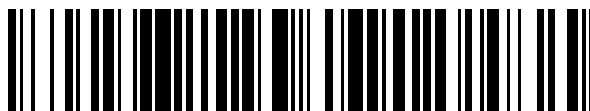


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 379 641**

51 Int. Cl.:  
**A61L 15/28** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **06795732 .4**  
96 Fecha de presentación: **22.08.2006**  
97 Número de publicación de la solicitud: **1917045**  
97 Fecha de publicación de la solicitud: **07.05.2008**

54 Título: **Fibra de polímero hidroxilado, estructuras fibrosas y procedimientos para producir las mismas**

30 Prioridad:  
**22.08.2005 US 710109 P**  
**16.08.2006 US 504899**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**30.04.2012**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**30.04.2012**

73 Titular/es:  
**The Procter & Gamble Company**  
**One Procter & Gamble Plaza**  
**Cincinnati, OH 45202, US**

72 Inventor/es:  
**CABELL, David William;**  
**LOEBKER, David Warren y**  
**TROKHAN, Paul Dennis**

74 Agente/Representante:  
**de Elzaburu Márquez, Alberto**

ES 2 379 641 T3

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

**DESCRIPCIÓN**

Fibra de polímero hidroxilado, estructuras fibrosas y procedimientos para producir las mismas

**CAMPO DE LA INVENCION**

5 La presente invención se refiere a estructuras fibrosas de fibra de polímero hidroxilado y procesos para fabricarlas. Más especialmente, la presente invención se refiere a estructuras fibrosas de fibra de polímero hidroxilado que comprenden una fibra de polímero hidroxilado no natural en la que la estructura fibrosa presenta un volumen de poro total en el intervalo de más de 20  $\mu\text{m}$  a 500  $\mu\text{m}$  de una masa de estructura fibrosa seca superior a 3,75  $\text{mm}^3/\text{mg}$ , determinado según el método de ensayo de distribución de volúmenes de poro descrito en la presente memoria, y/o estructuras fibrosas que comprenden una fibra de polímero hidroxilado y un aditivo sólido.

**ANTECEDENTES DE LA INVENCION**

10 Las estructuras fibrosas de fibra de polímero hidroxilado son conocidas en la técnica. Sin embargo, dichas estructuras fibrosas tienen tendencia a colapsar (es decir, disminuir en espesor en la dirección z, que es perpendicular a las superficies planas de las estructuras fibrosas) (y, en cualquier caso, no "crecen"; es decir, no aumentan su espesor en la dirección z) cuando se exponen a un líquido como, por ejemplo, agua.

15 Por tanto, se necesitan estructuras fibrosas de fibra de polímero hidroxilado que evitan o reducen dicho colapso cuando se exponen a un líquido, y procesos para fabricarlas.

**SUMARIO DE LA INVENCION**

20 La presente invención satisface la necesidad anteriormente descrita al proporcionar estructuras fibrosas de fibra de polímero hidroxilado que evitan o reducen el colapso de la estructura fibrosa y/o que crecen o tienen una parte o más partes que crecen cuando la estructura fibrosa se somete a un líquido, y procesos para fabricarlas.

25 Se proporciona una estructura fibrosa que comprende una pluralidad de fibras de tipo polisacárido no naturales y una pluralidad de aditivos sólidos según la reivindicación 1. En un ejemplo, dicha estructura fibrosa presenta un volumen de poro total en el intervalo de más de 20  $\mu\text{m}$  a 500  $\mu\text{m}$  de una masa de estructura fibrosa seca superior a 3,75  $\text{mm}^3/\text{mg}$ , y/o superior a 3,81  $\text{mm}^3/\text{mg}$ , y/o superior a 3,87  $\text{mm}^3/\text{mg}$ , y/o superior a 3,90  $\text{mm}^3/\text{mg}$ , y/o superior a 3,96  $\text{mm}^3/\text{mg}$ , y/o superior a 4,00  $\text{mm}^3/\text{mg}$ , determinado según el método de ensayo de la distribución de volúmenes de poro descrito en la presente memoria.

En otro ejemplo de la presente invención se proporciona un producto higiénico de papel tisú monocapa o multicapa que comprende una estructura fibrosa según la presente invención.

30 En otro ejemplo adicional de la presente invención, se proporciona una estructura fibrosa que comprende fibras de polímero hidroxilado no naturales y aditivos sólidos según la reivindicación 1, en donde las fibras de polímero hidroxilado no naturales están presentes en la estructura fibrosa a un peso a sequedad total superior que el de los aditivos sólidos.

**BREVE DESCRIPCION DE LOS DIBUJOS**

La Fig. 1A es una representación esquemática de una vista lateral de un cilindro de un extrusor de doble tornillo adecuado para su uso en la presente invención.

35 La Fig. 1B es una vista lateral esquemática de un tornillo y configuración de elementos de mezclado adecuados para usar en el cilindro de la Fig. 1A.

La Fig. 2 es una representación en perspectiva esquemática de un ejemplo de una estructura fibrosa según la presente invención;

La Fig. 3 es un corte transversal de la estructura fibrosa de la Fig. 2 tomado a lo largo de la línea 3-3;

40 La Fig. 4 es una representación en perspectiva esquemática de uno de los ejemplos de una estructura fibrosa de multicapa según la presente invención con un corte parcial para exponer las capas;

La Fig. 5 es una vista seccional longitudinal de la estructura fibrosa multicapa de la Fig. 4 realizado a lo largo de la línea 5-5;

45 La Fig. 6 es una representación en perspectiva esquemática de otro ejemplo de una estructura fibrosa según la presente invención; y

La Fig. 7 es una representación en perspectiva esquemática de otro ejemplo de una estructura fibrosa según la presente invención.

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCION

Definiciones

5 “No natural” en la presente memoria, referido a “fibras de polímero hidroxilado no naturales” y/o “materiales no naturales” significa que las fibras de polímero hidroxilado y/o los materiales no se encuentran en la naturaleza en esa forma. En otras palabras, es necesario que tenga lugar algún procesamiento químico para obtener las fibras de polímero hidroxilado no natural y/o los materiales no naturales. Por ejemplo, la fibra de pasta de madera es una fibra de polímero hidroxilado natural; sin embargo, si la fibra de pasta de madera se procesa químicamente como, por ejemplo, mediante un proceso de tipo liocelular, se forma una solución de polímero hidroxilado. La solución de polímero hidroxilado puede hilarse a continuación para formar una fibra. Por tanto, esta fibra se considera una fibra de polímero hidroxilado no natural puesto que no se encuentra en la naturaleza en esta misma forma.

“Natural” en la presente memoria significa que un material se encuentra en la naturaleza en la forma a la que se hace referencia. Una fibra de pasta de madera es un ejemplo de material natural.

15 Una “estructura fibrosa” en la presente memoria significa una estructura de banda sencilla que comprende, al menos, una fibra. Por ejemplo, una estructura fibrosa de la presente invención puede comprender una o más fibras en las que, al menos, una de las fibras comprende una fibra de polímero hidroxilado. En otro ejemplo, una estructura fibrosa de la presente invención puede comprender una pluralidad de fibras en donde, al menos una (a veces la mayoría, incluso todas) de las fibras, comprende una fibra de polímero hidroxilado. Las estructuras fibrosas de la presente invención pueden estar dispuestas en capas de modo que una capa de la estructura fibrosa puede comprender una composición diferente de fibras y/u otros materiales de otra capa de la misma estructura fibrosa.

La “superficie de una estructura fibrosa” en la presente memoria significa la parte de una estructura fibrosa que está expuesta al entorno externo. En otras palabras, la superficie de una estructura fibrosa es la parte de la estructura fibrosa que no está completamente rodeada por otras partes de la estructura fibrosa.

25 “Polímero hidroxilado”, en la presente memoria, incluye cualquier polímero que contiene hidroxilo que puede incorporarse en una estructura fibrosa de la presente invención como, por ejemplo, en una estructura fibrosa en forma de una fibra.

En un ejemplo, el polímero hidroxilado de la presente invención incluye más de 10% y/o más de 20% y/o más de 25% en peso de restos hidroxilo.

30 Ejemplos no limitativos de polímeros hidroxilados según la presente invención incluyen, polioles como, por ejemplo, poli(alcohol vinílico), derivados de poli(alcohol vinílico), copolímeros de poli(alcohol vinílico), almidón, derivados de almidón, copolímeros de almidón, quitosana, derivados de quitosana, copolímeros de quitosana, celulosa, derivados de celulosa como, por ejemplo, derivados de éter y éster de celulosa, copolímeros de celulosa, gomas, arabinanos, galactanos, proteínas y otros polisacáridos diferentes y mezclas de los mismos.

35 Las clases de polímeros hidroxilados se definen a partir de la cadena principal del polímero hidroxilado. Por ejemplo, el poli(alcohol vinílico) y los derivados de poli(alcohol vinílico) y los copolímeros de poli(alcohol vinílico) pertenecen a la clase de polímeros hidroxilados de tipo poli(alcohol vinílico), mientras que el almidón y los derivados de almidón pertenecen a la clase de polímeros hidroxilados de tipo almidón.

40 Preferiblemente, el polímero hidroxilado puede tener un peso molecular promedio en peso de aproximadamente 10.000 a aproximadamente 40.000.000 g/mol. Pueden utilizarse polímeros hidroxilados con un peso molecular superior e inferior junto con polímeros hidroxilados que tienen el peso molecular promedio en peso ilustrado.

Los modificadores bien conocidos de polímero hidroxilado como, por ejemplo, almidones naturales, incluyen modificaciones químicas y/o modificaciones enzimáticas. Por ejemplo, el almidón natural puede ser diluido con ácido, hidroxí-etilado, hidroxí-propilado, y/u oxidado. Además, el polímero hidroxilado puede comprender polímero hidroxilado de tipo almidón de maíz dentado.

