente 2 mm o menor. Con un espesor o grosor dentro del rango anterior, diferente del lavado en las direcciones de amplitud y longitudinales se minimiza, y la eliminación uniforme de la sal inorgánica como se propone puede ser alcanzada. En la presente invención, una estopa que tiene un denier total de aproximadamente 10,000 hasta 2,000,000 D y particularmente 100,000 hasta 1,500,000 D, después de la extracción por calor en seco, se produce efectivamente.

El contenido de sal inorgánica del hilado a ser introducido en la etapa de secado, es preferiblemente 1% en peso o más, más preferiblemente 2% en peso o más, todavía más preferiblemente 3% en peso o más, y más preferiblemente 5% o más, basado en el peso de APV en vista de la eficiencia de secado y prevención de adhesividad de las fibras. Cuando el contenido de sal inorgánica es también pequeño, la eficiencia de secado en la etapa de secado es pobre y las fibras tienden a adherirse juntas. Cuando la temperatura del líquido de lavado es constante, el mayor contenido de sal inorgánica, la menor cantidad de agua la cual se introduce en el hilado dentro de la etapa de secado. Cuando se usa mirabilita como la sal inorgánica y se asume que el contenido de agua del hilado a ser introducido dentro de la etapa de secado sin lavado es 100 basado en APV, el

contenido de agua es aproximadamente 150 hasta 200 a un contenido de sal inorgánica de 15% en peso/APV y aproximadamente 250 a un contenido de sal inorgánica de 10% en peso/APV. Cuando el contenido de la sal inorgánica es de 5% en peso/APV o menos, el contenido de agua alcanza 300 o más y se incrementa algo más. Por lo tanto, en consideración solamente para facilitar la eliminación del agua en el hilado, el mayor contenido de sal inorgánica, es el más preferible.

10 Sin embargo, en consideración de la capacidad de extracción, el contenido de sal inorgánica es preferiblemente 20% en peso o más y más preferiblemente 14% en peso o menos, basado en APV. Un contenido excesivamente grande no puede mejorar suficientemente la
15 capacidad de extracción.

Lo más preferido en la presente invención, es remover selectivamente, la sal inorgánica en la superficie de las fibras mediante el lavado y retener una cantidad adecuada de la sal inorgánica dentro de las
20 fibras no removidas.

El contenido de sal inorgánica en la superficie de las fibras a ser introducidas dentro de la etapa de secado es preferiblemente 7% en peso o menos, y más preferiblemente 5% en peso o menos, y el menor contenido, el más preferible para mejorar la capacidad de extracción.
25 De otro modo, el contenido de sal inorgánica dentro de la fibra es preferiblemente 1% en peso/APV o más, y más preferiblemente 5% en peso/APV o más, en vista de la prevención de adhesividad de las fibras y la eficiencia

del secado, y preferiblemente m% en peso o menos y más preferiblemente 10% en peso o menos para mejorar la capacidad de extracción, en donde "m" representa el contenido de sal inorgánica (% en peso/APV) dentro de las
5 fibras antes del lavado y es generalmente de aproximadamente 20% en peso/APV o más. Cuando el contenido de sal inorgánica dentro de la fibra es menos que 1% en peso, la estructura de centro superficial en la sección transversal de la fibra a base de APV seca,
10 gradualmente no llega a aclararse. Cuando la sal inorgánica es mirabilita, la estructura de centro superficial tiende a desaparecer a un contenido de sal inorgánica de aproximadamente 0.3% en peso o menos. Tales fibras que no tienen centro superficial son parecidas a
15 la adhesión a cada una de las otras debido a la eliminación excesiva de la sal inorgánica, con ello, se deteriora la calidad aparente y la dispersabilidad del agua de las fibras. Sin embargo, tales fibras no son ventajosas con respecto al costo y operabilidad y el
20 efecto ventajoso de la presente invención no se puede obtener.

La cantidad de agua que se introduce dentro de la etapa de secado es efectivamente reducida mediante la extracción en húmedo por calor del hilado, en un baño de
25 alta temperatura a una proporción de extracción de 1.0 hasta 4.0 a 50 hasta 90°C, después del lavado para la eliminación de la sal inorgánica. La extracción en húmedo por calor en un baño de alta temperatura, acelera la coagulación de deshidratación del hilado, para reducir el

contenido de agua. Además, puesto que el hilado a ser introducido dentro de las etapas de secado subsecuentes obtenidas durante la extracción en húmeda por calor, el calor latente requerido para el secado, el hilado se calienta rápidamente en un aparato de secado para facilitar el secado.

Cuando la concentración de la sal inorgánica del baño para la extracción húmeda por calor es alta, la sal se une al hilado nuevamente. Por lo tanto, la concentración deberá ser menor que aquella del baño de coagulación. Considerando solamente prevenir la unión de la sal, la más baja concentración de sal inorgánica del baño para la extracción en húmedo por calor, es la más preferible. Sin embargo, para promover además la coagulación deshidratante del hilado, el baño para la extracción en húmedo por calor preferiblemente tiene una concentración similar a aquella del baño de coagulación, más preferiblemente una concentración de 10g/litro o más. La sal inorgánica usable dentro del baño para la extracción en húmedo por calor, es la misma como aquella para el baño de coagulación.

Más preferiblemente, la concentración de sal inorgánica del baño para la extracción en húmedo por calor se ajusta a un nivel determinado por la fórmula:

$$A / (A + B) \times 100\%$$

en donde A es la cantidad (parte en peso) de sal inorgánica y B es la cantidad (partes en peso) de agua en el hilado a ser introducido dentro de la etapa de extracción en húmedo por calor. Mediante el ajuste del contenido de sal inorgánica dentro del hilado antes de la

extracción en húmedo por calor y el contenido de la sal inorgánica del baño para la extracción en húmedo por calor a aproximadamente el mismo nivel, la sal inorgánica es efectivamente prevenida de unión al hilado en el baño, y del procedimiento de eliminación de solo la sal inorgánica. La concentración de sal inorgánica del baño es preferiblemente aproximadamente 50 hasta 150 g/litro cuando el contenido de sal inorgánica del hilado a entrar en la etapa de secado es de 10% en peso/APV y 20 a 80 g/litro cuando el contenido de la sal inorgánica es de 5% en peso/APV. Sin embargo, la concentración puede ser adecuadamente determinada, dependiendo de la proporción de extracción, el contenido de agua y el baño de temperatura.

A pesar de la más alta temperatura del baño para la extracción en húmedo por calor, es la más preferible, para realizar la deshidratación, la temperatura es preferiblemente 50 a 90°C, y más preferiblemente de 60 a 80°C en vista de la prevención de la expansión, disolución y rompimiento del hilado. Sin embargo, se prefiere seleccionar adecuadamente la temperatura mediante la consideración de otras condiciones tal como el contenido de sal inorgánica en y dentro del hilado. En general, la temperatura adecuada llega a ser más baja con la disminución del contenido de sal inorgánica en el hilado.

Mediante la incorporación de la etapa de extracción en húmedo por calor después de la etapa de lavado para la remoción de la sal, la cantidad de agua que es

introducida por el hilado en la etapa de secado disminuye adicionalmente, con ello disminuye drásticamente la carga de secado.

En la presente invención, a pesar de que la
5 adhesividad de las fibras se previene efectivamente sin usar aceite, el hilado puede ser cubierto con aceite después de la etapa de lavado para prevenir más efectivamente, la adhesividad de las fibras, si se desea. El revestimiento del aceite puede ser efectuado mediante
10 métodos conocidos tal como un método de inmersión del hilado dentro del baño de aceite y un método de arrastre del hilado en contacto con una superficie de rodillo revestida de aceite. Los aceites preferidos son aquellos que muestran buena adhesividad a las fibras a base de APV,
15 qu no solidifican a la temperatura de secado (100 a 150°C) y no incrementan el coeficiente de fricción entre las fibras a base de APV. Por ejemplo, los aceite parafínicos y los aceites de silicona son usados preferiblemente. Puesto que una porción de sal inorgánica
20 dentro de las fibras del hilado húmedo se mueve a la superficie de la fibra junto con agua durante la eliminación del agua en la etapa de secado, la adhesividad de las fibras durante la etapa de secado se previene efectivamente aún cuando la sal inorgánica en la
25 superficie de las fibras es substancialmente completamente removida en la etapa de lavado..

