

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 383 443**

51 Int. Cl.:

D21H 11/16 (2006.01)

D21H 17/47 (2006.01)

D21H 21/22 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **03757479 .5**

96 Fecha de presentación: **11.06.2003**

97 Número de publicación de la solicitud: **1534892**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **01.06.2005**

54 Título: **Fibra celulósica químicamente reticulada y método de fabricar la misma**

30 Prioridad:
11.06.2002 US 166254

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
21.06.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
21.06.2012

73 Titular/es:
**Rayonier TRS Holding Inc.
4474 Savannah Highway
Jesup GA 31598, US**

72 Inventor/es:
**HAMED, Othman A.;
CHMIELEWSKI, Harry J. y
MCBEE, Dana B.**

74 Agente/Representante:
Lehmann Novo, Isabel

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).

ES 2 383 443 T3

DESCRIPCIÓN

Fibra celulósica químicamente reticulada y método de fabricar la misma.

La presente invención se refiere a una fibra celulósica reticulada, que se puede obtener haciendo reaccionar pasta papelerera en forma de lámina o pasta en copos con uno o más reactivos seleccionados de moléculas orgánicas con grupos ácido y aldehído (p. ej., aldehídos de ácidos). La invención se refiere también a un método para producir la fibra reticulada. Las fibras reticuladas de la presente invención se caracterizan por tener una tasa de adquisición, suavidad, elasticidad, capacidad absorbente, capacidad de retención centrífuga, hinchamiento libre y absorbencia bajo carga mejorados.

Artículos absorbentes destinados al cuidado personal tales como compresas para incontinencia en adultos, productos para el cuidado femenino y pañales infantiles están constituidos, típicamente, por al menos una lámina superior, una lámina de respaldo, un núcleo absorbente dispuesto entre la lámina superior y la lámina de respaldo y una capa de adquisición entre la lámina superior y el núcleo absorbente. La capa de adquisición, constituida, por ejemplo, por fibras de adquisición, está habitualmente incorporada en los artículos absorbentes para proporcionar una mejor distribución de líquido, un aumento de la tasa de absorción de líquido y para reducir el bloqueo de gel. En la técnica se conoce una amplia diversidad de fibras de adquisición, entre ellas se incluyen fibras sintéticas, un material compuesto de fibras celulósicas y fibras sintéticas, y fibra celulósica reticulada. Se prefiere la fibra de celulosa reticulada, ya que es abundante, es biodegradable y es relativamente económica.

Fibras de celulosa reticuladas y procedimiento para producirlas han sido descritos en la bibliografía durante muchos años (véase, por ejemplo G. C. Tesoro, Cross-Linking of Cellulose, en Handbook of Fiber Science and technology, Vol II, M. Lewis y S. B. Sello comps. págs. 1-46, Marcel Decker, Nueva York (1993)). Las fibras de celulosa reticuladas se producen típicamente haciendo reaccionar celulosa con agentes multifuncionales que son capaces de reaccionar con los grupos hidroxilo de las unidades repetitivas de anhidroglucosa de la celulosa, ya sea en la misma cadena o en cadenas vecinas simultáneamente. Fibras de celulosa reticuladas se caracterizan generalmente por su elevada capacidad absorbente y su alta elasticidad en los estados húmedo y seco.

Desde el desarrollo de fibras de celulosa reticuladas se han descubierto muchos agentes reticulantes. Productos de formaldehído y de urea-formaldehído se encontraban entre los primeros agentes utilizados para reticular fibras celulósicas. Agentes reticulantes de este tipo se describen, por ejemplo, en las patentes de EE.UU. n.ºs 2.764.573; 3.260.565; 3.112.156; 3.224.926; 3.241.533; 3.932.209; 3.756.913; 4.035.147 y 5.225.047, cuyas descripciones se incorporan como referencia en esta memoria en su totalidad.

Han surgido problemas de seguridad por el uso de productos de formaldehído y de urea-formaldehído en calidad de agentes reticulantes. Estos problemas han creado una necesidad de agentes reticulantes que no contengan formaldehído para reemplazar a los agentes reticulantes de formaldehído y de urea-formaldehído. A la vista de esta necesidad, se ha puesto a disposición un cierto número de nuevos agentes reticulantes para fibras celulósicas.

Monómeros con grupos multifuncionales tales como grupos ácido carboxílico y grupos aldehído se han utilizado ampliamente como agentes reticulantes para fibras celulósicas. Por ejemplo, ácidos alcanopolicarboxílicos son capaces de reticular fibras de celulosa formando un enlace éster con los grupos hidroxilo de la fibra. La reticulación puede producirse tras calentar el ácido alcanopolicarboxílico con la fibra celulósica en presencia de un catalizador tal como hipofosfito de sodio, a una temperatura superior a 165°C (véanse, por ejemplo, las patentes de EE.UU. n.ºs 5.273.549; 5.137.537; 4.820.307; 4.936.865 y 5.042.986 y la patente europea 0.427.316 B1, cuyas descripciones se incorporan como referencia en esta memoria en su totalidad). Dialdehídos (por ejemplo gliosal) son capaces de reticular grupos hidroxilo de la celulosa a través de enlaces acetal (véanse, por ejemplo, las patentes de EE.UU. n.ºs 4.889.595; 4.472.167; 4.822.453 y 6.207.278 B1, cuyas descripciones se incorporan como referencia en esta memoria en su totalidad).

Un problema asociado con el uso de ácido alcanopolicarboxílico es que las fibras celulósicas reticuladas con ello tienden a perder su reticulación tras el almacenamiento y revierten a fibras no reticuladas. Por consiguiente, las fibras pierden sus propiedades mecánicas favorables que se obtuvieron tras la reticulación. Un intento de resolver este problema era utilizar agentes de reticulación poliméricos. La patente internacional n.º WO99/31312 describe el uso de un ácido policarboxílico polimérico con un peso molecular mayor que 500 en calidad de un agente reticulante para fibras celulósicas. La patente de EE.UU. n.º 6.290.967 B1, cuya descripción se incorpora como referencia en esta memoria en su totalidad, describe el uso de polihidroxialquileurea con al menos dos restos urea en calidad de un agente reticulante para fibras celulósicas. A pesar de que la reticulación de las fibras con ácido policarboxílico polimérico ha sido un éxito e imparte varias ventajas a la fibra reticulada, los expertos en la técnica han buscado reactivos y procedimientos sencillos para producir fibras celulósicas reticuladas con una decoloración reducida, nudos y arrugas.

Las fibras celulósicas son típicamente reticuladas en forma de pasta en copos. Procedimientos para producir fibra reticulada en forma de pasta en copos comprenden sumergir la fibra hinchada o no hinchada en una disolución acuosa de agente reticulante, catalizador y suavizante. La fibra, así tratada, se reticula entonces habitualmente calentándola a temperaturas elevadas en el estado hinchado, según se describe en la patente de EE.UU. nº 3.241.553, o en el estado colapsado después del desfibrado, según se describe en la patente de EE.UU. nº 3.224.926 y en la patente europea nº 0.427.361 B1, cada una de cuyas descripciones se incorporan como referencia en esta memoria en su totalidad.

Se piensa que la reticulación de fibras en la forma de pasta en copos mejora las propiedades físicas y químicas de las fibras de muchas maneras, tales como mejorando la elasticidad (en los estados seco y húmedo), aumentando la absorbancia, reduciendo el arrugamiento y mejorando la resistencia a la contracción. Desgraciadamente, se ha encontrado que dicha reticulación, si se lleva a cabo en una fibra en forma de lámina, tiende a crear problemas sustanciales en el producto final. Estos problemas incluyen una rotura seria de la fibra y cantidades incrementadas de nudos y apelmazamientos duros de fibras ("nits"). Estos inconvenientes hacen al producto reticulado totalmente inadecuado para muchas aplicaciones. Se han intentado varias estrategias para superar estos problemas, muchas de las cuales han hecho a la reticulación incluso más complicada, laboriosa y costosa (véase, por ejemplo, las patentes de EE.UU. nºs 5.399.240; 4.204.054; y 3.434.918, cuyas descripciones se incorporan como referencia en su totalidad en esta memoria).