45 Los poli(alcoholes vinílicos) de la presente invención pueden injertarse con otros monómeros para modificar sus propiedades. Se ha injertado un amplio intervalo de monómeros a poli(alcohol vinílico). Ejemplos no limitativos de dichos monómeros incluyen acetato de vinilo, estireno, acrilamida, ácido acrílico, metacrilato de 2-hidroxietilo, acrilonitrilo, 1,3-butadieno, metacrilato de metilo, ácido metacrílico, cloruro de vinilideno, cloruro de vinilo, vinilamina y diversos ésteres de tipo acrilato.

En la presente memoria, "polisacáridos" significa polisacáridos naturales y derivados de polisacáridos o polisacáridos modificados. Los polisacáridos adecuados incluyen, aunque no de forma limitativa, almidones, derivados de almidón, quitosana, derivados de quitosana, derivados de celulosa, gomas, arabinanos, galactanos y mezclas de los mismos.

5 En la presente memoria, "Fibra" significa un objeto fino, delgado y altamente flexible que tiene un eje mayor que es muy largo en comparación con los dos ejes de la fibra mutuamente ortogonales que son perpendiculares al eje mayor. En un ejemplo, una relación dimensional de la longitud del eje mayor con respecto al diámetro equivalente de la sección de la fibra perpendicular al eje mayor es superior a 100/1, de forma más específica, superior a 500/1, y de forma todavía más específica, superior a 1000/1, e incluso de forma todavía más específica, superior a 5000/1.

10 Las fibras de la presente invención pueden ser continuas o sustancialmente continuas. Una fibra es continua si se extiende el 100% de la longitud MD de la estructura fibrosa y/o de la estructura fibrosa y/o producto higiénico de papel tisú fabricados a partir de la misma. En un ejemplo, una fibra es sustancialmente continua si se extiende más de aproximadamente 30% y/o más de aproximadamente 50% y/o más de aproximadamente 70% de la longitud MD de la estructura fibrosa y/o del producto higiénico de papel tisú fabricados a partir de la misma. La fibra continua o sustancialmente continua según la presente invención presenta una longitud superior a 3,81 cm (1,5 pulgadas).

15 La fibra puede tener un diámetro de fibra, determinado por el método de ensayo de diámetro de fibra descrito en la presente memoria, inferior a aproximadamente 50 micrómetros y/o inferior a aproximadamente 20 micrómetros y/o inferior a aproximadamente 10 micrómetros y/o inferior a aproximadamente 8 micrómetros y/o inferior a aproximadamente 6 micrómetros.

20 Las fibras pueden incluir fibras hiladas por fusión, fibras hiladas en seco y/o fibras ligadas por hilado, fibras cortadas, fibras huecas, fibras conformadas como, por ejemplo, fibras multilobulares, y fibras multicomponente, especialmente fibras de dos componentes. Las fibras multicomponente, especialmente las fibras bicomponente, pueden presentar una configuración tipo cara-a-cara, funda-núcleo, tarta segmentada, cinta, islas-en-el-mar, o cualquier combinación de las mismas. La funda puede estar dispuesta de forma continua o no continua alrededor del núcleo. La relación en peso entre la funda y el núcleo puede ser de aproximadamente 5:95 a aproximadamente 95:5. Las fibras de la presente invención pueden tener geometrías diferentes que incluyen redondas, elípticas, en forma de estrella, rectangulares, trilobales, y otras diversas excentricidades.

25 "Producto higiénico de papel tisú", en la presente memoria, incluye, sin limitarse a ello, un utensilio de limpieza en húmedo para la limpieza posterior al uso urinario y fecal (papel higiénico), para descargas otorrinolaringológicas (toallita facial), y absorbente multifuncional, usos de limpieza (toallitas absorbentes), toallitas, productos para la higiene femenina y pañales.

30 Un producto higiénico de papel tisú de la presente invención comprende, al menos, una estructura fibrosa según la presente invención. En un ejemplo, una estructura fibrosa y/o producto higiénico de papel tisú según la presente invención presenta una resistencia a la tracción en húmedo total inicial de, al menos, aproximadamente 8 g/2,54 cm (8 g/in) y/o, al menos, aproximadamente 10 g/2,54 cm (10 g/in) y/o, al menos, aproximadamente 15 g/2,54 cm (15 g/in) y/o, al menos, aproximadamente 20 g/2,54 cm (20 g/in) y/o, al menos, aproximadamente 40 g/2,54 cm (40 g/in).

35 En otro ejemplos, una estructura fibrosa y/o un producto higiénico de papel tisú de la presente invención presenta una resistencia a la tracción en húmedo total inicial, medida mediante el método de ensayo de la resistencia a la tracción en húmedo total inicial descrito en la presente memoria inferior a aproximadamente 500 g/2,54 cm (500 g/in) y/o inferior a aproximadamente 400 g/2,54 cm (400 g/in) y/o inferior a aproximadamente 300 g/2,54 cm (300 g/in) y/o inferior a aproximadamente 200 g/2,54 cm (200 g/in) y/o inferior a aproximadamente 150 g/2,54 cm (150 g/in) y/o inferior a aproximadamente 120 g/2,54 cm (120 g/in) y/o inferior a aproximadamente 100 g/2,54 cm (100 g/in).

40 En otro ejemplo, una estructura fibrosa y/o un producto higiénico de papel tisú de la presente invención puede presentar una resistencia a la tracción en húmedo total inicial de aproximadamente 8 g/2,54 cm (8 g/in) a aproximadamente 500 g/2,54 cm (500 g/in) y/o de aproximadamente 40 g/2,54 cm (40 g/in) a aproximadamente 500 g/2,54 cm (500 g/in) y/o de aproximadamente 60 g/2,54 cm (60 g/in) a aproximadamente 500 g/2,54 cm (500 g/in) y/o de aproximadamente 65 g/2,54 cm (65 g/in) a aproximadamente 450 g/2,54 cm (450 g/in) y/o de aproximadamente 70 g/2,54 cm (70 g/in) a aproximadamente 400 g/2,54 cm (400 g/in) y/o de aproximadamente 75 g/2,54 cm (75 g/in) a aproximadamente 400 g/2,54 cm (400 g/in) y/o de aproximadamente 80 g/2,54 cm (80 g/in) a aproximadamente 300 g/2,54 cm (300 g/in) y/o de aproximadamente 80 g/2,54 cm (80 g/in) a aproximadamente 200 g/2,54 cm (200 g/in) y/o de aproximadamente 80 g/2,54 cm (80 g/in) a aproximadamente 150 g/2,54 cm (150 g/in) y/o de aproximadamente 80 g/2,54 cm (80 g/in) a aproximadamente 120 g/2,54 cm (120 g/in) y/o de aproximadamente 80 g/2,54 cm (80 g/in) a aproximadamente 100 g/2,54 cm (100 g/in).

55 En un ejemplo, una estructura fibrosa y/o un producto higiénico de papel tisú según la presente invención presenta una resistencia a la tracción en seco total mínima de, al menos, aproximadamente 70 g/2,54 cm (70 g/in) y/o, al menos, aproximadamente 100 g/2,54 cm (100 g/in) y/o, al menos, aproximadamente 300 g/2,54 cm (300 g/in) y/o, al menos, aproximadamente 500 g/2,54 cm (500 g/in) y/o, al menos, aproximadamente 700 g/2,54 cm (700 g/in) y/o, al

menos, aproximadamente 800 g/2,54 cm (800 g/in) y/o, al menos, aproximadamente 900 g/2,54 cm (900 g/in) y/o, al menos, aproximadamente 1000 g/2,54 cm (1000 g/in).

5 En otro ejemplo, una estructura fibrosa y/o un producto higiénico de papel tisú según la presente invención presenta una resistencia a la tracción en seco total máxima inferior a aproximadamente 5000 g/2,54 cm (5000 g/in) y/o inferior a aproximadamente 4000 g/2,54 cm (4000 g/in) y/o inferior a aproximadamente 2000 g/2,54 cm (2000 g/in) y/o inferior a aproximadamente 1700 g/2,54 cm (1700 g/in) y/o inferior a aproximadamente 1500 g/2,54 cm (1500 g/in).

En otro ejemplo, una estructura fibrosa y/o un producto higiénico de papel tisú según la presente invención presenta una cantidad de deshilachados húmedos inferior a aproximadamente 25 y/o inferior a 20 y/o inferior a 15 y/o inferior a 10.

10 En otro ejemplo, un producto higiénico de papel tisú según la presente invención presenta una resistencia a la tracción en seco total en un intervalo de un valor mínimo y un valor máximo de resistencia a la tracción en seco total según se ha descrito anteriormente en la presente memoria.

En otro ejemplo, una estructura fibrosa y/o un producto higiénico de papel tisú según la presente invención presenta una cantidad de deshilachados secos inferior a aproximadamente 10 y/o inferior a aproximadamente 8 y/o inferior a aproximadamente 7 y/o inferior a aproximadamente 6 y/o inferior a aproximadamente 5,5.

15 Además de los productos higiénicos de papel tisú, las estructuras fibrosas de la presente invención pueden utilizarse en cualquier cantidad de otras aplicaciones diversas conocidas en la técnica. Por ejemplo, en algunos ejemplos, las estructuras fibrosas pueden utilizarse como materiales de envasado, apósitos para heridas, etc.

20 En la presente memoria, "capa" o "capas" significa una estructura fibrosa única que se dispone opcionalmente en una relación sustancialmente contigua, cara a cara, con otras capas, conformando un producto higiénico de papel tisú multicapa. También se contempla que una única estructura fibrosa puede formar eficazmente dos "capas" o múltiples "capas", por ejemplo, estando plegada sobre sí misma. La capa o capas pueden existir también como películas.

Puede haber presentes una o más capas. Por ejemplo, dos o más capas de composiciones diferentes pueden formar una monocapa. En otras palabras, las dos o más capas prácticamente no pueden, o no pueden en absoluto, estar separadas físicamente entre sí sin dañar sustancialmente la capa.

25 La expresión "peso molecular promedio en peso" en la presente memoria significa el peso molecular promedio en peso determinado utilizando cromatografía de filtración en gel según el protocolo de Colloids and Surfaces A. Physico Chemical & Engineering Aspects, vol. 162, 2000, pág. 107-121.