Puesto que las propiedades tal como la dispersabilidad del agua de las fibras cortadas son responsables de ser deterioradas por el uso de aceite, la

cantidad cubierta de aceite es preferiblemente 1.2% en peso/APV o menos, más preferiblemente 0.8% en peso/APV o menos, y más preferiblemente 0 hasta 0.5% en peso/APV. En la presente invención, la adhesividad de las fibras se
5 previene mediante la sal inorgánica presente dentro de las fibras. Por lo tanto, las fibras de alta realización, específicamente las fibras que presenten una dispersabilidad de agua de grado A hasta grado y, en particular, fibras de grado A, se obtienen aún cuando el
10 uso del aceite es substancialmente evitado. Los grados de dispersabilidad de agua son determinados mediante el método como se describirá en los Ejemplos.

El hilado húmedo es entonces secado preferiblemente a aproximadamente 80°C hasta 150°C, más preferiblemente
15 a aproximadamente 100 hasta 140°C. Después del secado, el hilado es extraído y curado.

En vista de la prevención de la adhesividad de las fibras y la eficiencia del secado, el contenido del agua del hilado a ser introducido en la etapa de secado es
20 preferiblemente aproximadamente 80 hasta 300% en peso/APV, más preferiblemente 90 hasta 200% en peso/APV, y más preferiblemente 100 hasta 150% en peso/APV.

El hilado es extraído después del secado para producir fibras a base de APV que tienen excelentes
25 propiedades mecánicas. El método para la extracción no está particularmente limitado, y el hilado puede ser extraído por un método usado de manera general. Preferiblemente, la extracción se hace mediante extracción en húmedo por calor de 200 hasta 240°C. La

proporción de extracción total es 10 veces o mayor, más preferiblemente 11 veces o mayor y más preferiblemente 12 veces o mayor. En la presente invención, la proporción de extracción máxima al rompimiento alcanzada es 14 veces o mayor, preferiblemente 15 veces o mayor y más preferiblemente 16 veces o mayor. Por lo tanto, el hilado puede ser extraído a una proporción de extracción alta. A pesar de que la proporción de extracción puede ser disminuida tan amplia como las fibras no se rompan, la proporción de extracción es expuesta generalmente a 30 veces o menor.

El hilado después de la extracción puede ser sometido a un tratamiento de calor, un tratamiento de contracción, un tratamiento de revestimiento con aceite y un tratamiento de acetalización sin ocasionar alguna desventaja. Puesto que el curado del hilado contiene la sal inorgánica, es preferido reducir el contenido de sal inorgánica de 0 hasta 0.01%/APV en peso por el re-lavado del hilado después de la extracción. Puesto que las fibras después de la extracción son altamente orientadas y cristalizadas, la expansión duramente ocurre cuando la sal inorgánica es substancialmente completamente removida mediante el lavado con agua y el secado puede ser realizado fácilmente.

El lavado después de la extracción en húmedo por calor es preferiblemente conducido mediante el uso de agua, por ejemplo, mediante la inmersión del hilado dentro del agua de 10 hasta 80°C por 20 a 60 minutos, debido a que el lavado es elaborado eficientemente y las

propiedades de las fibras no se deterioran. La etapa de secado subsecuente se realiza preferiblemente a aproximadamente 50°C hasta 160°C mediante el alcance de la temperatura de la misma etapa.

5 Puesto que las fibras a base de APV obtenidas en la presente invención tiene una alta tenacidad, un módulo alto y una sección transversal modificada, y muestran excelente dispersabilidad del agua debido a su alta resistencia a la adhesividad. Por lo tanto, las fibras a
10 base de APV pueden ser usadas en varias formas tal como fibras de corte, filamentos, hilados en vueltas, cuerdas, entrelazados, telas tejidas, telas no tejidas, y telas tejidas a punto de aguja, con o sin la combinación de otras fibras. Puesto que las fibras a base de APV de la
15 presente invención presentan excelente dispersabiliad del agua, un poste preparado mediante el uso de fibras a base de APV es excelente en dispersión uniforme y el papel elaborado de las mismas tiene textura excelente.

 Las fibras a base de APV de la presente invención no
20 están particularmente limitadas en su aplicación, y pueden ser usadas en varias aplicaciones tal como aplicaciones de vestidos, aplicaciones médicas y aplicaciones industriales. Por ejemplo, las fibras a base de APV pueden ser usadas ampliamente como separadores
25 para baterías, limpiadores, sogas, terminados de redes, y lonas de peso ligero. En particular, las fibras a base de APV son ventajosamente usadas como refuerzos para cemento, goma y resinas, más particularmente como refuerzos para materiales hidráulicos tales como mortero y concreto. Los

32

efectos particularmente excelentes se obtienen cuando las fibras a base de APV son usadas en la forma de fibras de corte que tienen, por ejemplo, una fineza de fibra individual de 0.1 hasta 1,000 D, preferiblemente, 0.1 hasta 100 D y una longitud de fibra de 1 hasta 100 mm. Un artículo endurecido se puede obtener a partir de una mezcla de un material hidráulico, refuerzos elaborados de las fibras de la presente invención, agua y, si se desea, varios aditivos en las formas conocidas.

De conformidad con la presente invención las fibras a base de APV que tienen una alta tenacidad, un alto módulo y una alta resistencia a la adhesividad de la fibra y presentan excelente dispersabilidad del agua, son producidas usando un aparato compacto a bajo costo. Las fibras de la presente invención pueden ser usadas en varias aplicaciones. En particular, los efectos remarcablemente excelentes se obtienen cuando las fibras son usadas como refuerzos, particularmente como refuerzos para materiales hidráulicos.

La presente invención se describirá más específicamente con referencia a los ejemplos posteriores. Sin embargo, se deberá notar que el ámbito de la presente invención no está propuesto para ser limitado a esta.

Las propiedades de las fibras referidas en los siguientes ejemplos se determinaron como se describe posteriormente.

[Tenacidad (g/D) y Módulo Inicial (g/D) de la fibra individual]

Las fibras individuales, las cuales están condicionadas por la humedad en avance, se montaron en un papel de tal forma que se tienen 10 cm de longitud de ensayo y se dejan permanecer a 25°C bajo 60% de humedad relativa por 24 horas o más. La tenacidad y el módulo inicial de la fibra se midió de conformidad con JIS L 1015 usando un ensayador tensil o de tensión (Instron 1122), y expresado por los valores promedio de 10 o más mediciones.

10 El denier (D) se midió en las fibras individuales cortadas a 90 cm de largo bajo una carga de 1/20 g/D y expresadas por el valor promedio de 10 o más mediciones mediante un método gravimétrico. El ensayo tensil o de tensión se realizó en las fibras individuales usadas en el denier de medición, y la tenacidad y módulo inicial de 15 cada una de las fibras individuales se calculó basado en el denier correspondiente.

Cuando la longitud de la fibra fue también corta para obtener un ensayo de longitud de 10 cm, la medición 20 se hizo de la misma manera como anteriormente, con la longitud máxima de la fibra como la longitud de ensayo. Cuando las muestras de fibras se cortaron a una longitud de varios milímetros, las fibras individuales cortadas, las cuales están condicionadas por la humedad en avance, 25 se montaron en papel, para así tener 1 mm de longitud de ensayo y se dejó permanecer en la atmósfera a 25°C y 60% de humedad relativa por 12 horas o más. La fuerza de rompimiento al quiebre, se midió usando un ensayador tensil o de tensión (Instron 1122) a una proporción de

estrés de 0.5 mm/min, y expresada por el valor promedio de 20 o más mediciones.