El documento US 5.858.021 describe un procedimiento para tratar fibras celulósicas utilizando un hidróxido de metal alcalino, fibras celulósicas que se utilizan para preparar productos absorbentes desechables destinados a la absorción de fluidos tales como fluidos corporales. El documento US 6.938.995 describía un procedimiento para producir telas no tejidas, basadas en materiales celulósicos y depositadas por aire, que son adecuadas para el uso en productos absorbentes para el cuidado personal. A partir de fibras basadas en materiales celulósicos se forma una tela no tejida de baja densidad, resistente a la compresión y basada en material celulósico, con una buena absorbancia y resistencia a la tracción, fibras que se tratan para su uso en un procedimiento de deposición por aire, con una dispersión acuosa de un aglutinante polimérico auto-reticulable y un agente rigidizante químico para las fibras celulósicas, y luego se secan a temperaturas que dan como resultado una reticulación dentro de las fibras. El documento WO 97/04162 describe láminas de pasta papelera absorbentes, depositadas en húmedo, adecuadas para la conversión inmediata en productos absorbentes preparados a partir de pasta papelera tratada con una disolución cáustica fría para producir una pasta papelera extraída, cáustica fría.

La descripción en esta memoria de determinadas ventajas y desventajas de fibras celulósicas reticuladas conocidas y métodos para su preparación no pretende limitar el alcance de la presente invención. De hecho, la presente invención puede incluir alguno o la totalidad de los métodos y reactivos químicos descritos anteriormente, sin padecer las mismas desventajas.

Sumario

A la vista de los problemas asociados con algunos de los procedimientos de reticulación conocidos, existe la necesidad de desarrollar un agente reticulante exento de catalizador que ofrezca a la fibra celulósica ventajas que se observan ahora con fibras reticuladas convencionales, producidas al utilizar catalizadores. Existe también una necesidad de proporcionar un procedimiento simple y relativamente económico para reticular fibras celulósicas en forma de lámina y de pasta en copos que produzca fibras celulósicas reticuladas que estén esencialmente exentas de nudos y arrugas. Se apreciará, sin embargo, que los nudos son ventajosos para algunas aplicaciones y, por consiguiente, la presente invención no está limitada, de modo alguno, a producir fibras celulósicas reticuladas sustancialmente exentas de nudos. La presente invención desea cumplir estas necesidades y proporciona ventajas relacionadas adicionales.

Por lo tanto, es una característica de una realización de la invención proporcionar fibras celulósicas reticuladas que tengan tasas de adquisición, suavidad, elasticidad, capacidad absorbente, capacidad de retención centrífuga, hinchamiento libre y absorbancia bajo carga mejoradas. Un método para reticular una fibra celulósica es relativamente sencillo y económico.

De acuerdo con estas y otras características de realizaciones de la invención, se proporciona una fibra celulósica químicamente reticulada que tiene una capacidad de retención centrífuga, según se determina de acuerdo con el protocolo de ensayo descrito en esta memoria, de menos de aproximadamente 0,48 gramos de una disolución salina al 0,9% en peso por gramo de fibra (en lo que sigue "g/g") y de menos de aproximadamente 0,60 g/g cuando la fibra está reticulada con al menos un agente reticulante de aldehído de ácido. Preferiblemente, la fibra celulósica químicamente reticulada tiene también propiedades deseables tales como un hinchamiento libre mayor que aproximadamente 10 g/g, una capacidad absorbente mayor que aproximadamente 9,0 g/g, una absorbancia bajo

carga mayor que aproximadamente 8,0 g/g, menos de aproximadamente 10% de nudos, menos de aproximadamente 6,5% de finos, una tasa de adquisición tras el tercer ataque menor que aproximadamente 10,0 segundos y un brillo ISO mayor que aproximadamente 80%. Estas propiedades se pueden alcanzar individualmente o en diversas combinaciones entre sí.

Un método para producir una fibra celulósica reticulada incluye suministrar un agente reticulante a una lámina de fibras celulósicas tratadas de un modo cáustico, secar y curar la lámina para proporcionar una fibra reticulada. Otro método adecuado incluye suministrar un agente reticulante a una fibra de celulosa en forma de pasta en copos, secar, desfibrar y curar la fibra de la pasta en copos para proporcionar una fibra reticulada.

Las fibras celulósicas químicamente reticuladas de la presente invención se pueden utilizar en un núcleo absorbente de un artículo absorbente. La fibra reticulada y el núcleo absorbente se pueden incorporar en un artículo absorbente.

Las fibras reticuladas de la presente invención tienen preferiblemente características de volumen específico, porosidad y absorción reforzadas, pueden estar esencialmente exentas de apelmazamientos duros de fibras y nudos, si se desea, y están esencialmente libres de decoloración y tienen un brillo reforzado. Estos y otros objetos, características y ventajas de la presente invención resultarán más evidentes a partir de la siguiente descripción detallada de las realizaciones preferidas de la invención y de los dibujos adjuntos.

Figura 1 ilustra un espectro infrarrojo (IR) de una fibra reticulada de la presente invención, en donde la fibra fue tratada con ácido glioxílico al 10%, secada y curada a 370° F (187,8°C) durante 15 min.

Figura 2 ilustra un IR de una fibra reticulada de la presente invención, en donde la fibra fue tratada con ácido glioxílico al 45%, secada y curada a 370° F (187,8°C) durante 15 min.

Figuras 3a y 3b son fotografías de microscopio electrónico de barrido (SEM) de una fibra reticulada de la presente invención

Figuras 4a y 4b son fotografías SEM de una fibra reticulada de la presente invención, tomada a diferentes aumentos,

Figuras 5a y 5b son fotografías SEM de una fibra de la presente invención, reticulada con una combinación de agentes reticulantes,

Figuras 6a y 6b son fotografías SEM de secciones transversales de una fibra reticulada de la presente invención.

Descripción Detallada de Realizaciones

La presente invención está dirigida a fibras celulósicas químicamente reticuladas. El método de producirlas comprende reticular la fibra celulósica en forma de lámina, rollo o pasta en copos con un agente reticulante multifuncional.

Tal como se utiliza en esta memoria, las expresiones, “prenda absorbente”, “artículo absorbente” o, simplemente, “artículo” o “prenda” se refieren a mecanismos que absorben y contienen fluidos corporales y otros exudados corporales. Más específicamente, estas expresiones se refieren a prendas que se colocan contra o próximas al cuerpo de un usuario para absorber y contener los diversos exudados descargados del cuerpo. Una lista no exhaustiva de ejemplos de prendas absorbentes incluye pañales, cubiertas de pañales, pañales desechables, calzoncitos de entrenamiento, productos higiénicos femeninos y productos de incontinencia de adultos. Prendas de este tipo pueden estar destinadas a ser desechadas o parcialmente desechadas después de un solo uso (prendas “desechables”). Prendas de este tipo pueden comprender esencialmente una estructura única inseparable (prendas “unitarias”) o pueden comprender inserciones reemplazables u otras partes intercambiables.

La presente invención se puede utilizar con todas las clases de prendas absorbentes que anteceden, sin limitación, ya sean desechables o de otro modo. Algunas de las realizaciones descritas en esta memoria proporcionan, como una estructura a modo de ejemplo, un pañal infantil, pero éste no pretende limitar la invención reivindicada. Se comprenderá que la invención comprende, sin limitación, todas las clases y tipos de prendas absorbentes, incluidas las descritas en esta memoria.

A lo largo de esta descripción, las expresiones “capa superior”, “capa inferior”, “por encima” y “por debajo”, que se refieren a los diversos componentes incluidos en el material absorbente, se utilizan para describir la relación espacial

entre los respectivos componentes. La capa superior o componente “por encima” del otro componente no necesita siempre permanecer verticalmente por encima del núcleo o componente, y la capa inferior o componente “por debajo” del otro componente no necesita siempre permanecer verticalmente por debajo del núcleo o componente. Dentro del contexto de la presente invención se contemplan otras configuraciones.

5 El término “componente” se puede referir, pero no se limita a regiones seleccionadas designadas tales como bordes, esquinas, lados o similares; miembros estructurales tales como tiras elásticas, compresas absorbentes, capas o paneles estirables, capas de material, o similares.

10 A lo largo de esta descripción, el término “dispuesto” y las expresiones “dispuesto sobre”, “dispuesto por encima”, “dispuesto por debajo”, “disponer sobre”, “dispuesto en”, “dispuesto entre” y variaciones de los mismos pretenden dar a entender que un elemento puede ser enterizo con otro elemento, o que un elemento puede ser una estructura separada unida a o colocada con o colocada próxima a otro elemento. Así, un componente que está “dispuesto sobre” un elemento de la prenda absorbente se puede conformar o aplicar directa o indirectamente a una superficie del elemento, conformar o aplicar entre capas de un elemento de múltiples capas, conformar o aplicar a un sustrato que está colocado con o próximo al elemento, conformar o aplicar dentro de una capa del elemento u otro sustrato, u otras variaciones o combinaciones de los mismos.