30 "Espesor" en la presente memoria significa el espesor macroscópico de una muestra. El espesor de una muestra de estructura fibrosa según la presente invención se determina cortando una muestra de la estructura fibrosa de manera que sea de mayor tamaño que una superficie de carga de pie de carga donde la superficie de carga del pie de carga tiene una superficie específica circular de aproximadamente 20,3 cm<sup>2</sup> (3,14 in<sup>2</sup>). La muestra se confina entre una superficie plana horizontal y la superficie de carga del pie de carga. La superficie de carga del pie de carga aplica una presión de confinamiento a la muestra de 1,45 kPa (15,5 g/cm<sup>2</sup> (aproximadamente 0,21 psi)). El calibre es el vacío resultante entre la superficie plana y la superficie de carga del pie de carga. Estas mediciones se pueden obtener en un comprobador de espesor electrónico VIR, modelo II, comercializado por Thwing-Albert Instrument Company, Philadelphia, PA, EE. UU. La medición del espesor se repite y registra al menos cinco (5) veces de manera que se pueda calcular un espesor promedio.

35 En la presente memoria, "aditivo" significa un material que está presente en y/o sobre una estructura fibrosa a niveles bajos. Por ejemplo, un aditivo es un material que está presente en y/o sobre una estructura fibrosa a niveles de menos de 50% y/o menos de 45% y/o menos de 40% y/o menos de 30% y/o menos de 20% y/o menos de 10% y/o menos de 5% y/o menos de 3% y/o menos de 1% y/o menos de 0,5% a aproximadamente 0%, en peso de la estructura fibrosa.

40 En la presente memoria, "aditivo sólido" significa un aditivo que es capaz de ser aplicado a una superficie de una estructura fibrosa en una forma sólida. En otras palabras, el aditivo sólido de la presente invención puede ser administrado directamente a una superficie de una estructura fibrosa sin que esté presente una fase líquida, es decir, sin fundir el aditivo sólido y sin suspender el aditivo sólido en un vehículo o portador líquido. Como tal, el aditivo sólido de la presente invención no requiere un vehículo o portador líquido o en estado líquido para ser suministrado a una superficie de una estructura fibrosa. El aditivo sólido de la presente invención puede ser suministrado mediante un gas o combinaciones de gases. Para los fines de la presente invención, el suministro de un aditivo, líquido y/o sólido, a una suspensión acuosa de fibras utilizada para producir una estructura fibrosa no está abarcado por esta expresión. No obstante, un aditivo de este tipo puede estar presente en una estructura fibrosa acabada siempre que la estructura fibrosa acabada comprenda también un aditivo sólido según se define en la presente memoria. Además, un aditivo, líquido y/o sólido, suministrado a una estructura fibrosa mediante un vehículo líquido, tal como una emulsión de látex, puede estar presente en una estructura fibrosa acabada siempre que la estructura fibrosa acabada también comprenda un aditivo sólido según se define en la presente memoria. Además, un aditivo, líquido

y/o sólido, suministrado a una estructura fibrosa mediante fusión, tal como un adhesivo de fusión en caliente, puede estar presente en una estructura fibrosa acabada siempre que la estructura fibrosa acabada comprenda también un aditivo sólido según se define en la presente memoria. En un ejemplo, de forma más simplificada, un aditivo sólido es un aditivo que cuando se coloca en un recipiente no adopta la forma del recipiente.

5 Ejemplos no limitativos de aditivos sólidos adecuados incluyen partículas inorgánicas hidrófilas, partículas orgánicas hidrófilas, partículas orgánicas hidrófobas, partículas inorgánicas hidrófobas, partículas orgánicas hidrófobas, fibras naturales, partículas no naturales y otras fibras no naturales.

En un ejemplo, las fibras naturales pueden comprender fibras de pasta de madera, tricomas, pelusa de semillas, fibras de proteína como, por ejemplo, seda y/o madera, y/o linteres de algodón.

10 En otro ejemplo, las otras fibras no naturales pueden comprender fibras de poliolefina y/o fibras de poliamida.

En otro ejemplo, las partículas inorgánicas hidrófilas se seleccionan del grupo que consiste en: arcillas, carbonato cálcico, dióxido de titanio, talco, silicato de aluminio, silicato cálcico, trihidrato de aluminio, carbón activado, sulfato cálcico, microesferas de vidrio, tierra de diatomeas y mezclas de los mismos.

15 En un ejemplo, las partículas orgánicas hidrófilas de la presente invención puede incluir partículas hidrófobas cuyas superficies han sido tratadas con un material hidrófilo. Una descripción de un proceso adecuado para tratamiento de superficie de un material hidrófobo con un material hidrófilo se describe en US-4.139.660. Ejemplos no limitativos de dichas partículas orgánicas hidrófilas incluyen poliésteres como, por ejemplo, partículas de tereftalato de polietileno a las que se ha aplicado un tratamiento de superficie con un polímero y/o tensioactivo para la liberación de la suciedad. Otro ejemplo es una partícula de poliolefina a la que se ha aplicado un tratamiento de superficie con un tensioactivo.

20 En otro ejemplo, las partículas orgánicas hidrófilas pueden comprender materiales de gel absorbente (AGM) como, por ejemplo, hidrogeles, materiales superabsorbentes, materiales hidrocoloidales y mezclas de los mismos. En un ejemplo, la partícula orgánica hidrófila comprende poliacrilato. En la técnica se conocen otros ejemplos no limitativos de partículas orgánicas hidrófilas adecuadas. Por ejemplo, US-5.428.076 describe numerosos ejemplos de partículas orgánicas hidrófilas adecuadas para la presente invención.

25 En otro ejemplo, las partículas orgánicas hidrófilas pueden comprender partículas de almidón de elevado peso molecular (partículas de almidón de alto contenido en amilosa) como, por ejemplo, Hylon 7, comercializado por National Starch.

En otro ejemplo, las partículas orgánicas hidrófilas pueden comprender partículas de celulosa.

30 En otro ejemplo, las partículas orgánicas hidrófilas pueden comprender partículas de esponja de celulosa comprimida. Las estructuras fibrosas que comprenden partículas de esponja de celulosa comprimida pueden expandirse más de 2 veces y/o más de 3 veces y/o más de 4 veces su estado original tras entrar en contacto con un líquido como, por ejemplo, un líquido acuoso (por ejemplo, agua).

35 En un ejemplo de un aditivo sólido según la presente invención, el aditivo sólido presenta una tensión superficial superior a aproximadamente 30 dinas/cm y/o superior a aproximadamente 35 dinas/cm y/o superior a aproximadamente 40 dinas/cm y/o superior a aproximadamente 50 dinas/cm y/o superior a aproximadamente 60 dinas/cm, determinada mediante el método ASTM D2578.

Los aditivos sólidos de la presente invención pueden tener geometrías diferentes y/o áreas transversales que incluyen redonda, elíptica, en forma de estrella, rectangular, trilobal y otras diversas excentricidades.

En un ejemplo, el aditivo sólido puede presentar un tamaño de partículas inferior a 6 mm y/o inferior a 5,5 mm y/o inferior a 5 mm y/o inferior a 4,5 mm y/o inferior a 4 mm y/o inferior a 2 mm en su dimensión máxima.

40 "Partícula", en la presente memoria, significa un objeto que tiene una relación dimensional inferior a aproximadamente 25/1 y/o inferior a aproximadamente 15/1 y/o inferior a aproximadamente 10/1 y/o inferior a 5/1, hasta aproximadamente 1/1. Una partícula no es una fibra según la presente memoria.

#### Fibra de polímero hidroxilado

45 La fibra de polímero hidroxilado de la presente invención puede comprender uno o más polímeros. En un ejemplo, la fibra de polímero hidroxilado comprende un primer polímero y un segundo polímero, en donde uno de los dos polímeros es ineherentemente termoplástico y, por lo tanto, se funde y/o se fluidifica sin necesidad de un plastificante cuando se somete a una temperatura superior a su Tg. El otro polímero puede requerir un plastificante como, por ejemplo, agua, sorbitol, glicerina, polioles como, por ejemplo, polietilenglicoles, etilenglicol, polietilenglicol, urea, sacarosa, y ésteres, y combinaciones de los mismos para permitir que se funda y/o fluidifique cuando se somete a una temperatura superior a su Tg (es decir, un polímero termoplastificable). En un ejemplo, el primer polímero y el segundo polímero son polímeros

hidroxilados. En otro ejemplo, el primer polímero y el segundo polímero son clases diferentes de polímeros hidroxilados como, por ejemplo, polímero hidroxilado de tipo almidón y polímero hidroxilado de tipo poli(alcohol vinílico). Los polímeros de la fibra de polímero hidroxilado pueden reticularse mediante un sistema de reticulación de unión al propio polímero o reticularse entre sí.

5 La fibra de polímero hidroxilado de la presente invención puede obtenerse mediante procesamiento de una composición polimérica, por ejemplo, soplado por fusión, ligado por hilado, y/o hilado rotatorio.

Composición polimérica

10 La composición polimérica de la presente invención puede tener una viscosidad de cizallamiento de aproximadamente 1 Pascal×segundo a aproximadamente 25 Pascal×segundo y/o de aproximadamente 2 Pascal×segundo a aproximadamente 20 Pascal×segundo y/o de aproximadamente 3 Pascal×segundo a aproximadamente 10 Pascal×segundo, medido a una velocidad de cizallamiento de 3000 sec<sup>-1</sup> y a la temperatura de procesamiento (de 50 °C a 100 °C).

15 La composición polimérica puede tener una temperatura de aproximadamente 50 °C a aproximadamente 100 °C y/o de aproximadamente 65 °C a aproximadamente 95 °C y/o de aproximadamente 70 °C a aproximadamente 90 °C cuando se fabrican fibras a partir de la composición polimérica.