El denier de las muestras de fibras se determinó mediante la comparación de sus áreas seccionales con aquellas de las fibras anteriores que tienen denier conocido medido por el método gravimétrico.

Específicamente, una muestra de fibra se cortó por una hoja de afeitar y su sección transversal se comparó con aquella de la fibra de referencia que tiene un denier conocido en fotomicrografos tomados bajo microscópio óptico a magnificación de aproximadamente 500. El denier de la muestra de fibra se calculó a partir de la proporción de área seccional de la fibra de muestra y la fibra de referencia que tiene el denier conocido.

[Circularidad seccional (%)]

Las fibras colectadas se cortaron y una fotografía magnificada de la sección transversal se tomó bajo el microscópio óptico. Después de la magnificación de la fotografía adicional, de manera tal que se midieron, la imagen magnificada de una fibra individual, que tiene un área seccional de aproximadamente 4 hasta 9 cm², el área seccional F de la fibra individual en la imagen magnificada. Después, un círculo que tiene un diámetro correspondiente a la amplitud máxima B de una sección transversal en la imagen magnificada se extrajo y el área del mismo se midió. La circularidad seccional se calculó a partir de la siguiente ecuación.

$$\text{Circularidad seccional (\%)} = 4F/(\pi \times B^2) \times 100$$

La medición anterior se repitió 20 veces en diferentes secciones transversales de fibras individuales en las mismas fibras colectadas, y la circularidad seccional se expresó por el valor promedio.

5

[Estructura de centro superficial]

La presencia o ausencia de la estructura de centro superficial se juzgó por la observación de las secciones transversales de las fibras bajo microscopio óptico. En la presente invención, una porción brillante a la periferia exterior se refiere como a la porción superficial y una porción oscura al centro se refiere como la porción de centro.

Cuando se dificulta juzgar la presencia de una estructura de centro superficial mediante la observación microscópica, la densidad de la fibra se mide por un gradiente método de tubo de gradiente de densidad. Cuando la densidad fue de 1.30 g/cm³ o mayor, la estructura de centro superficial se consideró estar ausente.

20

[Contenido total de la mirabilita (% en peso/APV)]

Una muestra (hilado después de la etapa de secado) en una cantidad de aproximadamente 2 g se secó en un horno de secado a 105°C por 4 horas para preparar una muestra absolutamente seca. La muestra absolutamente seca se colocó en una porcelana de crisol suficientemente seca que tiene un peso conocido, y la muestra se pesó exactamente para obtener el peso de la muestra (A g). El crisol que contiene la muestra se colocó en un horno

eléctrico a 600°C y se calentó ahí por 20 minutos para
hacer cenizas la muestra. El crisol entonces se tomó del
horno y se dejó permanecer para enfriamiento. A la
muestra hecha cenizas, se le agregó una gota de solución
5 acuosa al 60% de ácido nítrico, usando una varilla de
vidrio. El crisol se colocó entonces en un horno
eléctrico a 500°C y se calentó ahí por 5 minutos para
vaporizar completamente la solución acuosa del ácido
nítrico. La temperatura del horno eléctrico entonces se
10 elevó a 600°C y se mantuvo por 15 minutos para
completamente hacer cenizas la muestra. Después, el
crisol se tomó del horno eléctrico y se enfrió en un
desecador para evitar la absorción de humedad. El crisol
que contiene cenizas se pesó exactamente mediante un
15 balance químico y el peso de la ceniza (B g) se calculó
mediante la substracción del peso del crisol a partir del
peso medido. El contenido total de la mirabilita en el
hilado se calculó a partir de la siguiente ecuación:

20 Contenido total de mirabilita: (% en peso/APV) =
 B / (A-B) x 100.

[Contenido de mirabilita dentro de las fibras (% en
peso/APV), y contenido de la mirabilita en la superficie
de la fibra (% en peso/APV)]

25 Una muestra (hilado después de la etapa de secado)
en una cantidad de aproximadamente 2 g se sumergió en 500
cc de agua a 2°C y se lavó uniformemente por 1 minuto
para lavarse lejos de la mirabilita en la superficie del
hilado y entre las fibras. El hilado así tratado se

sumergió entonces en metanol a temperatura ambiente por aproximadamente 10 segundos para reemplazar el agua en el hilado con metanol. El metanol en el hilado se removió mediante el secado con aire. Entonces, el contenido de mirabilita Z dentro de las fibras, se determinó de la misma manera como se usó para la determinación del contenido total de mirabilita. El contenido de mirabilita Y en la superficie de las fibras (el contenido de mirabilita en la superficie de las fibras y entre las fibras) se calculó mediante la sustracción del contenido de mirabilita Z dentro de las fibras a partir del contenido de mirabilita total obtenido separadamente.

[Proporción de eliminación de mirabilita (% en peso)]

El contenido de mirabilita (a) en la superficie de la fibra, y el contenido de mirabilita (b) dentro de la fibra antes de introducirla en la etapa de lavado, se determinó de la misma manera como anteriormente. La proporción de eliminación de la mirabilita en la superficie y la proporción de eliminación de la mirabilita dentro de la fibra se calculó como sigue:

$$\text{Proporción de eliminación (superficie)} = (a-Y)/a \times 100$$

$$\text{Proporción de eliminación (dentro)} = (b-Z)/b \times 100$$

[Contenido de ácido bórico (% en peso/APV)]

Un crisol que contiene aproximadamente 2 g de fibras, se pesó exactamente para determinar el peso de la muestra (W g). Una cantidad de hidróxido de sodio acuoso 0.1N, se

30

agregó al crisol de manera que la muestra se sumergió ahí. El crisol entonces se colocó en un horno de secado mantenido a 105°C por 12 horas para remover el agua y después calentarlo en un horno eléctrico mantenido a 400 hasta 500°C por 60 minutos. El crisol con este contenido se sumergió en agua destilada en un vaso de laboratorio y se dejó permanecer por 30 a 60 minutos. Después se agregó el indicador fenolftalenina, a la solución resultante, se agregó ácido clorhídrico 0.1 N hasta que la solución cambió de rojo a amarilla, seguida por la ebullición por 30 o 60 minutos.

La solución entonces se enfrió y se ajusto a pH 7 mediante la adición en forma de gota de hidróxido de sodio acuoso y/o ácido sulfúrico. El manitol se agregó a la solución resultante hasta que el pH no disminuyó algo más. La solución fue nuevamente ajustada a pH 7 mediante la adición de 0.1 N de hidróxido de sodio acuoso. A partir de la cantidad (V ml) de hidróxido de sodio requerida, el contenido de ácido bórico se calculó como sigue:

$$\text{Contenido de ácido bórico} = 0.62V/W.$$

[Dispersabilidad del agua]

En un vaso de laboratorio que contiene 500 cc de agua de 25°C, se colocó 0.1 g de las muestras de fibras cortadas a 6 mm de largo. El contenido del vaso de laboratorio se agitó a 500 rpm por 2 minutos, usando una máquina agitadora. Separadamente, un papel filtro que tiene la filtración a un nivel de tipo 5A en JIS P3801,

se colocó en un embudo de 500 cc y se fijó a la parte inferior del embudo mediante el mojado con agua. La dispersión acuosa se vertió en el embudo y se transformó en papel en el papel filtro, mientras se agitaba

5 uniformemente mediante una varilla de vidrio para prevenir desigualdades del papel. El agua se dejó pasar a través del papel filtro con succión del lado inferior del embudo, ahí, mediante la transformación del material fibroso en papel en el papel filtro. El papel resultante
10 con el papel filtro, se tomó del embudo y se secó al aire. La dispersión de las fibras en el papel se evaluó y clasificó dentro de los siguientes cuatro grados, A, B, C y D:

A: Las fibras individuales se dispersaron
15 uniformemente sin substancialmente agregación y uniformemente distribuidas en el papel filtro.