20 A lo largo de esta descripción, los términos “lámina superior” y “lámina de respaldo” designan la relación de estos materiales o capas con respecto al núcleo absorbente. Se entiende que entre el núcleo absorbente y la lámina superior y la lámina de respaldo pueden estar presentes capas adicionales, y que las capas adicionales y otros materiales pueden estar presentes en la capa opuesta al núcleo absorbente ya sea desde la lámina superior o la lámina de respaldo.

25 A lo largo de esta descripción, el término “impregnado”, en la medida en que se refiera a un agente reticulante impregnado en una fibra, indica una mezcla íntima de agentes reticulantes y fibra celulósica, en donde el agente reticulante puede estar adherido a las fibras, adsorbido sobre la superficie de las fibras o enlazado a través de un producto químico, hidrógeno u otra unión (p. ej., fuerzas de van der Waals) a las fibras. Impregnado, en el contexto de la presente invención, no necesita necesariamente significar que el agente reticulante está dispuesto físicamente por debajo de la superficie de las fibras.

30 A lo largo de esta descripción, la expresión “segundo” o “agente reticulante secundario” indica un agente reticulante adicional, y de modo alguno pretende dar a entender que el agente reticulante segundo o secundario está presente en una cantidad menor que el primer agente reticulante. De hecho, un cierto número de realizaciones de la invención incluyen aquellas en las que el agente reticulante secundario está presente en una cantidad mayor que el primer agente reticulante. Por ejemplo, en la invención se puede utilizar una mezcla de agentes reticulantes, en donde el primer agente reticulante es ácido glioxílico y está presente en una cantidad de 20% en peso y, el agente reticulante secundario es ácido cítrico y está presente en una cantidad de 80% en peso.

40 La presente invención se refiere a fibras químicamente reticuladas que son útiles en artículos absorbentes y, en particular, que son útiles para formar núcleos absorbentes o capas de adquisición en el artículo absorbente. La construcción particular de un artículo absorbente no es crítica para la presente invención, y cualquier artículo absorbente puede beneficiarse de esta invención. Prendas absorbentes adecuadas se describen, por ejemplo, en las patentes de EE.UU. n°s 5.281.207 y 6.068.620, cada una de cuyas descripciones se incorporan como referencia en esta memoria en su totalidad, incluidos sus respectivos dibujos. Los expertos en la técnica serán capaces de utilizar las fibras celulósicas químicamente reticuladas de la presente invención en prendas absorbentes, núcleos, capas de adquisición y similares, utilizando las directrices proporcionadas en esta memoria.

50 Las fibras celulósicas reticuladas de acuerdo con la presente invención poseen preferiblemente características que son deseables en artículos absorbentes. Por ejemplo, las fibras celulósicas reticuladas tienen preferiblemente una capacidad de retención centrífuga de menos de aproximadamente 0,48 g de disolución salina sintética por gramo de fibra (en lo que sigue “g/g”) y de menos de aproximadamente 0,60 g/g cuando están reticuladas con un agente reticulante de aldehído de ácido. La fibra celulósica químicamente reticulada tiene también propiedades deseables tales como un hinchamiento libre mayor que aproximadamente 10 g/g, una capacidad absorbente mayor que aproximadamente 9,0 g/g, una absorbancia bajo carga mayor que aproximadamente 8,0 g/g, menos de aproximadamente 10% de nudos, menos de aproximadamente 6,5% de finos, una tasa de adquisición tras el tercer ataque (o tercera penetración de ataque) de menos de aproximadamente 10,0 segundos y un valor del brillo ISO mayor que aproximadamente 80%. Las características particulares de las fibras celulósicas reticuladas de la invención se determinan de acuerdo con los procesos descritos con mayor detalle en los ejemplos.

60 La capacidad de retención centrífuga mide la capacidad de la fibra para retener fluido frente a una fuerza centrífuga. Se prefiere que las fibras de la invención tengan una capacidad de retención centrífuga menor que aproximadamente

0,48 g/g cuando están reticuladas con cualquier agente reticulante, más preferiblemente menor que aproximadamente 0,45 g/g, incluso más preferiblemente menor que 0,4 g/g y, lo más preferiblemente, menor que aproximadamente 0,39 g/g. Las fibras celulósicas reticuladas de la presente invención pueden tener una capacidad de retención centrífuga tan baja como aproximadamente 0,37 g/g. Se prefiere también que las fibras de la invención
5 tengan una capacidad de retención centrífuga menor que aproximadamente 0,60 g/g cuando se reticulan con un agente reticulante de aldehído de ácido, más preferiblemente menor que aproximadamente 0,55 g/g, incluso más preferiblemente menor que 0,5 g/g y, lo más preferiblemente, menor que aproximadamente 0,43 g/g.

El hinchamiento libre mide la capacidad de la fibra de absorber fluidos sin estar sometidas a una presión de confinamiento o restricción. El hinchamiento libre se determina preferiblemente por el método de la bolsita de té descrito en esta memoria. Se prefiere que las fibras de la invención tengan un hinchamiento libre mayor que aproximadamente 10 g/g, más preferiblemente mayor que aproximadamente 13 g/g, incluso más preferiblemente mayor que 18 g/g y, lo más preferiblemente, mayor que aproximadamente 22 g/g. Las fibras celulósicas reticuladas de la presente invención pueden tener un hinchamiento libre tan elevado como de aproximadamente 29 g/g.
15

La capacidad absorbente mide la capacidad de la fibra a absorber fluido mientras se encuentra bajo una presión de confinamiento o restricción. Se prefiere que las fibras de la invención tengan una capacidad absorbente mayor que aproximadamente 9,0 g/g, más preferiblemente mayor que aproximadamente 9,5 g/g, incluso más preferiblemente mayor que aproximadamente 10,5 g/g y, lo más preferiblemente, mayor que aproximadamente 11,0 g/g. Las fibras celulósicas reticuladas de la presente invención pueden tener una capacidad absorbente tan elevada como de aproximadamente 16,0 g/g.
20

La absorbencia bajo carga mide la capacidad de la fibra de absorber fluido frente a una fuerza de restricción o de confinamiento a lo largo de un período de tiempo dado. Se prefiere que las fibras de la invención tengan una absorbencia bajo carga mayor que aproximadamente 8,0 g/g, a pesar de que ésta puede ser tan baja como de 7,5 g/g, más preferiblemente mayor que aproximadamente 8,5 g/g y, lo más preferiblemente, mayor que aproximadamente 9,0 g/g. Las fibras celulósicas reticuladas de la presente invención pueden tener una absorbencia bajo carga tan elevada como de aproximadamente 14,0 g/g.
25

La tercera penetración de ataque mide la capacidad de la fibra de adquirir fluido, y se mide en términos de segundos. Se prefiere que las fibras de la invención tengan una tercera penetración de ataque menor que aproximadamente 10,0 segundos, más preferiblemente menor que aproximadamente 9,7 segundos, incluso más preferiblemente menor que 9,5 segundos y, lo más preferiblemente, menor que aproximadamente 9,0 segundos. Las fibras celulósicas reticuladas de la presente invención pueden tener una tercera penetración de ataque tan baja como de aproximadamente 6,1 segundos.
30

Las fibras reticuladas de la presente invención tienen preferiblemente menos de aproximadamente 10% de nudos, más preferiblemente menos de aproximadamente 5% de nudos y, lo más preferiblemente, menos de aproximadamente 3% de nudos. Las fibras reticuladas de la presente invención tienen también preferiblemente menos de aproximadamente 6,5% de finos, preferiblemente menos de aproximadamente 6,3% de finos y, lo más preferiblemente, menos de aproximadamente 6,0% de finos. De hecho, las fibras celulósicas reticuladas de la presente invención pueden tener una cantidad de finos tan baja como de aproximadamente 3,2%.
40

Se prefiere también en la presente invención que las fibras reticuladas tengan una consistencia en seco de al menos aproximadamente 12 cm³/g de fibra, más preferiblemente de al menos aproximadamente 12,5 cm³/g de fibra, incluso más preferiblemente de al menos aproximadamente 13 cm³/g de fibra y, lo más preferiblemente, de al menos aproximadamente 13,5 cm³/g de fibra.
45

El brillo de ISO mide el brillo de las fibras, y se mide utilizando los métodos TAPPI T2T2 y T525. Se prefiere que el brillo ISO de las fibras reticuladas de la presente invención sea mayor que 80%, más preferiblemente mayor que aproximadamente 83%, incluso más preferiblemente mayor que aproximadamente 84,5% y, lo más preferiblemente, mayor que aproximadamente 85%. Se prefiere que el brillo ISO de las fibras refleje el brillo de las fibras cuando se transforman en una compres.
50