El pH de la composición polimérica puede ser de aproximadamente 2,5 a aproximadamente 9 y/o de aproximadamente 3 a aproximadamente 8,5 y/o de aproximadamente 3,2 a aproximadamente 8 y/o de aproximadamente 3,2 a aproximadamente 7,5.

20 En un ejemplo, una composición polimérica de la presente invención puede comprender de aproximadamente 30% y/o 40% y/o 45% y/o 50% a aproximadamente 75% y/o 80% y/o 85% y/o 90 y/o 95% y/o 99,5%, en peso de la composición polimérica, de un polímero hidroxilado. El polímero hidroxilado puede tener un peso molecular promedio en peso mayor que aproximadamente 100.000 g/mol antes de la reticulación.

La composición polimérica puede presentar un número de capilaridad de al menos 1 y/o al menos 3 y/o al menos 5, de modo que la composición polimérica puede ser procesada eficazmente en una fibra de polímero hidroxilado.

25 El número de capilaridad es un número adimensional usado para caracterizar la probabilidad de esta ruptura en gotículas. Un número de capilaridad elevado indica una mayor estabilidad del fluido tras salir de la matriz. El número de capilaridad se define del siguiente modo:

$$Ca = \frac{V * \eta}{\sigma}$$

30

V es la velocidad del fluido a la salida de la matriz (unidades de longitud por tiempo),

η es la viscosidad del fluido a las condiciones de la matriz (unidades de masa por longitud\*tiempo),

σ es la tensión superficial del fluido (unidades de masa por tiempo<sup>2</sup>). Cuando la velocidad, la viscosidad y la tensión superficial se expresan en un conjunto de unidades consistentes, el número de capilaridad resultante no tendrá unidades propias; las unidades individuales se anularán.

35

El número de capilaridad se define para las condiciones a la salida de la matriz. La velocidad del fluido es la velocidad promedio del fluido a su paso a través de la abertura de la matriz. La velocidad promedio se define del siguiente modo:

$$V = \frac{Vol'}{\dot{Area}}$$

40

Vol' = caudal volumétrico (unidades de longitud<sup>3</sup> por tiempo),

Area = área transversal a la salida de la matriz (unidades de longitud<sup>2</sup>).

Cuando la abertura de la matriz es un agujero circular, entonces la velocidad del fluido puede definirse como

$$V = \frac{Vol'}{\pi * R^2}$$

5 R es el radio del agujero circular (unidades de longitud).

La viscosidad del fluido dependerá de la temperatura y puede depender de la velocidad de cizallamiento. La definición de un fluido de reducción de la viscosidad por cizallamiento incluye la dependencia con respecto a la velocidad de cizallamiento. La tensión superficial dependerá de la composición del fluido y de la temperatura del fluido.

10 En un proceso de hilado de fibra, los filamentos deben ser inicialmente estables al salir de la matriz. El número de capilaridad se usa para caracterizar este criterio de estabilidad inicial. A las condiciones de la matriz, el número de capilaridad debería ser superior a 1 y/o superior a 4.

15 En un ejemplo, la composición polimérica presenta un número de capilaridad de al menos 1 a aproximadamente 50 y/o de al menos 3 a aproximadamente 50 y/o de al menos 5 a aproximadamente 30. Además, la composición polimérica puede presentar un pH de al menos aproximadamente 4 a aproximadamente 12 y/o de al menos aproximadamente 4,5 a aproximadamente 11,5 y/o de al menos aproximadamente 4,5 a aproximadamente 11.

20 Un sistema de reticulación que comprende un agente de reticulación puede estar presente en la composición polimérica y/o puede ser añadido a la composición polimérica antes del procesamiento de la composición polimérica. Además, puede añadirse un sistema de reticulación a la fibra de polímero hidroxilado tras el procesamiento de la composición polimérica. "Agente de reticulación", en la presente memoria, significa cualquier material que es capaz de reticular un polímero hidroxilado en una composición polimérica según la presente invención.

Ejemplos no limitativos de agentes de reticulación adecuados incluyen ácidos policarboxílicos, imidazolidinonas y otros compuestos resultantes de aductos cíclicos de glicoxal con ureas sustituidos o no sustituidos por alquilo, tioureas, guanidinas, metilendiamidas y metilendicarbamatos y derivados de los mismos; y mezclas de los mismos.

25 Tras la reticulación del polímero hidroxilado, el agente de reticulación se convierte en una parte integrante de la fibra de polímero hidroxilado como resultado de la reticulación del polímero hidroxilado, como se muestra en la siguiente representación esquemática:

Polímero hidroxilado– Agente de reticulación – Polímero hidroxilado

30

En otro ejemplo, el sistema de reticulación de la presente invención puede aplicarse a una fibra de polímero hidroxilado preexistente como un recubrimiento y/o un tratamiento de superficie.

35 La composición polimérica puede comprender a) de aproximadamente 30% y/o 40% y/o 45% y/o 50% a aproximadamente 75% y/o 80% y/o 85% y/o 90% y/o 99,5% en peso de la composición polimérica de uno o más polímero hidroxilados; b) un sistema de reticulación que comprende de aproximadamente 0,1% a aproximadamente 10% en peso de la composición polimérica de un agente de reticulación; y c) de aproximadamente 0% y/o 10% y/o 15% y/o 20% a aproximadamente 50% y/o 55% y/o 60% y/o 70% en peso de la composición polimérica de un plastificante externo, p. ej., agua.

40 La composición polimérica puede comprender dos o más clases diferentes de polímeros hidroxilados a relaciones de peso de aproximadamente 20:1 y/o de aproximadamente 15:1 y/o de aproximadamente 10:1 y/o de aproximadamente 5:1 y/o de aproximadamente 2:1 y/o de aproximadamente 1:1 a aproximadamente 1:20 y/o a aproximadamente 1:15 y/o a aproximadamente 1:10 y/o a aproximadamente 1:5 y/o a aproximadamente 1:2 y/o a aproximadamente 1:1.

45 En un ejemplo, la composición polimérica comprende de aproximadamente 0,01% a aproximadamente 20% y/o de aproximadamente 0,1% a aproximadamente 15% y/o de aproximadamente 1% a aproximadamente 12% y/o de aproximadamente 2% a aproximadamente 10% en peso de una primera clase de polímero hidroxilado como, por ejemplo, un polímero hidroxilado de tipo poli(alcohol vinílico) y de aproximadamente 20% a aproximadamente 99,99% y/o de



aproximadamente 25% a aproximadamente 95% y/o de aproximadamente 30% a aproximadamente 90% y/o de aproximadamente 40% a aproximadamente 70% en peso de una segunda clase de polímero hidroxilado como, por ejemplo, un polímero hidroxilado de tipo almidón.

Proceso para fabricar una estructura fibrosa de fibra de polímero hidroxilado

5 Es posible usar cualquier proceso adecuado conocido por el experto en la técnica para producir la composición de polímero y/o para procesar la composición de polímero y/o para producir la fibra de polímero hidroxilado de la presente invención. Ejemplos no limitativos de dichos procesos se describen en las solicitudes publicadas: EP-1.035-239, EP-1.132.427, EP-1.217.106, EP-1.217.107, WO-03/066942 y US-5.342.225.

a. Fabricación de una composición polimérica

10 En un ejemplo, una composición polimérica según la presente invención comprende una primera clase de polímeros y una segunda clase de polímeros. La primera clase de polímeros que, en este ejemplo, comprende aproximadamente 50:50 en relación de peso seco de dos almidones diferentes, comprende un polímero hidroxilado de almidón de maíz dentado diluido en medio ácido (por ejemplo, Eclipse<sup>®</sup> G – comercializado por A.E. Staley) y un polímero hidroxilado de almidón de maíz etoxilado (por ejemplo, Ethylex<sup>®</sup> 2035 – comercializado por A.E. Staley) y la segunda clase de polímeros comprende un  
15 polímero hidroxilado de poli(alcohol vinílico) (por ejemplo, Celvol<sup>®</sup> 310 – comercializado por Celanese). Además de los polímeros hidroxilados, la composición polimérica comprende un agente alcalino (por ejemplo, hidróxido sódico), un agente catiónico (por ejemplo, Arquad<sup>®</sup> 12-37 - comercializado por Akzo Nobel), un sistema de reticulación que comprende un agente de reticulación según se describe en la presente memoria, y una sustancia para facilitar la reticulación (por ejemplo, cloruro amónico). Además, la composición polimérica comprende un plastificante (por ejemplo, agua). Se añade una  
20 cantidad suficiente de agua a la composición polimérica de modo que la composición polimérica presenta un número de capilaridad de, al menos, 1.

Una composición polimérica de la presente invención se puede preparar utilizando un extrusor de tornillo como, por ejemplo, un extrusor de doble tornillo con venteo.

25 Un cilindro 10 de un extrusor de doble tornillo de APV Baker (Peterborough, Inglaterra) se ilustra de forma esquemática en la Fig. 1A. El cilindro 10 se separa en ocho zonas, identificadas como zonas 1-8. El cilindro 10 encierra el tornillo de extrusión y elementos de mezclado, mostrados de forma esquemática en la Fig. 1B, y sirve como un recipiente de confinamiento durante el proceso de extrusión. Un puerto 12 de alimentación de sólidos está dispuesto en la zona 1 y un puerto 14 de alimentación de líquidos está dispuesto en la zona 1. En la zona 7 se incluye un respiradero 16 para enfriar y disminuir el contenido de líquido, por ejemplo, agua, antes de la salida del extrusor. Puede utilizarse un relleno de  
30 respiradero opcional, comercializado por APV Baker, para evitar que la composición polimérica se escape a través del respiradero 16. El flujo de la composición polimérica a través del cilindro 10 es de la zona 1 que sale del cilindro 10 a la zona 8.

35 En la Fig. 1B se ilustra de forma esquemática una configuración de tornillo y elemento de mezclado para el extrusor de doble tornillo. El extrusor de doble tornillo comprende una pluralidad de tornillos de rosca doble (TLS) (denominados A y B) y de tornillos de rosca sencilla (SLS) (denominados C y D) instalados en serie. Los elementos de tornillo (A–D) se caracterizan por el número de hilos continuos y el paso de rosca de estos hilos.