B: Las fibras individuales se agregaron ligeramente y se distribuyeron uniformemente de manera cercana en el papel filtro con ligeras desigualdades.

20 C: Las fibras individuales se agregaron parcialmente y se distribuyeron en el papel filtro con ligeras desigualdades.

D: Las fibras individuales se agregaron con menor dispersión y la distribución en el papel filtro fue
25 desigual.

Cuando el resultado de la evaluación se encontró por estar entre dos grados, por ejemplo, entre A y B, el resultado se expresó como "A hasta B".

40/8

Ejemplo 1

Una solución de hilado se preparó mediante la disolución de APV que tiene un grado de polimerización de viscosidad promedio de 1,700 y un grado de saponificación de 99.9 mol % en agua en una concentración de 16% en peso. La solución de hilado se hiló en húmedo en un baño de coagulación que contiene 420 g/litro de mirabilita a una temperatura de baño de 40°C a través de una hilera que tiene 2,000 huecos. Las fibras tomadas del baño se extrajeron por 2.5 veces entre los rodillos para obtener un hilado que tiene un denier total de aproximadamente 15,800 D (base de APV seco). El hilado entonces se introdujo en un tanque de lavado que contiene agua a 25°C, y la mirabilita en y dentro del hilado se removió mediante la inmersión en agua por aproximadamente 7 segundos bajo tensión. El hilado lavado se extrajo por 1.6 veces entre los rodillos y se secó en un horno de secado a 130°C. El contenido de agua del hilado a ser introducido en la etapa de secado fue de 180% en peso/APV.

El hilado entonces se sometió a extracción húmeda en seco en un horno de extracción de aire caliente a 220°C, de manera que la proporción de extracción total fue 13 veces, y el hilado extraído se curó. La proporción de extracción máxima al rompimiento fue 17 veces la longitud original. El hilado se lavó con agua en un baño de lavado a 50°C por 30 minutos bajo tensión para substancialmente completamente remover la mirabilita. El hilado se secó mediante calentamiento, mientras se alcanzaba la misma etapa de temperatura de 70 a 130°C, con ello, obteniendo

41/20

el hilado que tiene un denier total de 3,600 D. El método de producción anterior se encontró por ser ventajoso debido a la buena operabilidad y bajo costo de producción. La adhesividad de las fibras no se observó, y las fibras mostraron excelentes propiedades. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

Ejemplo 2

Una solución de hilado se preparó mediante la disolución de APV que tiene un grado de polimerización de viscosidad promedio de 1,700 y un grado de saponificación de 99.9 mol % en agua en una concentración de 16% en peso. La solución de hilado se hiló en húmedo en un baño de coagulación que contiene 420 g/litro de mirabilita a una temperatura de baño de 40°C a través de una hilera que tiene 6,000 huecos. Las fibras tomadas del baño se extrajeron por 2.5 veces entre los rodillos para obtener un hilado que tiene un denier total de aproximadamente 47,500 D (base de APV seco). El hilado entonces se introdujo en un tanque de lavado que contiene agua a 25°C, y la mirabilita en y dentro del hilado se removió mediante la inmersión en agua por aproximadamente 7 segundos bajo tensión. El hilado lavado se extrajo por 1.6 veces entre los rodillos y se secó en un horno de secado a 130°C. El contenido de agua del hilado a ser introducido en la etapa de secado fue de 170% en peso/APV.

El hilado entonces se sometió a extracción húmeda en seco en un horno de extracción de aire caliente a 220°C, de manera que la proporción de extracción total fue 12

22/25

veces, y el hilado extraído se curó. La proporción de extracción máxima al rompimiento fue 16.5 veces la longitud original. El hilado se lavó con agua en un baño de lavado a 50°C por 30 minutos bajo tensión para
5 substancialmente completamente remover la mirabilita. El hilado se secó mediante calentamiento, mientras se alcanzaba la misma etapa de temperatura de 70 a 130°C, con ello, obteniendo el hilado que tiene un denier total de 10,800 D. El método de producción anterior se encontró
10 por ser ventajoso debido a la buena operabilidad y bajo costo de producción. La adhesividad de las fibras no se observó, y las fibras mostraron excelentes propiedades. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

15 Ejemplo 3

La solución de hilado preparada en el Ejemplo 1, se hiló en húmedo en un baño de coagulación que contiene 420 g/litro de mirabilita a una temperatura de baño de 40°C a través de una hilera que tiene 2,000 huecos. Las fibras
20 tomadas del baño se extrajeron por 2.5 veces entre los rodillos para obtener un hilado que tiene un denier total de aproximadamente 15,800 D (base de APV seco). El hilado entonces se introdujo en un tanque de lavado que contiene agua a 25°C, y la mirabilita en y dentro del hilado se
25 removi6 mediante la inmersi6n en agua por aproximadamente 30 segundos bajo tensi6n. Despu6s se cubrieron las fibras con aceite en una cantidad de 1% en peso/APV (base s6lida) para prevenir la adhesividad de las fibras mediante el paso del hilado lavados a trav6s de la

solución acuosa que contiene un aceite parafínico, el hilado así tratado, se extrajo por 1.6 veces entre los rodillos y se secó en un horno de secado a 130°C. El contenido de agua del hilado a ser introducido en la etapa de secado fue de 230% en peso/APV.

El hilado entonces se sometió a extracción húmeda en seco en un horno de extracción de aire caliente a 220°C, de manera que la proporción de extracción total fue 13 veces, y el hilado extraído libre de adhesividad de las fibras, se curó. La proporción de extracción máxima al rompimiento fue 17 veces la longitud original. El hilado se lavó con agua en un baño de lavado a 50°C por 30 minutos bajo tensión para substancialmente completamente remover la mirabilita. El hilado se secó mediante calentamiento, mientras se alcanzaba la misma etapa de temperatura de 70 a 130°C, con ello, obteniendo el hilado que tiene un denier total de 3,615 D. El método de producción anterior se encontró por ser ventajoso debido a la buena operabilidad y bajo costo de producción. La adhesividad de las fibras no se observó, y las fibras mostraron excelentes propiedades. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

Ejemplo 4

La solución de hilado preparada en el Ejemplo 1, se hiló en húmedo en un baño de coagulación que contiene 420 g/litro de mirabilita a una temperatura de baño de 40°C a través de una hilera que tiene 2,000 huecos. Las fibras tomadas del baño se extrajeron por 4.0 veces entre

04/25

los rodillos para obtener un hilado que tiene un denier total de aproximadamente 11,700 D (base de APV seco). El hilado entonces se introdujo en un tanque de lavado que contiene agua a 25°C, y la mirabilita en y dentro del
5 hilado se remóvió mediante la inmersión en agua por aproximadamente 7 segundos bajo tensión. El hilado así tratado, se secó en un horno de secado a 130°C. El contenido de agua del hilado a ser introducido en la etapa de secado fue de 160% en peso/APV.