En la invención se pueden utilizar cualesquiera fibras celulósicas, en la medida en que proporcionen las características físicas de las fibras descritas anteriormente. Fibras celulósicas adecuadas para uso en conformar las fibras reticuladas de la presente invención incluyen aquellas derivadas primariamente de pasta de madera. Pasta de madera adecuada se puede obtener de cualquiera de los procesos químicos convencionales tales como los procesos Kraft y al sulfito. Fibras preferidas son aquellas obtenidas de diversa pasta de madera blanda tales como pino del sur, pino blanco, pino del Caribe, cicuta occidental, diversos abetos (p. ej., abeto Sitka), douglasia o mezclas y combinaciones de los mismos. Fibras obtenidas a partir de fuentes de pasta de madera dura tales como árbol de caucho, arce, roble, eucalipto, chopo, haya y álamo, o mezclas y combinaciones de los mismos también se pueden
55
60

utilizar en la presente invención. Otra fibra celulósica derivada de linter de algodón, bagazo, lana basta de fibra corta, lino y hierba también se pueden utilizar en la presente invención. La fibra puede estar constituida por una mezcla de dos o más de los productos de pasta de celulosa que anteceden. Fibras particularmente preferidas para uso en la formación de las fibras reticuladas de la presente invención son las derivadas de pasta de madera preparada por los procedimientos Kraft y de pasta al sulfito.

Las fibras celulósicas se pueden derivar de fibras de cualquiera de una diversidad de formas. Por ejemplo, un aspecto de la presente invención contempla utilizar fibras celulósicas en forma de lámina, rollo o pasta en copos. En otro aspecto de la invención, la fibra puede estar en forma de una esterilla de material no tejido. Fibras en forma de esterilla no son necesariamente enrolladas en una forma de rollo y, típicamente, tienen una densidad menor que las fibras en forma de lámina. Todavía en otra característica de una realización de la invención, la fibra se puede utilizar en el estado húmedo o seco. Se prefiere en la presente invención que las fibras celulósicas se empleen en el estado seco.

Las fibras de la presente invención tienen preferiblemente una elevada pureza en superficie de celulosa, pero no se requiere necesariamente que las fibras celulósicas tengan una elevada pureza aparente de celulosa. Se prefiere que la fibra celulósica sea reticulada en la forma de lámina o rollo y, más preferiblemente, sea una fibra tratada de modo cáustico con una "elevada pureza de celulosa". La elevada pureza de celulosa se refiere a la pureza en superficie de las fibras celulósicas. A lo largo de esta descripción, la expresión "elevada pureza de celulosa" se refiere a pasta papelera que comprende al menos aproximadamente 65%, de preferencia al menos 75% y, lo más preferiblemente, al menos aproximadamente 90% de α -celulosa.

La fibra celulósica que está reticulada de acuerdo con la presente invención, mientras que se encuentra en forma de pasta en copos, puede ser cualquiera de las fibras de pasta maderera o fibra procedente de cualquier otra fuente descrita previamente. En otro aspecto de la invención, las fibras reticuladas en la forma de pasta en copos, adecuadas para uso en la presente invención, incluyen fibra tratada de un modo cáustico.

El tratamiento cáustico se puede llevar a cabo por cualquier método conocido en la técnica, tales como los descritos en Cellulose and Cellulose Derivatives, Vol. V, Parte 1, Ott, Spurlin y Grafflin, comps. Interscience Publisher (1954). El tratamiento cáustico de la pasta papelera se puede llevar a cabo mezclando pasta papelera en una disolución acuosa de un metal alcalino tal como hidróxido de sodio, lavando, neutralizando o lavando y neutralizando y, opcionalmente, secando la pasta papelera.

Los componentes cáusticos utilizados en el tratamiento cáustico sirven para extraer residuos tales como lignina y hemicelulosa que pueden quedar en la pasta después de los procesos de trituración y blanqueo. Mientras que no se pretende estar ligado por teoría alguna, los autores de la invención piensan que estos residuos pueden ser los responsables de los nudos, apelmazamientos duros de fibras y de la decoloración en la fibra reticulada, preparada por métodos de reticulación tradicionales. Además, el tratamiento con una disolución cáustica a concentraciones específicas es capaz de convertir la celulosa de su forma estructural nativa, celulosa I, en una forma más termodinámicamente estable y menos cristalina, celulosa II.

Reactivos adecuados para el tratamiento cáustico incluyen, pero no se limitan a hidróxidos de metales alcalinos tales como hidróxido de sodio, hidróxido de potasio, hidróxido de calcio e hidróxido de rubidio, hidróxidos de litio e hidróxidos de benciltrimetilamonio. Hidróxido de sodio es un reactivo particularmente preferido para uso en el tratamiento cáustico para producir fibras celulósicas adecuadas para la reticulación de acuerdo con la presente invención. La pasta papelera de la invención se trata preferiblemente con una disolución acuosa que contiene de aproximadamente 4 a aproximadamente 30% en peso de hidróxido de sodio, más preferiblemente de aproximadamente 6 a aproximadamente 20% y, lo más preferiblemente, de aproximadamente 12 a aproximadamente 16% en peso, basado en el peso de la disolución. El tratamiento cáustico puede realizarse durante o después del blanqueo, la purificación y el secado. Preferiblemente, el tratamiento cáustico se lleva a cabo durante el proceso de blanqueo y/o secado.

Se prefiere en la presente invención que el tratamiento cáustico se lleve a cabo a o aproximadamente a la temperatura ambiente. Los expertos en la técnica serán capaces de tratar las fibras con componentes cáusticos a una temperatura adecuada para efectuar una reticulación eficaz utilizando las directrices proporcionadas en esta memoria.

Después de la extracción cáustica, la fibra de celulosa puede ser de cualquier pureza, y, preferiblemente, es de una elevada pureza en celulosa, conteniendo más de 65% en peso, preferiblemente más de 70% e incluso más preferiblemente al menos aproximadamente 80% en peso de α -celulosa. Se prefiere incluso más que la fibra de celulosa esté constituida por al menos aproximadamente 90% en peso, más preferiblemente al menos aproximadamente 95% en peso y, lo más preferiblemente, al menos aproximadamente 97% en peso de α -celulosa.

Pasta papelera extractiva cáustica, comercialmente disponible, para uso en la presente invención incluye, por ejemplo, Porosanier-J-HP, disponible de Rayonier Performance Fibers Division (Jesup, GA), y productos HPZ de Buckeye, disponibles de Buckeye Technologies (Perry, FL).

Agentes reticulantes adecuados para uso en la presente invención incluyen aldehídos de ácido. Tal como se utiliza en esta memoria, la expresión "aldehído de ácido" se refiere a moléculas orgánicas con grupos funcionales ácido carboxílico y aldehído tales como ácido glioxílico y semialdehído succínico. El ácido glioxílico es particularmente preferido para uso en la presente invención.

De acuerdo con otra característica de la invención, ésta proporciona fibras químicamente reticuladas que están reticuladas con una mezcla de uno o más agentes reticulantes que incluyen un aldehído de ácido y un agente reticulante adicional o segundo. Para esta realización, se puede utilizar cualquier agente reticulante en calidad de agente reticulante secundario o uno o más agentes reticulantes adicionales. Agentes reticulantes adicionales adecuados para uso en la presente invención incluyen poliepóxidos que contienen alquilos saturados, insaturados, ramificados o no ramificados, hidrófobos tales como 1,4-ciclohexanodimetanol-diglicidil-éter, 1,2-ciclohexanodicarboxilato de diglicidilo, N,N-diglicidilalanilina, N,N-diglicidil-4-glicidiloxianilina y 1,2,3,4-tetrahidroftalato de diglicidilo y glicerol propoxilato triglicidil éter. También se pueden utilizar diversas combinaciones de estos agentes reticulantes.

Otros agentes reticulantes adicionales adecuados incluyen ácidos policarboxílicos C₂-C₉ tales como ácido butanotetracarboxílico, ácido cítrico, ácido itacónico, ácido maleico, ácido tartárico y ácido glutárico. Otros agentes reticulantes adicionales preferidos incluyen ácidos policarboxílicos comercialmente disponibles como, por ejemplo, ácido poliacrílico, ácido polimaleico, ácido poli-itacónico, ácido poliaspártico y ácido polimetacrílico. Combinaciones particularmente preferidas de agentes reticulantes incluyen una mezcla de ácido glioxílico y ácido cítrico, una mezcla de ácido glioxílico y ácido polimaleico y mezclas de ácido glioxílico, ácido cítrico y ácido polimaleico.