40 Un hilo es un filete (con un determinado ángulo de hélice) que envuelve al núcleo del elemento de tornillo. El número de hilos indica el número de filetes que envuelven al núcleo en cualquier posición determinada a lo largo de la longitud del tornillo. Cuando se aumenta el número de hilos se reduce la capacidad volumétrica del tornillo y se aumenta la capacidad de presión del tornillo.

El paso de rosca del tornillo es la distancia necesaria para que un filete complete una revolución del núcleo. Se expresa como el número de diámetros de elemento de tornillo por una revolución completa de un filete. Cuando se reduce el paso de rosca del tornillo se aumenta la presión generada por el tornillo y se reduce la capacidad volumétrica del tornillo.

45 La longitud de un elemento de tornillo se expresa como la relación entre la longitud del elemento dividida por el diámetro del elemento.

Este ejemplo utiliza TLS y SLS. El elemento de tornillo A es un TLS con un paso de rosca de 1,0 y una relación longitudinal de 1,5. El elemento de tornillo B es un TLS con un paso de rosca de 1,0 y una relación L/D de 1,0. El elemento de tornillo C es un SLS con un paso de rosca de ¼ y una relación longitudinal de 1,0. El elemento de tornillo D es un SLS con un paso de rosca de ¼ y una relación longitudinal de ½.

50 Con los elementos de tornillo SLS y TLS también se incluyen de serie paletas bilobulares, E, que sirven como elementos mezcladores para mejorar el mezclado. Se utilizan diferentes configuraciones de paletas bilobulares y elementos inversores F, tornillos de rosca simple y de rosca doble roscados en dirección opuesta, para controlar el flujo y el correspondiente tiempo de mezclado.

En la zona 1, se alimenta un primer polímero hidroxilado (por ejemplo, almidón de maíz dentado) y/o primera composición polimérica hidroxilada (por ejemplo, almidón de maíz dentado y un almidón etoxilado) al puerto de alimentación de sólidos a una velocidad de 183 gramos/minuto usando un alimentador K-Tron (Pitman, NJ, EE. UU.) de pérdida en peso. Se alimenta un segundo polímero hidroxilado y/o segunda composición de polímero hidroxilado al mismo puerto mediante un segundo alimentador K-tron a una velocidad de 38 gramos/minuto.

De forma opcional, el segundo polímero hidroxilado y/o segunda composición de polímero hidroxilado pueden prepararse por separado y añadirse como una composición polimérica acuosa según el siguiente procedimiento. El segundo polímero hidroxilado y/o segunda composición de polímero hidroxilado se prepara en un reactor de superficie rascada (Chemplant Stainless Holdings Ltd. Dalton, Inglaterra, Reino Unido). El reactor puede calentar a través de una camisa de aceite oil y puede estar sometido a un aumento de presión para evitar pérdidas de agua a temperaturas elevadas. Se introduce agua, un plastificante externo, en el reactor y mientras se agita se añade el segundo polímero hidroxilado (por ejemplo, poli(alcohol vinílico)). De forma opcional, durante esta etapa puede añadirse otro polímero hidroxilado (por ejemplo, un almidón etoxilado). Pueden añadirse componentes adicionales como, por ejemplo, tensioactivos o materiales alcalinos como, por ejemplo, hidróxido sodico/amónico. A continuación, se cierra el puerto de adición del reactor, se precinta y se aumenta la presión a 0,14 MPa (20 psi). Después, se calienta el reactor a aproximadamente 110 °C, mientras se agita durante aproximadamente una hora y, a continuación, se alimenta mediante presión a través de líneas de alimentación a una bomba B9000 para alimentación controlada a la zona 1 del extrusor, según se ha descrito anteriormente. Se realizan ajustes de las velocidades de alimentación para mantener la adición del polímero total a aproximadamente 220 gramos/minuto y el agua a aproximadamente 136 gramos/minuto.

El primer polímero hidroxilado y/o primera composición de polímero hidroxilado y el segundo polímero hidroxilado y/o segunda composición de polímero hidroxilado se combinan en un extrusor (zona 1) con el agua, un plastificante externo, añadido a la alimentación líquida a una velocidad de 136 gramos/minuto usando una bomba de diafragma Milton Roy (Ivyland, PA, EE. UU.) (cabeza de bomba de 1,9 galones por hora) para formar una composición de polímero hidroxilado. A continuación, la tercera composición de polímero hidroxilado se transfiere por el cilindro del extrusor y se trata en presencia de un agente alcalino como, por ejemplo, hidróxido amónico y/o hidróxido sodico (introducción de plastificante externo como, por ejemplo, glicerina). Este tratamiento hace que un átomo de hidrógeno de, al menos, un resto hidroxilo de uno o más de los polímeros hidroxilados se separe del átomo de oxígeno del resto hidroxilo dando lugar, por lo tanto, a que se cree una carga negativa en el átomo de oxígeno procedente del resto hidroxilo. Este átomo de oxígeno es susceptible ahora de ser sustituido por un agente de sustitución como, por ejemplo, un agente catiónico como, por ejemplo, un compuesto de amonio cuaternario, por ejemplo, una amina cuaternaria.

En la Tabla 1 se describe la temperatura, la presión y la correspondiente función de cada zona del extrusor.

Tabla 1

Zona	Temp.(°C (°F))	Presión	Descripción del tornillo	Objetivo
1	21 (70)	Baja	Alimentación/ Transporte	Alimentación y mezclado
2	21 (70)	Baja	Transporte	Mezclado y transporte
3	21 (70)	Baja	Transporte	Mezclado y transporte
4	54 (130)	Baja	Presión/ Reducción del transporte	Transporte y calentamiento
5	149 (300)	Medio	Generación de presión	Cocinado a presión y temperatura
6	121 (250)	Alto	Inversión	Cocinado a presión y temperatura
7	99 (210)	Baja	Transporte	Enfriamiento y transporte (con ventilación)
8	99 (210)	Baja	Generación de presión	Transporte

Cuando la tercera composición de polímero hidroxilado sale del extrusor, una parte de la composición polimérica puede ser descartada y otra parte (100 g) puede ser alimentada a un Zenith®, tipo PEP II (Sanford NC, EE. UU.), y bombeada a un mezclador estático tipo SMX (Koch-Glitsch, Woodridge, Illinois, EE. UU.). El mezclador estático se utiliza para combinar aditivos adicionales como, por ejemplo, agentes de reticulación, facilitadores de la reticulación, plastificantes externos como, por ejemplo, agua, con la tercera composición de polímero hidroxilado. Los aditivos son bombeados al mezclador estático a

través de bombas PREP 100 HPLC (Chrom Tech, Apple Valley MN, EE. UU.). Estas bombas proporcionan una capacidad de adición de presión elevada y bajo volumen. La tercera composición de polímero hidroxilado de la presente invención presenta un número de capilaridad de al menos 1 y, por lo tanto, puede ser procesada transformándola en una fibra de polímero hidroxilado.

5 b. Procesamiento de la composición polimérica para formar una fibra de polímero hidroxilado

A continuación, se procesa la composición de polímero hidroxilado transformándola en una fibra de polímero hidroxilado. Ejemplos no limitativos de operaciones de procesamiento por polimerización incluyen extrusión, moldeo y/o hilado de fibras. La extrusión y el moldeo (vaciado o soplado) de forma típica producen extrusiones de películas, hojas y diferentes perfiles. El moldeo puede incluir moldeo por inyección, moldeo por soplado y/o moldeo por compresión. El hilado de fibras puede incluir ligado por hilado, soplado por fusión, producción de fibra continua y/o producción de fibra de estopa. El hilado de la fibra puede ser hilado en seco o hilado en húmedo.

10 c. Conformación de la estructura fibrosa de fibra de polímero hidroxilado

Las fibras de polímero hidroxilado producidas como resultado del procesamiento de la composición polimérica según la presente invención pueden combinarse en una estructura fibrosa recogiendo una pluralidad de las fibras sobre una banda o tejido.

Puede combinarse una pluralidad de aditivos sólidos con las fibras de polímero hidroxilado a medida que las fibras se depositan sobre un dispositivo de recogida como, por ejemplo, una banda o tejido.

En un ejemplo, una primera corriente de gas puede comprender una pluralidad de fibras de polímero hidroxilado y una segunda corriente de gas puede comprender una pluralidad de aditivos sólidos. Las dos corrientes de gas pueden combinarse antes de y/o al mismo tiempo que se depositan las fibras de polímero hidroxilado y los aditivos sólidos sobre un dispositivo de recogida, de modo que los aditivos sólidos sean arrastrados en y/o sobre la estructura fibrosa resultante. En la solicitud de patente US-2003/0114067 se describe un ejemplo de equipo adecuado para usar en este tipo de proceso.

Una estructura fibrosa de la presente invención puede ser posprocesada sometiendo la banda a una operación de posprocesamiento. Ejemplos no limitativos de operaciones de procesamiento incluyen poner en contacto la estructura fibrosa con una pluralidad de aditivos sólidos, curado, estampado, unión térmica, humidificación, perforación, calandrado, impresión, densificación diferencial, deformación en forma de mechones, y otras operaciones de posprocesamiento conocidas.

25 d. Contacto de las superficies de una estructura fibrosa con aditivos sólidos

Los aditivos sólidos pueden aplicarse a una estructura fibrosa mediante cualquier medio conocido en la técnica. Cuando se aplican aditivos sólidos a una estructura fibrosa, se forma una superficie de la estructura fibrosa que comprende los aditivos sólidos. Un ejemplo no limitativo mediante el cual pueden aplicarse aditivos sólidos a la estructura fibrosa usando un cabezal formador Dan Web, del cual se describe un ejemplo en US-5.885.516, comercializado por Dan-Web de Risskov, Dinamarca.