10 El hilado entonces se sometió a extracción húmeda en seco en un horno de extracción de aire caliente a 220°C, de manera que la proporción de extracción total fue 12.5 veces, y el hilado extraído libre de adhesividad de las fibras, se curó. La proporción de extracción máxima al
15 rompimiento fue 16.5 veces la longitud original. El hilado se lavó con agua en un baño de lavado a 50°C por 30 minutos bajo tensión para substancialmente completamente remover la mirabilita. El hilado se secó mediante calentamiento, mientras se alcanzaba la misma
20 etapa de temperatura de 70 a 130°C, con ello, obteniendo el hilado que tiene un denier total de 3,610 D. El método de producción anterior se encontró por ser ventajoso debido a la buena operabilidad y bajo costo de producción. La adhesividad de las fibras no se observó, y las fibras
25 mostraron excelentes propiedades. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

Ejemplo 5

La solución de hilado preparada en el Ejemplo 1, se

45/16

hiló en húmedo en un baño de coagulación que contiene 420 g/litro de mirabilita a una temperatura de baño de 40°C a través de una hilera que tiene 24,000 huecos. Las fibras tomadas del baño se extrajeron por 2.5 veces entre los
5 rodillos para obtener un hilado que tiene un denier total de aproximadamente 240,000 D (base de APV seco). El hilado de 160 mm de amplitud y 2.5 mm de grosor, entonces se introdujo en un tanque de lavado que contiene agua a 25°C, y la mirabilita en y dentro del hilado se
10 removi6 mediante la inmersi6n en agua por aproximadamente 7 segundos bajo tensi6n. El hilado as6 tratado se extrajo por 1.6 veces entre los rodillos y se sec6 en un horno de secado a 150°C. El contenido de agua del hilado a ser introducido en la etapa de secado fue de 160% en peso/APV.
15 El hilado entonces se sometió a extracci6n h6meda en seco en un horno de extracci6n de aire caliente a 220°C, de manera que la proporci6n de extracci6n total fue 12.5 veces, y el hilado se cur6. La proporci6n de extracci6n m6xima al rompimiento fue 16.0 veces la longitud original.
20 El hilado se lav6 con agua en un ba6o de lavado a 50°C por 30 minutos bajo tensi6n para substancialmente completamente remover la mirabilita. El hilado se sec6 mediante calentamiento, mientras se alcanzaba la misma etapa de temperatura de 70 a 140°C, con ello, obteniendo
25 el hilado que tiene un denier total de 48,000 D. El m6todo de producci6n anterior se encontr6 por ser ventajoso debido a la buena operabilidad y bajo costo de producci6n. La adhesividad de las fibras no se observ6, y las fibras mostraron excelentes propiedades. Los

45021

resultados se muestran en la Tabla 1.

Ejemplo 6

La solución de hilado preparada en el Ejemplo 1, se
5 hiló en húmedo en un baño de coagulación que contiene 420
g/litro de mirabilita a una temperatura de baño de 40°C a
través de una hilera que tiene 24,000 huecos. Las fibras
tomadas del baño se extrajeron por 2.5 veces entre los
rodillos para obtener un hilado que tiene un denier total
10 de aproximadamente 240,000 D (base de APV seco). El
hilado de 160 mm de amplitud y 2.5 mm de grosor, entonces
se introdujo en un tanque de lavado que contiene agua a
25°C, y la mirabilita en y dentro del hilado se removió
mediante la inmersión en agua por aproximadamente 7
15 segundos bajo tensión. El hilado así tratado, se sometió
a extracción húmeda en seco por 1.6 veces en un baño de
concentración de mirabilita de 100 g/litro a 75°C y se
secó en un horno de secado a 150°C. El contenido de agua
del hilado a ser introducido en la etapa de secado fue de
20 130% en peso/APV.

El hilado entonces se sometió a extracción húmeda en
seco en un horno de extracción de aire caliente a 220°C,
de manera que el hilado extraído se curó. La proporción
de extracción máxima al rompimiento fue 16.3 veces la
25 longitud original. El hilado se lavó con agua en un baño
de lavado a 50°C por 30 minutos bajo tensión para
substancialmente completamente remover la mirabilita. El
hilado se secó mediante calentamiento, mientras se
alcanzaba la misma etapa de temperatura de 70 a 140°C,

con ello, obteniendo el hilado que tiene un denier total de 48,000 D. Debido al bajo contenido de mirabilita en la superficie en las fibras a ser introducidas en la etapa de secado, se obtuvieron efectos remarcables en la

5 eficiencia del secado y prevención de la adhesividad de las fibras debido a un bajo contenido de agua. El método de producción anterior se encontró por ser ventajoso debido a la buena operabilidad y bajo costo de producción. La adhesividad de las fibras no ocurrió, y las fibras

10 mostraron excelentes propiedades mecánicas, etc. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

Ejemplo 7

La solución de hilado preparada en el Ejemplo 1, se

15 hiló en húmedo en un baño de coagulación que contiene 420 g/litro de mirabilita a una temperatura de baño de 40°C a través de una hilera que tiene 24,000 huecos. Las fibras tomadas del baño se extrajeron por 2.5 veces entre los rodillos para obtener un hilado que tiene un denier total

20 de aproximadamente 240,000 D (base de APV seco). El hilado de 160 mm de amplitud y 2.5 mm de grosor, entonces se introdujo en un tanque de lavado que contiene agua a 25°C, que contiene mirabilita en una concentración de 100 g/litro, y la mirabilita en y dentro del hilado se

25 removi6 mediante la inmersi6n ah6 por aproximadamente 30 segundos bajo tensi6n. El hilado as6 tratado, se sometió a extracci6n h6meda en seco por 1.6 veces en un ba6o de concentraci6n de mirabilita de 100 g/litro a 75°C y se sec6 en un horno de secado a 150°C. El contenido de agua

102

del hilado a ser introducido en la etapa de secado fue de 110% en peso/APV.

El hilado entonces se sometió a extracción húmeda en seco en un horno de extracción de aire caliente a 220°C, de manera que la proporción de extracción total fuera de 12.5 veces y el hilado extraído se enrolló. La proporción de extracción máxima al rompimiento fue 16.1 veces la longitud original. El hilado se lavó con agua en un baño de lavado a 50°C por 30 minutos bajo tensión para substancialmente completamente remover la mirabilita. El hilado se secó mediante calentamiento; mientras se alcanzaba la misma etapa de temperatura de 70 a 140°C, con ello, obteniendo el hilado que tiene un denier total de 48,000 D. A pesar del bajo contenido de mirabilita en la superficie en las fibras a ser introducidas en la etapa de secado, se obtuvieron efectos remarcables en la eficiencia del secado y prevención de la adhesividad de las fibras debido a un bajo contenido de agua. El método de producción anterior se encontró como ventajoso debido a la buena operabilidad y bajo costo de producción. La adhesividad de las fibras no ocurrió, y las fibras mostraron excelentes propiedades mecánicas, etc. Además, puesto que el lavado se realizó en una solución acuosa de la sal inorgánica, la adhesividad de las fibras se previno más efectivamente. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

Ejemplo 8

Una solución de hilado se preparó mediante la disolución de APV que tiene un grado de polimerización de

viscosidad promedio de 3,300 y un grado de saponificación de 99.8 mol % en agua en una concentración de 10.5% en peso. La solución de hilado se hiló en húmedo en un baño de coagulación que contiene 420 g/litro de mirabilita a una temperatura de baño de 40°C a través de una hilera que tiene 2,000 huecos. Las fibras tomadas del baño se extrajeron por 2.5 veces entre los rodillos para obtener un hilado que tiene un denier total de aproximadamente 24,500 D (base de APV seco). El hilado entonces se introdujo en un tanque de lavado que contiene agua a 25°C, y la mirabilita en y dentro del hilado se removió mediante la inmersión en agua por aproximadamente 15 segundos bajo tensión. El hilado lavado se extrajo por 1.8 veces entre los rodillos y se secó en un horno de secado a 130°C. El contenido de agua del hilado a ser introducido en la etapa de secado fue de 210% en peso/APV.

El hilado entonces se sometió a extracción húmeda en seco en un horno de extracción de aire caliente a 220°C, de manera que la proporción de extracción total fue 17 veces, y el hilado extraído se enrolló. La proporción de extracción máxima al rompimiento fue 22 veces la longitud original. El hilado se lavó con agua en un baño de lavado a 50°C por 30 minutos bajo tensión para substancialmente completamente remover la mirabilita. El hilado se secó mediante calentamiento, mientras se alcanzaba la misma etapa de temperatura de 70 a 130°C, con ello, obteniendo el hilado que tiene un denier total de 3,620 D. El método de producción anterior se encontró por ser ventajoso debido a la buena operabilidad y bajo costo de producción.