En una característica de una realización de la invención, el agente reticulante se puede aplicar a la fibra de celulosa en una disolución acuosa. Preferiblemente, la disolución acuosa tiene un pH de aproximadamente 1 a aproximadamente 5, más preferiblemente de aproximadamente 2 a aproximadamente 3. Los autores de la presente invención han descubierto que se puede utilizar una disolución acuosa de un agente reticulante de aldehído de ácido como tal, sin ningún agente del control del pH adyacente o adicional.

En otra característica de una realización de la invención, se puede utilizar un agente reticulante adicional insoluble en agua, p. ej. un poliepóxido. Cuando se utiliza un agente reticulante adicional insoluble en agua de este tipo se prefiere añadir una pequeña cantidad de un tensioactivo (*p. ej.*, unas pocas gotas - menos de 1% en peso), y los agentes reticulantes se pueden luego aplicar a la fibra en forma de una dispersión en oposición a una disolución acuosa.

En general, se puede utilizar cualquier tipo de tensioactivo capaz de formar una dispersión con el agente reticulante adicional insoluble en agua. Tensioactivos adecuados incluyen tensioactivos no iónicos, aniónicos o catiónicos, o mezclas y combinaciones de tensioactivos que sean compatibles uno con otro. Preferiblemente, el tensioactivo se selecciona de Triton X-100 (Rohm and Haas), Triton X405 (Rohm and Haas), lauril-sulfato de sodio, cloruro de lauril-bromoetil-amonio, nonilfenoles etoxilados, polioxietilen-alquil-éteres, polioxietilen-alquil-éteres y éster de polioxietileno de ácidos grasos.

La fibra celulósica se trata preferiblemente con una cantidad eficaz de agente reticulante para conseguir las propiedades absorbentes y las características físicas descritas en esta memoria. Generalmente, las fibras se tratan con aproximadamente 1,0% a 10,0% en peso de agente reticulante, más preferiblemente de aproximadamente 2% a 6% y, lo más preferiblemente, de aproximadamente 3% a 5%. El agente reticulante adicional, si se utiliza, está preferiblemente presente en la mezcla en una cantidad de aproximadamente 5 a aproximadamente 90% en peso, basado en el peso total de la mezcla de agentes reticulantes, más preferiblemente, el agente reticulante adicional está presente en una cantidad de aproximadamente 20 a 60% en peso, basado en el peso total de la mezcla de agentes reticulantes.

Opcionalmente, el método de formar la fibra celulósica de acuerdo con la invención incluye un catalizador para acelerar la formación de un enlace éster entre los grupos hidroxilo de la celulosa y los grupos aldehído de ácido del agente reticulante. La reacción de reticulación de la presente invención, sin embargo, no requiere un catalizador. En la medida en que se utilice un catalizador, se podría utilizar en la presente invención cualquier catalizador conocido en la técnica que sea capaz de acelerar la formación de un enlace éster entre grupos hidroxilo y grupos ácido. Catalizadores adecuados para la reticulación incluyen sales de metales alcalinos de ácidos con contenido en fósforo tales como hipofosfitos de metales alcalinos, fosfitos de metales alcalinos, polifosfonatos de metales alcalinos,

fosfatos de metales alcalinos y sulfonatos de metales alcalinos. Un catalizador particularmente preferido es hipofosfito de sodio. Una relación ponderal adecuada de catalizador a aldehído de ácido es, por ejemplo, de 1:1 a 1:10, preferiblemente de 1:2 a 1:6.

5 También se puede utilizar un catalizador para fomentar la reacción entre poliepóxidos y grupos hidroxilo de celulosa, en la medida en que se utilice un agente reticulante con contenido en grupos poliepóxido en calidad de un agente reticulante adicional. Sin embargo, cuando en calidad de fibra celulósica se utiliza una fibra tratada de modo cáustico, no se requiere un catalizador. En la presente invención se puede utilizar cualquier catalizador del que se conoce en la técnica que acelera la formación de un enlace o unión éter entre los grupos hidroxilo de celulosa y un grupo epóxido. Preferiblemente, el catalizador es un ácido de Lewis seleccionado de sulfato de aluminio, sulfato de magnesio y cualquier ácido de Lewis que contenga al menos un metal y un halógeno, incluido, por ejemplo, FeCl_3 , AlCl_3 y MgCl_2 . El catalizador se puede aplicar a la fibra en forma de una mezcla con el o los agentes reticulantes antes de la adición del o de los agentes reticulantes o después de la adición del o de los agentes reticulantes a la fibra celulósica.

15 Para llevar a cabo el método de reticulación de la invención se puede utilizar cualquier método de aplicar el o los agentes reticulantes a la fibra. Métodos aceptables incluyen, por ejemplo, rociado, inmersión, impregnación, y similares. Preferiblemente, la fibra se impregna con una disolución acuosa de agente reticulante. Habitualmente, la impregnación crea una distribución uniforme de agente reticulante sobre la fibra y proporciona una mejor penetración del agente reticulante en la parte interna de la fibra.

25 En una realización de la invención, una lámina de fibra tratada de modo cáustico en la forma de rollo es transportada a través de una zona de tratamiento en la que se aplican uno o más agentes reticulantes sobre las dos superficies por métodos convencionales tales como rociado, laminación, inmersión, revestimiento con cuchilla u otras maneras de impregnación. Medios preferidos de aplicar la disolución acuosa del o de los agentes reticulantes a la fibra en forma de rollo es mediante una prensa de pudelación o prensa de encolado y revestidor de cuchilla.

30 Las fibras en forma de pasta en copos, rollo o lámina, después del tratamiento con el o los agentes reticulantes, preferiblemente se secan entonces y se curan en un proceso de dos etapas, e incluso de manera más preferible, se secan y curan en una etapa. Se piensa que un secado y curado de este tipo separa el agua de la fibra, induciendo después de ello la formación de un enlace éster y un enlace éter entre los grupos hidroxilo de la fibra y el o los agentes reticulantes, o "curado". El curado se lleva a cabo habitualmente en una estufa de tiro forzado, preferiblemente de aproximadamente 300° F (148,9°C) a aproximadamente 435° F (223,89°C) y, de manera más preferible, de aproximadamente 320° F (160°C) a aproximadamente 425° F (218,3°C) y, lo más preferiblemente, de aproximadamente 360° F (182,2°C) a aproximadamente 390° F (198,9°C). Preferiblemente, el curado se lleva a cabo durante un período de tiempo que permite completar el secado y la reticulación eficaz de la fibra. Se prefiere que la fibra celulósica sea curada durante un período de tiempo que oscile entre aproximadamente 1 minuto y aproximadamente 25 minutos y, más preferiblemente, entre aproximadamente 2 minutos y aproximadamente 15 minutos, lo más preferiblemente entre aproximadamente 3 minutos y aproximadamente 8 minutos.

40 En el caso en el que las fibras se reticulen en forma de pasta en copos, las mismas se desfibran preferiblemente haciéndolas pasar a través de un molino de martillos o similares, y luego se calientan a temperaturas elevadas para fomentar la reticulación. Las fibras celulósicas en forma de fibras se pueden secar a la temperatura ambiente o a temperaturas por debajo de la temperatura de curado. Preferiblemente, las fibras celulósicas en forma de pasta en copos se tratan con el o los agentes reticulantes, luego se esponjan y después se secan y curan a temperaturas elevadas en un solo proceso.

50 En el caso de que las fibras celulósicas a tratar con el o los agentes reticulantes se encuentren en forma de rollo o lámina, se prefiere que las fibras se sequen y luego se curen y, más preferiblemente, se sequen y curen en solo proceso. En una característica de una realización de la presente invención, la fibra en forma de lámina o rollo, después de haber sido tratada con una disolución de agente o agentes reticulantes, es transportada por parte de un dispositivo transportador tal como una cinta transportadora o una serie de rodillos accionados, a través de una estufa de dos zonas para el secado y curado. En otra característica de una realización de la presente invención, fibras en la forma de esterilla no tejida, después de haber sido tratadas con una disolución de agente o agentes reticulantes, son transportadas preferiblemente por un dispositivo transportador, tal como una cinta transportadora o una serie de rodillos accionados, a través de un molino de martillos. La pasta papelera desfibrada, producida por el molino de martillos, se transporta luego preferiblemente a través de una estufa de dos zonas para el secado y curado, preferiblemente a través de un proceso de una sola etapa a una estufa de una zona para el secado y curado.

60 Los autores de la presente invención han encontrado, sorprendentemente, que fibras reticuladas de acuerdo con la presente invención con una mezcla de agente o agentes reticulantes, en que el agente reticulante secundario o adicional es un poliepóxido, exhibían incrementos significativos en la absorbencia bajo carga, capacidad absorbente,

hinchamiento libre, consistencia y brillo.