Estructura fibrosa de fibra de polímero de tipo hidroxilo

35 Como se muestra en la Fig. 2, una estructura 20 fibrosa de fibra de polímero hidroxilado comprende una fibra 22 de polímero hidroxilado (una pluralidad de fibras 22 de polímero hidroxilado puede formar un sustrato de base sobre el cual pueden depositarse aditivos sólidos) y un aditivo sólido 24 que puede ser una partícula y/o una fibra natural.

La estructura 20 fibrosa de fibra de polímero hidroxilado puede comprender una primera superficie 26 y una segunda superficie 28 enfrente de la primera superficie 26 como se muestra en la Fig. 3. El aditivo sólido 24 puede estar presente en una superficie de la estructura fibrosa como, por ejemplo, la primera superficie 26. El aditivo sólido 24 puede cubrir menos de la superficie específica total de la superficie de la estructura fibrosa. El aditivo sólido 24 puede estar presente en la superficie de la estructura fibrosa en un diseño al azar. El aditivo sólido 24 puede estar presente en la superficie de la estructura fibrosa en un diseño recurrente no al azar.

45 Con fines de explicación y/o claridad, los aditivos sólidos 24 se muestran en una naturaleza dispersa, pero la concentración de aditivos sólidos 24 en la primera superficie 26 de la estructura 20 fibrosa de fibra de polímero hidroxilado y/o la segunda superficie 28 de la estructura 20 fibrosa de fibra de polímero hidroxilado puede ser tal que la totalidad de la superficie específica o casi la totalidad de la superficie específica de la primera superficie 26 y/o de la segunda superficie 28 puede estar en contacto con los aditivos sólidos 24.

50 Como se muestra en las Figs. 4 y 5, en un ejemplo de la presente invención, una estructura 30 fibrosa de fibra de polímero hidroxilado comprende una primera capa 32 que comprende una pluralidad de fibras de polímero

hidroxilado, una segunda capa 34 que comprende una pluralidad de aditivos sólidos, y una tercera capa 36 que comprende una pluralidad de fibras de polímero hidroxilado.

En un ejemplo, la estructura fibrosa 30 puede comprender al menos una capa que comprende una mayoría de fibras 22 y al menos una capa que comprende una mayoría de aditivos sólidos 24.

5 En otro ejemplo, los aditivos sólidos 24 pueden estar distribuidos de forma uniforme o sustancialmente uniforme por toda la estructura fibrosa.

En otro ejemplo, los aditivos sólidos 24 pueden estar distribuidos de forma no uniforme por toda la estructura fibrosa.

10 La Fig. 6 ilustra otro ejemplo de estructura fibrosa de fibra de polímero hidroxilado de la presente invención. La estructura 20 fibrosa de fibra de polímero hidroxilado comprende una fibra 22 de polímero hidroxilado y una pluralidad de aditivos sólidos 24. Como se muestra en la Fig. 6, la pluralidad de los aditivos sólidos 24 se disponen en un diseño recurrente no al azar sobre una superficie de la estructura 20 fibrosa de fibra de polímero hidroxilado. La deposición de los aditivos sólidos en un diseño recurrente no al azar puede llevarse a cabo mediante cualquier medio adecuado conocido en la técnica. Por ejemplo, puede colocarse una máscara con diseño sobre la estructura fibrosa de fibra de polímero hidroxilado de modo que las áreas abiertas de la máscara permitan que los aditivos sólidos entren en contacto con la superficie de la estructura fibrosa de fibra de polímero hidroxilado.

15 La Fig. 7 ilustra otro ejemplo de una estructura fibrosa de fibra de polímero hidroxilado de la presente invención. La estructura 20 fibrosa de fibra de polímero hidroxilado comprende una fibra 22 de polímero hidroxilado y una pluralidad de aditivos sólidos 24. Como se muestra en la Fig. 7, la pluralidad de aditivos sólidos 24 se dispone en un diseño al azar sobre una superficie de la estructura 20 fibrosa de fibra de polímero hidroxilado.

20 En un ejemplo, la estructura fibrosa de fibra de polímero hidroxilado de la presente invención puede comprender más de 40% y/o más de 45% y/o más de 50% en peso de las fibras de polímero hidroxilado a sequedad total.

En otro ejemplo, la estructura fibrosa de fibras de polímero hidroxilado de la presente invención puede comprender menos de 60% y/o menos de 50% y/o menos de 30% y/o menos de 15% y/o menos de 5% y/o menos de 2% en peso de los aditivos sólidos a sequedad total.

#### 25 Métodos de ensayo

Salvo que se indique lo contrario, todos los ensayos descritos en la presente memoria, incluidos los descritos en la sección de definiciones y los siguientes métodos de ensayo, se realizan con muestras que han sido acondicionadas en una habitación acondicionada a una temperatura de aproximadamente 23 °C ± 2,2 °C (73 °F ± 4 °F) y una humedad relativa del 50% ± 10% durante 24 horas antes del ensayo. Las muestras acondicionadas según se describe en la presente memoria se consideran muestras secas (como, por ejemplo, "estructuras fibrosas secas") para los propósitos de esta invención. Además, todos los ensayos se realizan en tal habitación acondicionada. Las muestras y fieltros ensayados deberían ser sometidos a aproximadamente 23 °C ± 2,2 °C (73 °F ± 4 °F) y una humedad relativa del 50% ± 10% durante 24 horas antes del ensayo.

#### A. Método de ensayo de distribución de volúmenes de poro

35 Las mediciones de la distribución de volúmenes de poro se llevan a cabo en un aparato TRI/Autoporosimeter (TRI/Princeton Inc. de Princeton, NJ, EE. UU.). El TRI/Autoporosimeter es un instrumento automatizado mediante control por ordenador para medir distribuciones de volúmenes de poro en materiales porosos (p. ej., los volúmenes de poros de tamaño diferente en el intervalo de 1 mm a 900 mm de radios de poro efectivos). Se usa el software Complimentary Automated Instrument Software, versión 2000.1, y Data Treatment Software, versión 2000.1 para capturar, analizar y producir los datos. Puede encontrarse más información acerca del TRI/Autoporosimeter, su operación y tratamientos de los datos en The Journal of Colloid and Interface Science 162 (1994), págs. 163-170, incorporado a la presente memoria a modo de referencia.

40 En esta solicitud, la determinación de la distribución de volúmenes de poro supone registrar el aumento de líquido que entra en un material poroso o lo abandona cuando la presión del aire circundante cambia. Una muestra queda expuesta en la cámara de ensayo a cambios en la presión de aire controlados de forma precisa. El tamaño (radio) del mayor poro capaz de contener líquido es función de la presión del aire. A medida que aumenta (disminuye) la presión del aire, grupos de poro de diferente tamaño drenan (absorben) líquido. El volumen de poro de cada grupo es igual a esta cantidad de líquido, medida con el instrumento a la presión correspondiente. El radio efectivo de un poro está relacionado con el diferencial de presión mediante la siguiente relación.

50 Diferencial de presión = [(2) y cos Θ] / radio efectivo

donde  $\gamma$  = tensión superficial del líquido, y  $\Theta$  = ángulo de contacto.

De forma típica, los poros se consideran en términos de vacíos, agujeros o conductos en un material poroso. Es importante mencionar que este método usa la ecuación anterior para calcular radios de poro efectivos a partir de las constantes y de las presiones controladas de forma instrumental. La ecuación anterior asume que los poros tienen forma cilíndrica uniforme. Normalmente, los poros en los materiales porosos naturales y manufacturados no son del todo cilíndricos, ni son todos uniformes. Por lo tanto, los radios efectivos así obtenidos pueden no ser exactamente iguales que las mediciones de dimensiones vacías obtenidas mediante otros métodos como, por ejemplo, microscopía. Sin embargo, las mediciones proporcionan un medio aceptado para caracterizar las diferencias relativas en la estructura vacía entre materiales.

El equipo funciona cambiando la presión de la cámara de aire de ensayo en incrementos especificados por el usuario, aumentando la presión (aumentando el tamaño de poro) para absorber líquido, o aumentando la presión (disminuyendo el tamaño de poro) para drenar líquido. El volumen de líquido absorbido (drenado) a cada incremento de presión es el volumen acumulativo correspondiente al grupo de todos los poros entre el ajuste de presión precedente y el ajuste actual.

En esta aplicación del TRI/Autoporosimeter, el líquido es una solución al 0,2% en peso de octilfenoxipolietoxietanol (Triton X-100 de Union Carbide Chemical y Plastics Co. de Danbury, CT, EE. UU.) en agua destilada. Las constantes de cálculo instrumental son:  $\rho$  (densidad) = 1 g/cm<sup>3</sup>;  $\gamma$  (tensión superficial) = 31 dinas/cm;  $\cos\Theta = 1$ . Se emplea un filtro de vidrio Millipore de 0,22  $\mu\text{m}$  (Millipore Corporation of Bedford, MA, EE. UU.; n.º de catálogo GSWP09025) sobre la placa porosa de la cámara de ensayo. Una placa de plexiglás que pesa aproximadamente 24 g (suministrada con el instrumento) se coloca sobre la muestra para asegurar que la muestra se apoye plana en el filtro Millipore. No se coloca peso adicional sobre la muestra.

A continuación se describen las entradas restantes especificadas por el usuario. La secuencia de tamaños de poro (presión) para esta aplicación (radio de poro eficaz en  $\mu\text{m}$ ) es: 1, 2,5, 5, 10, 15, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 100, 120, 140, 160, 180, 200, 225, 250, 275, 300, 350, 400, 450, 500, 600, 700, 800, 900, 800, 700, 600, 500, 450, 400, 350, 300, 275, 250, 225, 200, 180, 160, 140, 120, 100, 90, 80, 70, 60, 50, 40, 30, 20, 15, 10, 5, 2,5, 1, 2,5, 5, 10, 15, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 100, 120, 140, 160, 180, 200, 225, 250, 275, 300, 350, 400, 450, 500, 600, 700, 800, 900. Esta secuencia comienza con la muestra seca, la satura a medida que aumentan el ajuste de poro (primera absorción), y a continuación drena posteriormente la muestra de todo el volumen por encima de un valor de radio de poro efectivo de 1,0  $\mu\text{m}$  (desorción), y a continuación finalmente la satura a medida que el ajuste de poro aumenta por segunda vez (segunda absorción). La velocidad de equilibrio se fija a 5 mg/minuto. No se especifica ningún radio de tope.