1550

La adhesividad de las fibras no se observó, y las fibras mostraron excelentes propiedades. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

5 Ejemplo 9

Una solución de hilado se preparó mediante la disolución de APV que tiene un grado de polimerización de viscosidad promedio de 1,700 y un grado de saponificación de 99.9 mol % en agua en una concentración de 16% en peso, y además la disolución de ácido bórico en una concentración de 0.05% en peso. La solución de hilado se hiló en húmedo en un baño de coagulación que contiene 0.03 mol/litro de hidróxido de sodio y 350 g/litro de mirabilita a una temperatura de baño de 40°C a través de una hilera que tiene 2,000 huecos. Las fibras tomadas del baño se extrajeron por 2.5 veces entre los rodillos y se neutralizaron en un baño de neutralización que contiene 0.10 mol/litro de ácido sulfúrico y 380 g/litro de mirabilita a un baño de temperatura de 40°C.

El hilado así tratado se sometió a extracción húmeda en seco, 1.2 veces en un baño que contiene 380 g/litro de mirabilita a 90°C y se sumergió en un tanque de lavado que contiene agua a 25°C, por aproximadamente 7 segundos bajo tensión, con ello, removiendo la mirabilita en y dentro del hilado. Después de la extracción del hilado lavado, por 1.6 veces, en un baño que contiene 100 g/litro de mirabilita a 75°C, el hilado se secó en un horno de secado a 130°C.

El hilado entonces se sometió a extracción húmeda en

51/52

seco en un horno de extracción de aire caliente a 225°C, de manera que la proporción de extracción total fue 14 veces, y el hilado extraído se enrolló. La proporción de extracción máxima al rompimiento fue 18 veces la longitud original. El hilado se lavó con agua en un baño de lavado a 50°C por 30 minutos bajo tensión para substancialmente completamente remover la mirabilita y lavar el ácido bórico simultáneamente. El hilado se secó mediante calentamiento, mientras se alcanzaba la misma etapa de temperatura de 70 a 130°C, con ello, obteniendo el hilado que tiene un denier total de 3,630 D. El método de producción anterior se encontró por ser ventajoso debido a la buena operabilidad y bajo costo de producción. La adhesividad de las fibras no se observó, y las fibras mostraron excelentes propiedades. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

Ejemplo Comparativo 1

El mismo procedimiento como en el Ejemplo 1 se repitió, hasta la etapa de secado, excepto por la omisión del lavado en el tanque de lavado. El contenido de agua del hilado a ser introducido en la etapa de secado fue 90% en peso/APV. Entonces, el hilado se sometió a extracción húmeda en seco en un horno de extracción de aire caliente a 220°C, de manera que la proporción de extracción total fue 8 veces, y el hilado extraído se curó. La proporción de extracción máxima al rompimiento fue 13 veces la longitud original. El hilado se lavó con agua en un baño de lavado a 50°C por 30 minutos bajo

523

tensión para substancialmente completamente remover la mirabilita. El hilado se secó mediante calentamiento, mientras se alcanzaba la misma etapa de temperatura de 60 a 120°C, con ello, obteniendo el hilado que tiene un
5 denier total de 3,610 D. A pesar de que el método de producción anterior se encontró por ser ventajoso debido a la buena operabilidad y bajo costo de producción, y la adhesividad de las fibras no ocurrió, y las propiedades de la fibra fueron pobres debido a la falla en la
10 extracción a una proporción de extracción alta. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

Ejemplo Comparativo 2

La solución de hilado preparada en el Ejemplo 1, se
15 hiló en húmedo en un baño de coagulación que contiene 420 g/litro de mirabilita a una temperatura de baño de 40°C a través de una hilera que tiene 2,000 huecos. Las fibras tomadas del baño se extrajeron por 2.5 veces entre los rodillos para obtener un hilado que tiene un denier total
20 de aproximadamente 15,800 D (base de APV seco). El hilado se introdujo en un tanque de lavado que contiene agua a 25°C, y la mirabilita en y dentro del hilado se removió mediante la inmersión en agua por aproximadamente 5 minutos bajo tensión. Después de pasar el hilado lavado
25 a través de una solución acuosa que contiene ácido parafínico para cubrir la fibra con el aceite, el hilado así tratado, se extrajo por 1.6 veces entre los rodillos y se secó en un horno de secado a 130°C.

El hilado entonces se sometió a extracción húmeda en

seco en un horno de extracción de aire caliente a 220°C, de manera que la proporción de extracción total fue 13 veces, y el hilado extraído se enrolló. La extracción máxima al rompimiento fue 17.5 veces la longitud original.

- 5 El hilado se lavó con agua en un baño de lavado a 50°C por 30 minutos bajo tensión para substancialmente completamente remover la mirabilita. El hilado se secó mediante calentamiento, mientras se alcanzaba la misma etapa de temperatura de 70 a 130°C, con ello, obteniendo
- 10 el hilado que tiene un denier total de 3,590 D. A pesar de que las propiedades mecánicas fueron suficientes debido a que se hizo exitosamente una proporción de extracción alta, las fibras resultantes fueron pobres en su textura y dispersabilidad del agua debido a la
- 15 adhesividad de las fibras ocurridas debido a la cubierta de aceite. Además, la operabilidad en la etapa de secado fue pobre y el proceso no fue costosamente eficiente. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

20 Ejemplo Comparativo 3

- Mediante la disolución de APV que tiene un grado de polimerización de viscosidad de 1,700 y un grado de saponificación de 99.9 mol % y ácido bórico en agua, se preparó una solución de hilado que contiene 16% en peso
- 25 de APV y 0.3% en peso de ácido bórico. La solución de hilado se hiló en húmedo en un baño de coagulación que contiene 0.3 mol/litro de hidróxido de sodio y 350 g/litro de mirabilita a una temperatura de baño de 40°C a través de una hilera que tiene 2,000 huecos. Las fibras

54

tomadas del baño se extrajeran por 3 veces entre los rodillos y después se neutralizaron en un baño de neutralización que contiene 0.82 mol/litro de ácido sulfúrico y 380 g/litro de mirabilita a un baño de temperatura de 40°C.

El hilado así tratado se sometió a extracción húmeda en seco, 1.2 veces en un baño que contiene 380 g/litro de mirabilita a un baño de temperatura 90°C, el hilado se introdujo en un tanque de lavado que contiene agua de 35°C y mirabilita y ácido bórico en y dentro del hilado, removidos completamente mediante la inmersión en agua por aproximadamente 5 minutos bajo tensión. El hilado así tratado se secó en un horno de secado a 130°C.

El hilado entonces se sometió a extracción húmeda en seco en un horno de extracción de aire caliente a 235°C, de manera que la proporción de extracción total fue 15 veces, y el hilado resultante que tiene un denier total de 3,650 D, se curó. La proporción de extracción máxima al rompimiento fue 19 veces la longitud original.

Puesto que el grado de modificación seccional transversal fue menor y la adhesividad de las fibras ocurridas en la etapa de secado debido a la expansión en la etapa de lavado, la dispersabilidad del agua de las fibras resultantes fue pobre comparada con aquella de las fibras de la presente invención. Además, el método anterior fue inferior a los métodos de la presente invención en operabilidad y costos de producción. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

Tabla 1

<u>Propiedades de las fibras</u>						
Tenacidad g/D	Módulo g/D	Circularidad seccional %	Contenido de ácido bórico % en peso	Estructura de centro superficial	Dispersa- bilidad en agua	
Ejemplos						
1	11.5	250	35	0	presente	A
2	10.8	225	42	0	presente	A
3	11.8	270	39	0	presente	A a B
4	11.3	240	43	0	presente	A
5	10.5	215	36	0	presente	A
6	10.4	220	38	0	presente	A
7	10.5	225	39	0	presente	A
8	15.3	386	29	0	presente	A a B
9	12.6	315	55	0.14	presente	A
Ejemplos comparativos						
1	7.0	135	45	0	presente	A
2	10.9	260	35	0	ausente	B a C
3	14.1	340	60	0.5	ausente	D

Tabla 1 (Continuación)