Existen varias ventajas en la presente invención para reticular fibras en forma de lámina, aparte de ser más económica. Se espera que la reticulación de las fibras en forma de lámina aumente el potencial para la reticulación entre fibras, lo cual conduce a “nudos” y “apelmazamientos duros de fibras” que resultan en un deficiente comportamiento en algunas aplicaciones. Por ejemplo, cuando una pasta en copos de pureza estándar, Rayfloc-J, se reticula en forma de lámina, el contenido en “nudos” aumenta sustancialmente, lo que indica una unión entre fibras perjudicial incrementada. El examen de estos “nudos” recuperado mediante clasificación demostró que contenían auténticos “nits” (haces de fibras duros). Sorprendentemente, se encontró que pasta papelera mercerizada de elevada pureza reticulada en forma de lámina o rollo proporciona realmente bastantes menos nudos y haces de fibras duros que las pastas papeleras control con una pureza de celulosa convencional. De manera importante, se encontró que fibras en forma de lámina o rollo que fueron reticuladas de acuerdo con la presente invención contenían bastantes menos nudos que una fibra reticulada individualizada, comercial, tales como las producidas por Weyerhaeuser Company, a las que se alude comúnmente como HBA (de aditivo de alta consistencia – siglas en inglés) y por Proctor & Gamble (“P&G”). Se prefiere en la presente invención que las fibras reticuladas tengan menos de aproximadamente 5% de nudos y haces de fibras duros, más preferiblemente, menos de aproximadamente 4,5% y, lo más preferiblemente, menos de aproximadamente 4%.

Otro beneficio de utilizar pasta de celulosa tratada de modo cáustico para producir pasta papelera reticulada en forma de pasta en copos o lámina de acuerdo con la presente invención es que los cuerpos formadores color (hemicelulosas y lignina) son separados sustancialmente y la fibra es más estable a la inversión del color a temperatura elevada. Dado que la reticulación de celulosa requiere altas temperaturas (típicamente en torno a 185°C durante 10-15 minutos), esto puede conducir a una decoloración sustancial con las pastas en copos convencionales que actualmente se utilizan. En aplicaciones de producto en las que el brillo de la pasta papelera es un aspecto importante, el uso de pasta de celulosa de elevada pureza de acuerdo con la presente invención ofrece ventajas adicionales.

Otro beneficio de la presente invención es que las láminas de pasta de celulosa reticuladas, producidas de acuerdo con la presente invención, gozan de iguales características de comportamiento o mejores que las fibras de celulosa reticuladas individualizadas, convencionales, pero evitan los problemas de tratamiento asociados con fibras reticuladas individualizadas pulverulentas.

Fibras celulósicas reticuladas preparadas de acuerdo con la presente invención se pueden utilizar, por ejemplo, como un material conferidor de consistencia en la fabricación de aplicaciones de fibras especiales de elevada consistencia que requieren una buena absorbencia y porosidad. Las fibras reticuladas se pueden utilizar, por ejemplo, en aplicaciones absorbentes de pasta en copos no tejida. Las fibras se pueden utilizar independientemente o, preferiblemente, incorporar en otras fibras celulósicas para formar mezclas utilizando técnicas convencionales tales como técnicas de deposición por aire. En un proceso de deposición por aire, las fibras, solas o combinadas en mezclas con otras fibras, son sopladas sobre un tamiz conformador o se estiran sobre el tamiz a través de un vacío. También se pueden utilizar procesos de deposición en húmedo, combinando las fibras reticuladas de la invención con otras fibras celulósicas para formar láminas o bandas de mezclas.

La fibra reticulada de la presente invención se puede incorporar en diversos artículos absorbentes, destinados preferiblemente para gestionar residuos corporales tales como compresas de incontinencia para adultos, productos para el cuidado femenino y pañales infantiles. La fibra reticulada se puede utilizar como una capa de adquisición en los artículos absorbentes. También se puede utilizar en el núcleo absorbente de los artículos absorbentes. Toallas y toallitas húmedas también se pueden fabricar con las fibras reticuladas de la presente invención, y otros productos absorbentes tales como filtros. Por consiguiente, una característica adicional de la presente invención consiste en proporcionar un núcleo absorbente y un artículo absorbente que incluye las fibras químicamente reticuladas de la presente invención.

Las fibras reticuladas de la invención se incorporaron en una capa de adquisición de un artículo absorbente, y el artículo absorbente se sometió a ensayo mediante el ensayo de la tasa de absorción específica (SART – siglas en inglés), en que es importante el tiempo de adquisición de la fibra. El método de ensayo SART se describe en detalle en los Ejemplos. Se observó que el artículo absorbente que contenía fibras reticuladas de la presente invención proporcionaba resultados equiparables a los obtenidos al utilizar una fibra reticulada comercial, especialmente las reticuladas con ácido cítrico u otros ácidos policarboxílicos. Los autores de la presente invención descubrieron, inesperadamente, que Porosanier-J-HP, reticulado en forma de lámina de acuerdo con la presente invención, proporcionaba los mejores resultados, tal como se muestra por el método SART. Fibra tratada de modo cáustico, reticulada en forma de pasta en copos utilizando estrategias actualmente disponibles, proporcionaba un tiempo de adquisición superior en comparación con las derivadas de pasta de papel de pureza convencional utilizadas en la actual práctica industrial (véase la Tabla 10, Ejemplo 9 que figura más abajo).

Como es conocido en la técnica, núcleos absorbentes se preparan típicamente utilizando pasta en copos para absorber el líquido, y un polímero absorbente (a menudo, un polímero superabsorbente (SAP – siglas en inglés)) para almacenar líquido. Tal como se ha señalado previamente, las fibras reticuladas de la presente invención tienen una elevada elasticidad, una elevada capacidad de hinchamiento libre, una capacidad absorbente y absorbencia bajo carga elevadas y bajos tiempos de tercera penetración de ataque. Además, las fibras reticuladas de la presente invención son muy porosas. Por consiguiente, las fibras reticuladas de la presente invención se pueden utilizar en combinación con el SAP para preparar un material compuesto (o núcleo) absorbente con porosidad, consistencia, elasticidad, absorbencia, suavidad, capacidad absorbente, absorbencia bajo carga mejoradas, baja tercera penetración de ataque, baja capacidad de retención centrífuga, y similares. El material compuesto absorbente podría utilizarse como un núcleo absorbente de los artículos absorbentes destinados para la gestión de residuos corporales.

Se prefiere en la presente invención que las fibras reticuladas estén presentes en el material compuesto absorbente en una cantidad que oscile entre aproximadamente 10 y aproximadamente 80% en peso, basado en el peso total del material compuesto. Más preferiblemente, las fibras reticuladas están presentes en un material compuesto absorbente en una cantidad de aproximadamente 20 a aproximadamente 60% en peso. También se puede utilizar una mezcla de fibras celulósicas convencionales y fibras reticuladas de la presente invención junto con el SAP para producir el material compuesto absorbente. Preferiblemente, las fibras reticuladas de la presente invención están presentes en la mezcla de fibras en una cantidad de aproximadamente 1 a 70% en peso, basado en el peso total de la mezcla de fibras y, más preferiblemente, están presentes en una cantidad de aproximadamente 10 a aproximadamente 40% en peso. Cualquier fibra celulósica convencional se puede utilizar en combinación con las fibras reticuladas de la invención. Fibras celulósicas convencionales adicionales adecuadas incluyen cualquiera de las fibras de madera mencionadas previamente, fibras tratadas de modo cáustico, rayón, linteres de algodón y mezclas y combinaciones de los mismos.

Se puede utilizar cualquier SAP adecuado, u otro material absorbente, para formar el material compuesto absorbente, el núcleo absorbente y el artículo absorbente de la presente invención. El SAP puede estar en forma, por ejemplo, de fibra, escamas o gránulos y, preferiblemente, es capaz de absorber varias veces su peso de disolución salina (disolución al 0,9% de NaCl en agua) y/o sangre. Preferiblemente, el SAP es también capaz de retener el líquido cuando es sometido a una carga. Ejemplos no limitantes de polímeros superabsorbentes, aplicables para uso en la presente invención, incluyen cualquier SAP actualmente disponible en el mercado que incluye, pero no se limita a polímeros de poliácido, copolímeros de injerto de almidón, copolímeros de injerto de celulosa y derivados de carboximetilcelulosa reticulada y mezclas y combinaciones de los mismos.