Además de los materiales de ensayo, se lleva a cabo un ensayo en blanco (sin ninguna muestra entre la placa de plexiglás y el filtro Millipore) para tener en cuenta cualquier efecto de superficie y/o borde en el interior de la cámara. Cualquier volumen de poro medido en este ensayo en blanco se resta de la agrupación de poros aplicable de la muestra de ensayo. Este tratamiento de datos puede llevarse a cabo manualmente o mediante el dispositivo TRI/Autoporosimeter Data Treatment Software, versión 2000.1.

Con respecto al colapso de la estructura fibrosa húmeda (banda), se analiza la distribución de tamaño de poro característica de la parte de la secuencia de ensayo correspondiente a la segunda absorción, puesto que la absorción en la parte de la secuencia de ensayo correspondiente a la primera absorción puede a veces variar en función de cómo la estructura fibrosa seca contacte el filtro humedecido (influenciado por la textura de la estructura fibrosa seca, estampado, etc.). Por lo tanto, después de la parte de la secuencia de ensayo correspondiente a la desorción, se prevé que la muestra, ya humedecida, se encuentre en mejor contacto hidráulico con el filtro poroso (debido a que el módulo de la fibra y de la estructura fibrosa (banda) es menor en estado húmedo).

El TRI/Autoporosimeter proporciona el peso (mg) de líquido absorbido/desorbido de cada grupo de poros a medida que la presión de la cámara se cambia gradualmente según la secuencia de ensayo prescrita. A partir de estos datos, la densidad del líquido, y el peso de la muestra original, seca, puede calcularse la relación de volumen de poro/peso de muestra. Este valor puede proporcionarse como mm<sup>3</sup>/mg de masa de muestra seca. De forma similar, el volumen de poro/peso de muestra seca a lo largo de un intervalo de tamaño de poro específico (p. ej., 20  $\mu\text{m}$  - 500  $\mu\text{m}$ ) puede calcularse sumando simplemente los volúmenes de poro proporcionados de cada ajuste de poro incluido en el intervalo y dividiendo por la masa de muestra seca. Estos tratamientos de datos se llevan a cabo manualmente a partir de la salida del software Automated Instrument Software, versión 2000.1.

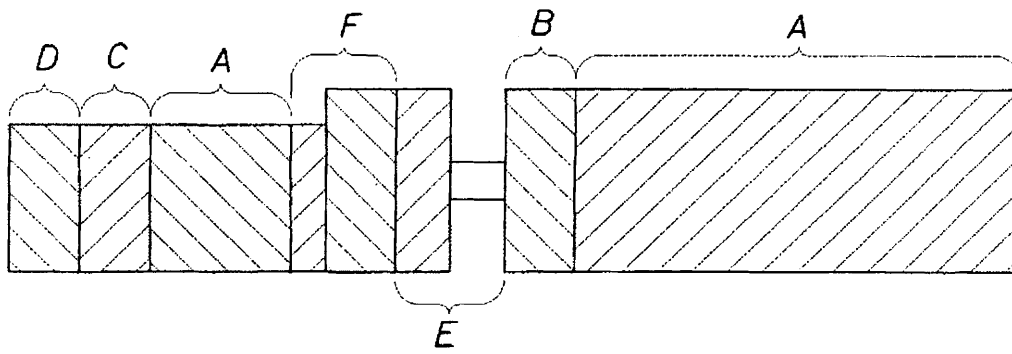
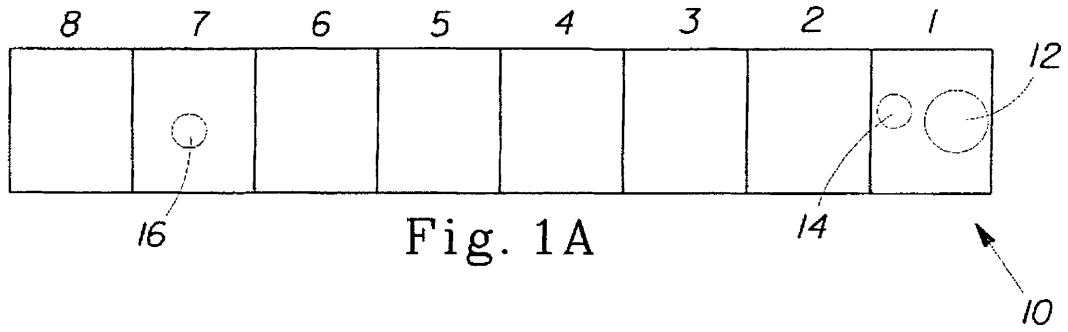
#### B. Método de ensayo de diámetro de fibra

Una estructura fibrosa que comprende fibras de polímero hidroxilado con un peso base adecuado (aproximadamente de 5 gramos/metro cuadrado a 20 gramos/metro cuadrado) se corta en forma rectangular, aproximadamente de 20 mm por 35 mm. La muestra después se recubre con una cámara de deposición SEM (EMS Inc, PA, EE. UU.) con oro para hacer

- que las fibras sean relativamente opacas. El espesor típico de recubrimiento está entre 50 nm y 250 nm. La muestra es después montada entre dos portaobjetos de microscopio convencionales que a continuación se aprietan entre sí con pequeños clips. La muestra se analiza utilizando un objetivo 10X en un microscopio Olympus BHS con la lente para colimar la luz del microscopio desplazada al máximo con respecto a la lente del objetivo. Las imágenes son capturadas utilizando una cámara digital Nikon D1. Para calibrar las distancias espaciales de las imágenes se utiliza un micrómetro de microscopio de vidrio. La resolución aproximada de las imágenes es 1  $\mu\text{m}/\text{pixel}$ . En el histograma de intensidad las imágenes de forma típica mostrarán una distribución bimodal clara que se corresponde con las fibras y el fondo. Los ajustes de la cámara o los diferentes pesos por unidad de superficie se utilizan para conseguir una distribución bimodal aceptable. De forma típica se toman 10 imágenes por muestra y a continuación se promedian los resultados de estas.
- Las imágenes se analizan de manera similar a la descrita por B. Pourdeyhimi, R. y R. Dent en "Measuring fiber diameter distribution in nonwovens" (Textile Res. J. 69(4) 233-236, 1999). Las imágenes digitales son analizadas por ordenador utilizando el MATLAB (versión 6,3) y el MATLAB Image Processing Tool Box (versión 3). La imagen primero se convierte en una escala de grises. La imagen después se binariza en píxeles negros y blancos utilizando un valor umbral que minimiza la varianza dentro de una misma clase de los píxeles negros y blancos umbralizados. Una vez que la imagen está binarizada, se esqueletiza la imagen para localizar el centro de cada fibra en la imagen. También se calcula la transformada de la distancia de la imagen binarizada. El producto escalar de la imagen esqueletizada y el mapa de distancia proporciona una imagen cuya intensidad de pixel es cero o es el radio de la fibra en esa posición. Los píxeles que se encuentran dentro de un radio de la unión entre dos fibras solapadas no son contabilizados si la distancia que representan es menor que el radio de la unión. Los restantes píxeles son después utilizados para calcular un histograma ponderado en longitud de los diámetros de fibra contenidos en la imagen.

**REIVINDICACIONES**

1. Una estructura fibrosa que comprende una pluralidad de fibras de polisacárido no naturales que presenta una longitud superior a 3,81 cm y una pluralidad de aditivos sólidos, en donde dichos aditivos sólidos se seleccionan del grupo que consiste en:
  - 5 - partículas inorgánicas hidrófilas seleccionadas del grupo que consiste en: arcillas, carbonato cálcico, dióxido de titanio, talco, silicato de aluminio, silicato cálcico, trihidrato de alúmina, carbón activado, sulfato cálcico, microesferas de vidrio, tierra de diatomeas y mezclas de los mismos;
  - fibras naturales seleccionadas del grupo que consiste en: fibras de pasta de madera, línteres de algodón, fibras de proteínas y mezclas de los mismos;
  - 10 - fibras no naturales seleccionadas del grupo que consiste en: fibras de poliolefina, fibras de poliamida y mezclas de los mismos;
  - y mezclas de los mismos.
2. La estructura fibrosa según la reivindicación 1, en donde la estructura fibrosa presenta un volumen de poro total en el intervalo superior a 20  $\mu\text{m}$  a 500  $\mu\text{m}$  superior a 3,75  $\text{mm}^3/\text{mg}$  de masa de estructura fibrosa seca.
- 15 3. La estructura fibrosa según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde los aditivos sólidos están presentes en al menos una superficie de la estructura fibrosa, preferiblemente en donde los aditivos sólidos cubren menos de la superficie específica total de la superficie de la estructura fibrosa y/o en donde los aditivos sólidos están presentes en la superficie de la estructura fibrosa en un diseño al azar o en donde los aditivos sólidos están presentes en la superficie de la estructura fibrosa en un diseño recurrente no al azar.
- 20 4. La estructura fibrosa según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde los aditivos sólidos están distribuidos de forma uniforme por toda la estructura fibrosa.
5. La estructura fibrosa según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde los aditivos sólidos están distribuidos de forma no uniforme por toda la estructura fibrosa.
- 25 6. La estructura fibrosa según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde al menos uno de los aditivos sólidos presenta una tensión superficial crítica superior a 30 dinas/cm.
7. La estructura fibrosa según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde la estructura fibrosa comprende al menos una capa que comprende una mayoría de fibras de polisacárido no naturales y al menos una capa que comprende una mayoría de aditivos sólidos.
- 30 8. La estructura fibrosa según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde la fibra de polisacárido no natural comprende un polisacárido seleccionado del grupo que consiste en: almidón, derivados de almidón, copolímeros de almidón, quitosana, derivados de quitosana, copolímeros de quitosana, celulosa, derivados de celulosa, copolímeros de celulosa, gomas, arabinanos, galactanos, y mezclas de los mismos; preferiblemente en donde la fibra de polisacárido no natural además comprende un polímero hidroxilado seleccionado del grupo que consiste en: poli(alcohol vinílico), derivados de poli(alcohol vinílico), copolímeros de poli(alcohol vinílico), proteínas, y mezclas de los mismos.
- 35 9. La estructura fibrosa según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde al menos uno de los aditivos sólidos presenta un tamaño de partículas inferior a 6  $\mu\text{m}$  en la dimensión máxima.
10. La estructura fibrosa según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde la estructura fibrosa comprende menos de 50% en peso de los aditivos sólidos a sequedad total.
- 40 11. La estructura fibrosa según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde las fibras de polisacárido no naturales están presentes con un peso a sequedad total superior al correspondiente a los aditivos sólidos.
12. Un producto higiénico de papel tisú de capa única o multicapa que comprende una estructura fibrosa según cualquiera de las reivindicaciones anteriores.