<u>Proporción de remoción de mirabilita</u>			<u>Contenido de mirabilita antes del secado</u>		
Superficie %	Dentro %		Superficie % en peso/APV	Dentro % en peso/APV	Total % en peso/APV
Ejemplos					
1	91	50	2	7	9
2	82	36	4	9	13
3	95	79	1	3	4
4	91	43	2	8	10
5	82	43	4	8	12

507X

6	86	43	3	8	11
7	86	50	3	7	10
8	89	49	2	6	8
9	91	43	2	8	10
Ejemplos Comparativos					
1	0	0	22	14	36
2	100	100	0	0	0
3	100	100	0	0	0

Ejemplos 10 a 18

Se preparó una mezcla hidráulica mediante el
mezclado y amasado de una mezcla de 5.7 partes en peso de
5 fibras de corte de 2 mm de longitud, preparadas a partir
de fibras obtenidas en cada uno de los Ejemplos 1 a 9,
100 partes en peso de un cemento Portlan general
(manufacturado por Chichibu Onoda Cement Co., Ltd), 100
partes en peso de arena de sílice No.7 (manufacturada por
10 Toyo Materan Co., Ltd), 0.4 partes en peso de sílice
humada (manufacturado por Efaco Co. Ltd), 1.5 partes en
peso de metilcelulosa (Himethlosa 90SH30000 manufacturada
por Shin-Etsu Silicon Co., Ltd), 0.75 partes en peso de
un agente deshidratante AE de alta resolución (SP-8N
15 manufacturado por Pozoris Bussan Co., Ltd) y 60 partes en
peso de agua en un omnimezclador (OM-5 manufacturado por
Chiyoda Giken Co., Ltd). Cada mezcla hidráulica se
moldeó en una estructura de 4 cm x 4 cm x 16 cm (grosor),
se dejó permanecer a temperatura ambiente por 24 horas y
20 se curo en agua a temperatura ambiente por 6 días, con
ello se obtuvo la muestra respectiva. Los resultados de

5728

la observación en las muestras, mostraron que las fibras son excelentes como refuerzos para materiales hidráulicos debido a la dispersión uniforme de las fibras.

438

REIVINDICACIONES

1. Una fibra a base de alcohol polivinílico estructurada de un centro superficial, caracterizada porque que tiene una tenacidad de fibra individual de 9 g/D o mayor, un módulo inicial de 170 g/D o mayor, una circularidad seccional de 57% o menor, y un contenido total de ácido bórico y sus sales de 0.4% en peso o menor.

2. La fibra a base de alcohol polivinílico estructurada de un centro superficial, de conformidad con la reivindicación 1, caracterizada porque la circularidad seccional es de 25 a 45%.

3. La fibra a base de alcohol polivinílico estructurada de un centro superficial, de conformidad con la reivindicación 1 o 2, caracterizada porque una fineza de una fibra individual de la fibra a base de alcohol polivinílico estructurada de un centro superficial es de 0.1 hasta 1000 D.

4. La fibra a base de alcohol polivinílico estructurada de un centro superficial de conformidad con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizada porque una longitud de fibra de una fibra individual de la fibra a base de alcohol polivinílico estructurada de un centro superficial es de 1 a 100 mm.

5. La fibra a base de alcohol polivinílico estructurada de un centro superficial de conformidad con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizada porque la fibra a base de alcohol polivinílico estructurada de un centro superficial, se

elabora de un polímero a base de alcohol polivinílico que tiene un grado de polimerización promedio de 4000 o menos y un grado de saponificación de 96 mol % o más.

6. La fibra a base de alcohol polivinílico

5 estructurada de un centro superficial de conformidad con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizada porque presenta una dispersabilidad al agua tal que las fibras individuales de la fibra a base de alcohol polivinílico estructurada de un centro
10 superficial están dispersadas uniformemente sin substancialmente agregación y distribuidas substancialmente uniformemente cuando una dispersión acuosa comprende 500 cc de agua y 0.1 g de 6 mm de fibras de corte de la fibra a base de alcohol polivinílico
15 estructurada de un centro superficial se transforma en papel, en un papel filtro que tiene una filtración al nivel del tipo 5A en JIS P3801.

7. La fibra a base de alcohol polivinílico

estructurada de un centro superficial, de conformidad con
20 una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizada porque se produce mediante un proceso que comprende una etapa de hilado en húmedo o hilado húmedo en seco en una solución de hilado acuosa que contiene un polímero a base de alcohol polivinílico en un baño de
25 coagulación que comprende una solución acuosa que contiene una sal inorgánica capaz de deshidratar y coagular la solución de hilado para formar un hilado y al menos etapas subsecuentes de secado y extracción del hilado resultante, en donde el proceso además comprende

60x

al menos, una etapa de lavado del hilado después de tomar el hilado del baño de coagulación, y antes de introducir el hilado en la etapa de secado, un contenido de la sal inorgánica en el hilado a ser introducido en la etapa de
5 . secado se regula dentro de un rango de 1 a 20% en peso.

8. Unos refuerzos para materiales hidráulicos, caracterizados porque comprenden una fibra a base de alcohol polivinílico estructurada de un centro superficial, de conformidad con una cualquiera de las
10 reivindicaciones 1 a 7.

9. Un proceso para producir una fibra a base de alcohol polivinílico estructurada de un centro superficial, en donde comprende una etapa de hilado en húmedo o hilado húmedo en seco en una solución de hilado
15 acuosa que contiene un polímero a base de alcohol polivinílico en un baño de coagulación que comprende una solución acuosa que contiene una sal inorgánica capaz de deshidratar y coagular la solución de hilado para formar un hilado y al menos etapas subsecuentes de secado y
20 extracción del hilado resultante, caracterizado porque el proceso además comprende al menos, una etapa de lavado del hilado después de tomar el hilado del baño de coagulación y antes de introducir el hilado en la etapa de secado, un contenido de la sal inorgánica en el hilado
25 a ser introducido en la etapa de secado es regulado dentro de un rango de 1 a 20% en peso.

10. El proceso de conformidad con la reivindicación 9, caracterizado porque, 75 a 95% en peso de la sal inorgánica en una superficie de las fibras en el hilado y

6/2

entre las fibras individuales del hilado y 0 hasta 70% en peso de la sal inorgánica dentro de las fibras se remueven en la etapa de lavado del hilado.

5 11. El proceso de conformidad con la reivindicación 9 o 10, caracterizado porque una solución de lavado para la etapa de lavado del hilado es una solución acuosa de la sal inorgánica que tiene una concentración de 10 a 200 g/litro.

10 12. El proceso de conformidad con la reivindicación 11, caracterizado porque la etapa de lavado del hilado se lleva a cabo mediante la inmersión del hilado en una solución de lavado de 10 hasta 85°C por 1 a 60 segundos bajo tensión.