Un material compuesto absorbente producido de acuerdo con la presente invención contiene preferiblemente el SAP en una cantidad de aproximadamente 20 a aproximadamente 60% en peso, basado en el peso total del material compuesto y, más preferiblemente, de aproximadamente 30 a aproximadamente 60% en peso. El polímero absorbente puede estar distribuido por todo un material compuesto absorbente dentro de los huecos en la fibra reticulada o la mezcla de fibras reticuladas y fibras celulósicas. En otra realización, el polímero superabsorbente está fijado a la fibra a través de un agente ligante que incluye, por ejemplo, un material capaz de reticular el SAP a la fibra a través de enlaces hidrógeno (véase, por ejemplo, la patente de EE.UU. n° 5.614.570, cuya descripción se incorpora como referencia en esta memoria en su totalidad).

Un método para producir un material compuesto absorbente de la presente invención puede incluir formar una compres de fibras reticuladas o una mezcla de fibras reticuladas y fibras celulósicas, e incorporar partículas de polímero superabsorbente en la compres. La compres puede ser depositada en húmedo o depositada por aire. Preferiblemente, la compres está depositada por aire. También se prefiere que el SAP y las fibras reticuladas, o una mezcla de fibras reticuladas y fibras celulósicas, se depositen juntas por aire.

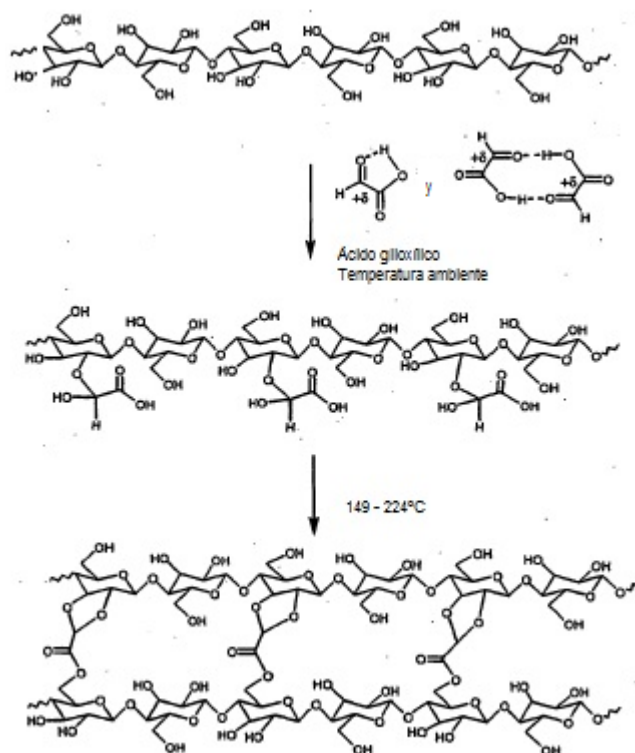
Núcleos absorbentes que contienen fibras reticuladas y polímero superabsorbente tienen preferiblemente densidades en seco entre aproximadamente 0,1 g/cm³ y 0,50 g/cm³ y, más preferiblemente, de aproximadamente 0,2 g/cm³ a 0,4 g/cm³. El núcleo absorbente puede incorporarse en una diversidad de artículos absorbentes, preferiblemente los artículos destinados a la gestión de residuos corporales tales como pañales, calzoncitos de entrenamiento, productos de incontinencia para adultos, productos para el cuidado femenino y toallas (toallitas húmedas y secas).

Mientras que no se pretende estar limitado por teoría alguna de funcionamiento, el esquema de reacción mostrado más abajo representa uno de los posibles mecanismos de la reacción de las fibras con un agente reticulante de ácido glioxílico. El esquema se proporciona con fines de ilustración, no limitantes, de la reacción de reticulación de la presente invención.

Tal como se muestra en el siguiente esquema, la reacción de reticulación entre la fibra celulósica y ácido glioxílico es

una reacción auto-catalizada, que comienza a la temperatura ambiente a través de la formación de un enlace hemiacetal. La formación del hemiacetal es fomentada por parte de la unión intra- e inter-hidrógenos en la molécula de ácido glioxílico (véase el esquema de reacción que figura más abajo). El enlace hidrógeno aumenta la electrofilia del carbono del aldehído y le hace más susceptible a ser atacado por los grupos hidroxilo de la celulosa. Como resultado, el enlace hemiacetal se forma a la temperatura ambiente. Se piensa que la formación del enlace hemiacetal estabiliza el ácido glioxílico frente a la descomposición tras el calentamiento a temperatura elevada para completar la reticulación.

En una realización, la fibra reticulada y el método de la presente invención difieren de métodos de reticulación convencionales en que la reticulación de la presente invención comienza a la temperatura ambiente. En otra realización, la reticulación no necesita un catalizador para que prosiga y, por lo tanto, se puede considerar un "proceso auto-catalizado". En otra realización, el agente reticulante está fijado a la fibra celulósica desde tres sitios a través de una combinación de enlaces éter y un enlace éster. En otra realización, después del curado, la fibra celulósica está totalmente exenta de agentes reticulantes, dado que el agente reticulante que no ha reaccionado se descompone durante el proceso de curado.



La estabilidad de las reticulaciones formadas en la fibra celulósica de la presente invención se examinó mediante un proceso de envejecimiento descrito más abajo en el Ejemplo 8. La fibra reticulada de la invención mostró un pequeño cambio o ningún cambio en la consistencia después de calentarla durante aproximadamente 20 h a 90°C. Además, fibras almacenadas a la temperatura y humedad ambiente durante más de 3 meses exhibían un volumen específico que permanecía sin alterar durante este período de tiempo.

Los espectros infrarrojos (IR) de la fibra reticulada tratada en la forma de lámina con ácido glioxílico se muestran en las Figuras 1 y 2. Para recopilar los datos del espectro infrarrojo se utilizó un espectrómetro Nicolet MAGNA 760 FTIR (Madison, WI, EE.UU.) con un accesorio Thunderdome. El espectro de IR mostrado en la Figura 1 representa una fibra tratada con ácido glioxílico al 10% secada y curada a 360° F (182,2°C) durante 15 min. El espectro IR muestra sólo una banda de estiramiento de carbonilo a 1741 cm⁻¹. La banda podría asignarse a un estiramiento de un carbonilo de éster. La ausencia de otras bandas de estiramiento de carbonilo entre 1720-1710 cm⁻¹ descartan la presencia de los grupos ácido carboxílico. Además, la ausencia de las bandas de vibración de estiramiento C-H, típicamente presentes en 2830-2695, demuestra que los grupos funcionales aldehído han reaccionado por completo.

La Figura 2 ilustra el espectro de IR de una fibra tratada con ácido glioxílico al 45%, secada y curada a 370° F (187,8°C) durante 15 min. El espectro es similar al mostrado en la Figura 1. Específicamente, el espectro de la Figura 2 demuestra la presencia de un grupo funcional éster y la ausencia de grupos funcionales ácido carboxílico y aldehído.

En las Figuras 3A y 3B se ilustran fotografías de microscopio electrónico de barrido S360 (Leica Cambridge Ltd., Cambridge, Inglaterra) representativas de fibras reticuladas de la presente invención, obtenidas de la reticulación de la fibra (16%), tratada de modo cáustico a la temperatura ambiente, y ácido glioxílico (5%). Las fotografías se tomaron a un aumento de 75X para la Figura 3A y a un aumento de 1000X para la Figura 3B.

En las Figuras 4A y 4B se muestran fotografías de microscopio electrónico de barrido (SEM) de fibras reticuladas representativas de la presente invención, obtenidas de la reticulación de fibra convencional (Rayfloc-J) en la forma de pasta en copos con ácido glioxílico (5%). Las fotografías SEM se tomaron a un aumento de 75X para la Figura 4A y a un aumento de 350X para la Figura 4B.

Fotografías SEM de fibras reticuladas representativas de la presente invención obtenidas de la reticulación de fibra (16%) tratada de modo cáustico a aproximadamente la temperatura ambiente con una mezcla de 1,2-ciclohexanodicarboxilato de glicidilo (1%) y ácido glioxílico (4%) se ilustran en las Figuras 5A y 5B. Las fotografías SEM se tomaron a un aumento de 75X para la Figura 5A y a un aumento de 350X para la Figura 5B.

En la Figura 6A se muestra una fotografía SEM de la sección transversal de una fibra reticulada representativa de la presente invención, obtenida al reticular fibra (16%) tratada de modo cáustico a aproximadamente la temperatura ambiente con ácido glioxílico al 3%. La fotografía SEM mostrada en la Figura 6A se tomó a un aumento de 350X. En la Figura 6B se muestra una fotografía SEM de la sección transversal de una fibra reticulada representativa de la presente invención, obtenida al reticular fibra Rayfloc-J con ácido glioxílico al 3%. La fotografía SEM mostrada en la Figura 6B se tomó a un aumento de 350X.