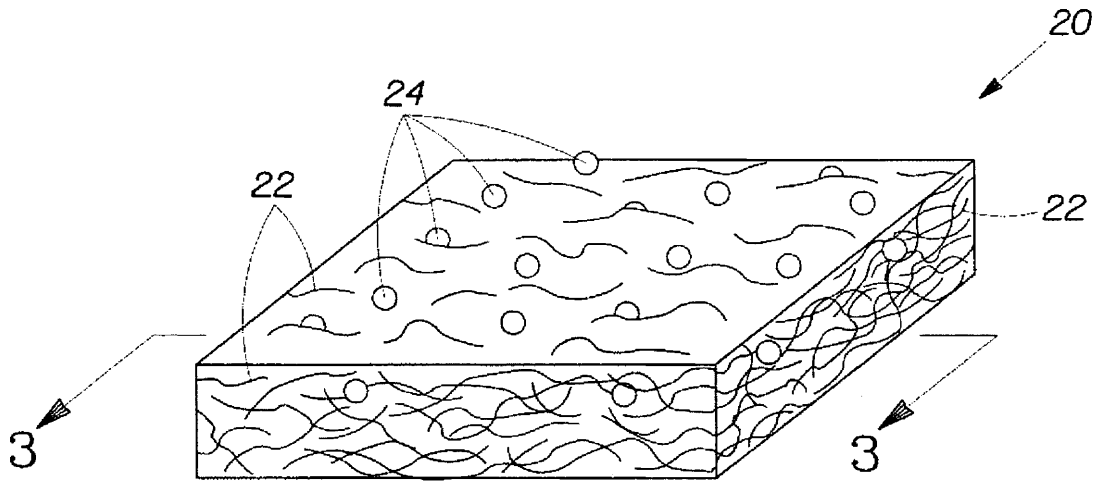


Fig. 2

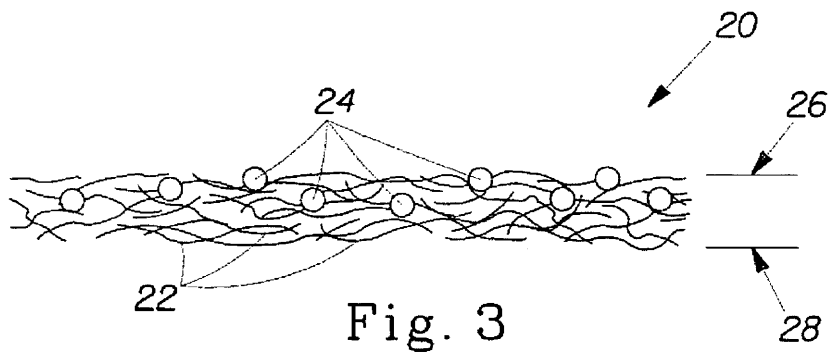


Fig. 3

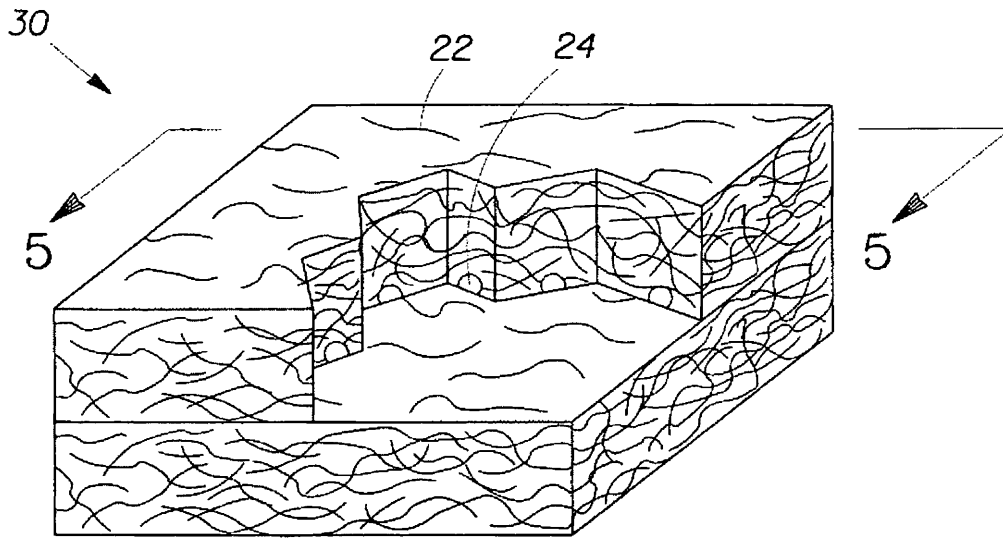


Fig. 4

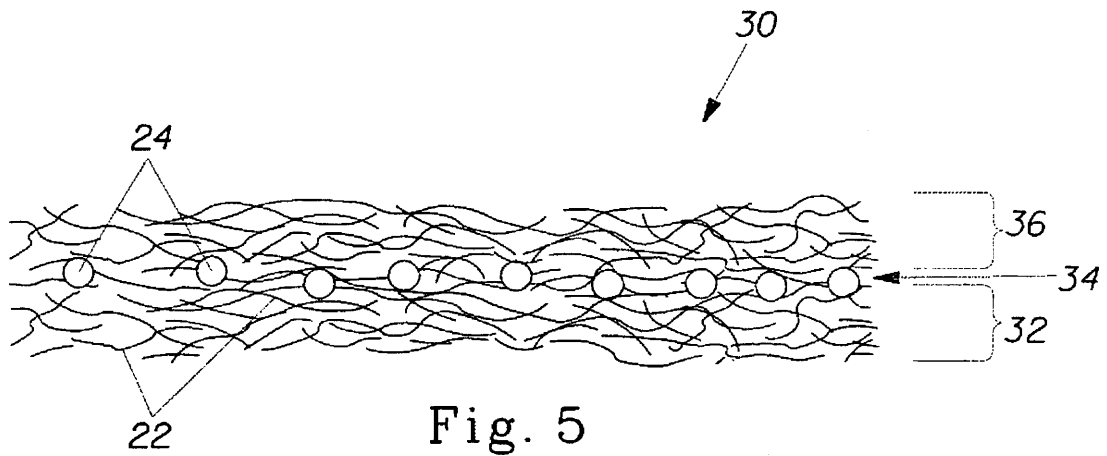


Fig. 5

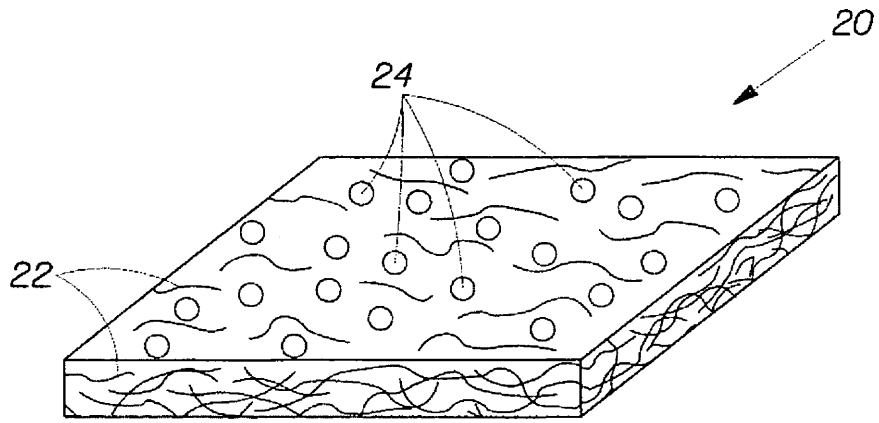


Fig. 6

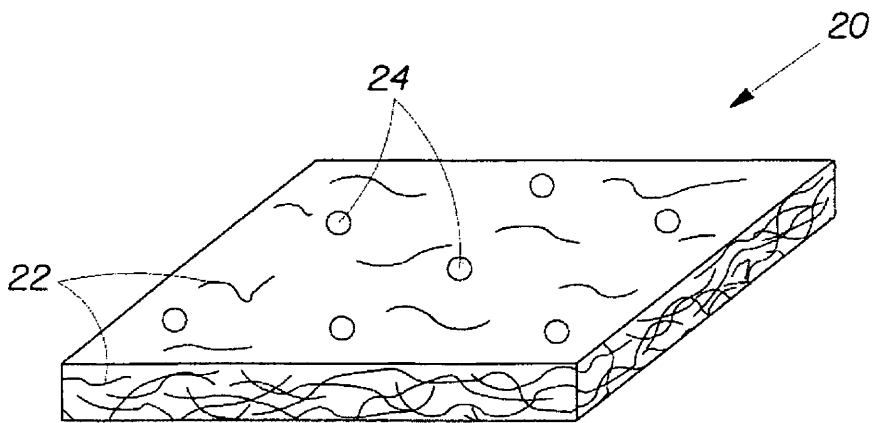


Fig. 7