622
6

RESUMEN DE LA INVENCION

La presente invención se refiere a fibras a base de alcohol polivinílico estructuradas de un centro superficial que tienen una tenacidad de fibra individual de 9 g/D o mayor, un módulo inicial de 170 g/D o más, una circularidad seccional de 57% o más, y un contenido total de ácido bórico y sus sales de 0.4% en peso o más. Debido a su alta fuerza mecánica, alta resistencia de adhesividad de las fibras, pequeña circularidad seccional, etc., las fibras a base de alcohol polivinílico estructuradas de un centro superficial, muestran propiedades adecuadas como refuerzos, etc.

se retiraron los folios 64 y 65
correspondientes a las tarjetas
de archivo. LCME

RETIRO FOLIO 66
DE EXTRACTO

LCME

63 67

REQUISITOS MINIMOS PAI

Industria y Comercio
SUPERINDUSTRIA Y COMERCIO
Radicación : 00030193 00000000 Folios: 66 DENCIA
Fecha (AMD): 2000-04-27 12:12:59
Tramite : 002 PATENTES D 1 REGISTRO/ 411 PRESENTAC
Dependencia: 2020 DIVISION DE NUEVAS CREACIONES

PATENTE DE INVENCION []

MODELO DE UTILIDAD []

- Nombre e identificación del Solicitante []
- Nombre e identificación del Inventor []
- Título o nombre de la Invención []
- Descripción []
- Reivindicaciones []
- Resumen []
- Comprobante de Pago []

COMPLETA []

INCOMPLETA []

DISEÑO INDUSTRIAL []

- Nombre e identificación del peticionario []
- Nombre e identificación del inventor o diseñador []
- Indicación del género de productos para los cuales debe utilizarse []
- Representación gráfica []
- Comprobante de pago []

COMPLETA []

INCOMPLETA []

Firma Responsable

Fecha: _____

Carrera 13 No. 27-00 Piso 5 y 10
Conmutador: 334 12 21-2-3-4
Fax: 281 31 25 e-mail: info@sic.gov.co
Santa Fe de Bogotá D.C. - Colombia

DIVISION DE NUEVAS CREACIONES
PRIMER EXAMEN DE FORMA

EXPEDIENTE 00-030193

Practicado el examen jurídico de acuerdo con lo establecido en el art. 21 de la Decisión 344 se determinó que esta solicitud de **Patente de Invención**:

- SI** [] **NO** [x] **NO APLICABLE** [] Presentó los poderes necesarios en forma correcta (Decisión 344, art. 14-a).
- SI** [] **NO** [x] **NO APLICABLE** [] Acreditó, en forma correcta, la existencia y representación de la persona jurídica solicitante (art. 14-c de la Decisión 344; literal g) del art. 4 del Decreto 117/94).
- SI** [x] **NO** [] **NO APLICABLE** [] Presentó, en forma correcta el comprobante de pago por la tasa de presentación establecida (art. 13-f de la Decisión 344 y la Resolución 02 del 4 de enero del 2000).
- SI** [] **NO** [x] **EXTEMPORANEAMENTE** [] Reivindicó prioridad, dentro del plazo y de acuerdo con lo previsto en el Artículo 4 del Convenio de Paris.
- SI** [] **NO** [] **NO APLICABLE** [x] Presentó copia, certificada su conformidad por la Administración que recibió la solicitud de la cual reivindica prioridad, al momento de radicar la solicitud nacional.
- SI** [] **NO** [] **NO APLICABLE** [x] Presentó la traducción del capítulo reivindicatorio de la solicitud de la cual se reivindica prioridad (Art. 4, D-3 Convenio de París; Concepto: 5 de enero de 1999 S.I.C.).
- SI** [] **NO** [x] **CUMPLE LOS REQUISITOS JURIDICOS**

OBSERVACIONES JURIDICAS CONVENIO DE PARIS:

En consecuencia, se conceptúa que esta solicitud:

- SI** [] **NO** [X] Se ajusta a los aspectos **FORMALES** indicados en la Decisión 344 y por tanto,
- SI** [] **NO** [x] Se recomienda **PUBLICAR** el extracto correspondiente.

Santafé de Bogotá, D.C., 28 de abril del 2000.

EXAMINADOR JURIDICO

64
65

Damer EXAMEN DE FORMA

Radicación no 00 30193

Concepto Técnico no 940 Clasificación Internacional de Patentes 001F 6 / 14

Practicado el examen de acuerdo a lo establecido en el Art. 21 de la Decisión 344 se determinó que esta solicitud de **Patente de Invención**:

- | | |
|--|--|
| SI ☒ NO ☐ | Contiene la identificación correcta del inventor (Art.8, Art.13-a). |
| SI ☒ NO ☐ | Contiene la identificación correcta del solicitante (Artículo 13-a). |
| SI ☒ NO ☐ | Contiene el resumen con el objeto y finalidad de la invención en forma correcta (Art.13-e). |
| SI ☒ NO ☐ | Contiene el título o nombre de la invención en forma correcta (Art.13-b). |
| SI ☐ NO ☒ | Contiene la descripción clara y completa de la invención (Art.13-c). |
| SI ☐ NO ☐ | Contiene los dibujos correctos (Art.14-c junto con el literal d) del Art. 4 del Dto. 117 del 94). |
| SI ☒ NO ☐ | Contiene las unidades de medida en el sistema exigido (Art.14-c junto con el Decreto 3464 del 26 de diciembre de 1980). |
| SI ☐ NO ☒ | Contiene una o más reivindicaciones, en forma correcta, que precisen la materia para la cual se solicita la protección mediante la patente (Art.13-d). |
| SI ☐ NO ☒ | Contiene el extracto de acuerdo con el literal c) del artículo 4 del Dto. 117 /94. |
| SI ☐ NO ☐ | Contiene el arte final del dibujo característico de acuerdo con el literal c) del artículo 4 y el artículo 27 del Dto. 117 /94. |
| SI ☒ NO ☐ | Contiene la tarjeta del Archivo Temático [formato P-104] en forma correcta (Art.14-c junto con el literal b) del artículo 4 del Dto. 117 /94). |
| SI ☒ NO ☐ | Contiene la tarjeta del Archivo de Propietarios [formato P-105] en forma correcta (Art.14-c junto con el literal b) del artículo 4 del Dto. 117 /94). |
| SI ☐ NO ☒ | CUMPLE LOS REQUISITOS TÉCNICOS |

OBSERVACIONES Y OTROS: SI ☒ NO ☐ ver hoja(s) anexa(s)

Santa Fe de Bogotá, D.C., 00 06 23

EXAMINADOR TÉCNICO
Código 202017

66 68
70

DIVISIÓN DE NUEVAS CREACIONES
PRIMER EXAMEN DE FORMA

CONCEPTO TÉCNICO N° 940

EXPEDIENTE N° 00-30193

IPC:D01F 6/14

Las siguientes son las observaciones que se desprenden del primer examen de forma:

Aclarar lo que significa la relación "g/D" que aparece a lo largo de toda la solicitud, por supuesto que sobre lo que se debe hacer precisión es el significado de la variable "D".

Hay que mejorar la redacción de la clausula 6, no se entiende que propiedad de la fibra desean definir, tampoco se hace claridad cuando dicen que la fibra en agua se transforma en papel en un filtro del tipo 5A en JIS P3801???

La clausula 8 no es admisible, no se está definiendo ningún refuerzo para material hidráulico, es claro que se habla de la aplicación de las fibras; como tal puede ser reclamado pero empleando expresiones indirectas.

Incluir de nuevo el extracto para la publicación conteniendo las principales reivindicaciones corregidas de la invención.

Examinador Técnico de Patentes

Código 202017

EXPEDIENTE 00-030193

AUTO 1247

LA JEFE DE LA DIVISION DE NUEVAS CREACIONES

DISPONE

ARTICULO PRIMERO: Reconocer personería al doctor XXXXX, como apoderado del solicitante, en los términos y para los efectos del poder conferido

ARTICULO SEGUNDO: Conforme lo establece el artículo 22 de la Decisión 344 de la Comisión del Acuerdo de Cartagena, requiérese al solicitante, para que dentro del plazo de treinta (30) días hábiles siguientes a la fecha de notificación del auto, presente respuesta a las observaciones o complemente los antecedentes señalados en el examen de forma.

ARTICULO TERCERO: Notificar por estado el presente auto, advirtiéndole que contra el no procede recurso alguno en la vía gubernativa.

NOTIFIQUESE Y CUMPLASE

Dado en Santafé de Bogotá D.C., a los 27 JUN 2000

LA JEFE DE LA DIVISION DE NUEVAS CREACIONES,

ALIX CARMENZA CESPEDES DE VERGEL

NOTIFICADO POR ESTADO

Santafé de Bogotá D.C., 29 JUN 2000 notificado por anotación en estado de esta misma fecha.

VENCIMIENTO NOTIFICACION ESTADO

SOLICITO PRORROGA TERMINO SI___ NO___

VENCIMIENTO TERMINO PRORROGA