Tal como se muestra en estas figuras, las fibras reticuladas de la presente invención están torcidas y rizadas. Las fibras reticuladas preparadas a partir de fibras tratadas de modo cáustico son redondas, mientras que las preparadas a partir de pasta papelera con una pureza convencional son planas y a modo de cinta. Además, las fibras reticuladas de la presente invención son muy porosas.

Para evaluar los diversos atributos de la presente invención, se utilizaron varios ensayos para caracterizar las mejoras en el comportamiento de las fibras reticuladas que resultan del método descrito en esta memoria.

La invención se ilustrará, pero no quedará limitada por los siguientes ejemplos.

Ejemplos

Se utilizaron los siguientes métodos de ensayo para medir y determinar diversas características físicas de las fibras celulósicas reticuladas de la invención.

Métodos de ensayo

El método de la bolsita de té

El método de la bolsita de té es un método de ensayo utilizado para medir la capacidad absorbente bajo carga cero, o "hinchamiento libre", de la fibra reticulada de la invención. En este ensayo, 2,000 g ($\pm 0,001$ g) de fibra reticulada se colocan en una bolsita de té de tela previamente pesada ($\pm 0,001$ g), en donde el extremo abierto de la bolsita de té que contenía la fibra reticulada se selló con una plancha. La bolsita de té y su contenido se colocaron entonces en una bandeja de una disolución salina al 0,9% y se permitió que se empaparan durante 30 minutos. Después, la bolsita de té se retiró de la disolución, se colgó de un estante de goteo y se dejó que goteara hasta secarse durante 10 minutos. Se secaron la bolsita de té y el contenido y se determinó la cantidad de disolución retenida en las fibras. Una bolsita de té que no contenía fibras se hizo actuar bajo condiciones similares, y sirve como un ensayo en blanco. Los resultados se utilizan para calcular la cantidad de disolución salina en gramos retenida por gramo de fibra reticulada, y se expresan como el hinchamiento libre en las unidades de g/g. El hinchamiento libre se determina de acuerdo con la ecuación que figura seguidamente:

$$\text{Hinchamiento libre} = [\text{peso de muestra} - (\text{peso de muestra seca} + \text{peso de}]$$

El método de ensayo de la absorbencia

El método de ensayo de la absorbencia se utilizó para determinar la absorbencia bajo carga, la capacidad absorbente y la capacidad de retención centrífuga de las fibras reticuladas de la presente invención. El ensayo de absorbencia se llevó a cabo en un cilindro de plástico con un diámetro interior de una pulgada (25,4 mm) que tenía un tamiz metálico de malla 100 que se adhiere a la "celda" del fondo del cilindro, que contiene un disco separador de plástico con un diámetro de 0,995 pulgadas (25,3 mm) y un peso de aproximadamente 4,4 g. En este ensayo, el peso de la celda que contenía el disco separador se determinó con una precisión de 0,0001 g y luego el separador se retiró del cilindro y dentro del mismo se depositaron por aire aproximadamente 0,35 g de fibra reticulada con un contenido en humedad dentro del intervalo de aproximadamente 4% a aproximadamente 8% en peso. Después, el disco separador se insertó de nuevo en el cilindro sobre la fibra, y el grupo del cilindro se pesó con una precisión de 0,0001 g. La fibra en la celda se comprimió con una carga de 4 psi (0,28 kp/cm²) durante 60 segundos, después la carga se retiró y la compresa de fibras se dejó equilibrar durante 60 segundos. Se midió el grosor de la compresa y el resultado se utilizó para calcular el volumen específico en seco de la fibra reticulada.

Una carga de 0,3 psi (0,02 kp/cm²) se aplicó luego a la compresa de fibras colocando un peso de 100 g sobre la parte superior del disco separador, y se dejó que la compresa se equilibrara durante 60 segundos, después de lo cual se midió el espesor de la compresa. La celda y su contenido se colgaron luego en una placa de Petri que contenía una cantidad suficiente de disolución salina (disolución salina al 0,9% en peso) para tocar el fondo de la celda. Se dejó que la celda permaneciera en la placa de Petri durante 10 minutos y luego se retiró y colgó de otra placa de Petri vacía y se dejó que goteara durante 30 segundos. Al tiempo que la compresa seguía estando bajo la carga, se midió su grosor. Después, se retiró el peso de 100 g y se determinó el peso de la celda y del contenido. Se determinó el peso de la disolución salina absorbida por gramo de fibra y se expresó como la absorbencia bajo carga (g/g).

La capacidad absorbente de la fibra reticulada se determinó de la misma manera que el ensayo utilizado para determinar la absorbencia bajo carga anterior, excepto que este experimento se llevó a cabo bajo una carga de 0,01 psi (0,0007 kp/cm²). Los resultados se utilizan para determinar el peso de la disolución salina absorbido por gramo de fibra y se expresa como la capacidad absorbente (g/g).

La celda procedente del experimento de capacidad absorbente se centrifugó luego durante 3 min a 1400 rpm (centrífuga Modelo HN, International Equipment Co., Needham HTS, EE.UU.) y se pesó. Los resultados obtenidos se utilizaron para calcular el peso de la disolución salina retenida por gramo de fibra y se expresaron como la capacidad de retención centrífuga (g/g).

Calidad de la fibra

Se llevaron a cabo evaluaciones de la calidad de las fibras en un analizador de la calidad de fibras de ensayo Op Test Fiber Quality Analyzer (Op Test Equipment Inc., Waterloo, Ontario, Canadá) y Fluff Fiberization Measuring Instruments (Modelo 9010, Johnson Manufacturing, Inc., Appleton, WI. EE.UU.).

El analizador Op Test Fiber Quality es un instrumento óptico que tiene la capacidad de medir la longitud media de las fibras, las vueltas, el rizo y el contenido en finos.

Se utiliza el Fluff Fiberization Measuring Instruments para medir las arrugas y contenido en finos de la fibra. En este instrumento, una muestra de una fibra en forma de pasta en copos se dispersó continuamente en una corriente de aire. Durante la dispersión, las fibras sueltas atravesaron un tamiz de malla 16 (1,18 mm) y luego un tamiz de malla 42 (0,36 mm). Los haces de pasta papelera (nudos) que permanecían en la cámara de dispersión y los que fueron atrapados en el tamiz de malla 42 se retiraron y pesaron. Los primeros se denominan "nudos" y los últimos "acepciones". El peso combinado de estos dos se sustrajo del peso original para determinar el peso de las fibras que atravesaban el tamiz de 0,36 mm. A estas fibras se les alude como "finos".

Ejemplo 1

Este ejemplo ilustra un método representativo para fabricar pasta papelera tratada de modo cáustico y para reticularla.

Una muestra de Rayfloc[®]-J-LD (nunca secada) se obtuvo en forma de una hoja plegada en húmedo, sólida al 33,7% procedente de un molino Rayonier de Jesup, Georgia, y es una pasta papelera Kraft de pino del sur no tratada, vendida por Rayonier Performance Fibers Division, Jesup, GA y Fernandina Beach, FL para uso en productos que requieren una buena absorbencia, tales como núcleos absorbentes en pañales. Una muestra de 70,0 g (base en

peso seco) se trató con una disolución acuosa de hidróxido de sodio al 16% (p/p) a una consistencia de 3,5%. El tratamiento se llevó a cabo a la temperatura ambiente durante aproximadamente 10 min, y luego se separó NaOH en exceso mediante filtración por succión o centrifugación. La pasta papelera tratada de modo cáustico resultante se lavó con agua en exceso, se neutralizó hasta un pH de 5,4 con disolución de ácido acético (0,01 M) a una consistencia de aproximadamente 3,5%. Después, la pasta papelera se transformó en una lámina (12 x 12 pulgadas – 304,8 x 304,8 mm) y se trató al tiempo que se encontraba en estado húmedo con una disolución acuosa al 4,5% de ácido glioxílico mediante inmersión y presión para proporcionar una hoja con ácido glioxílico al 5% en la fibra. La lámina tratada se secó después y se curó a 370° F (187,8°C) durante aproximadamente 15 min. La lámina curada se transformó en fibras alimentándola a través de un molino de martillos. Se determinaron después las propiedades absorbentes (hinchamiento libre, capacidad absorbente, absorbencia bajo carga, retención centrífuga) de las fibras resultantes. Los resultados obtenidos de las láminas reticuladas de la misma manera a diferentes tiempos de curado se resumen en la Tabla 1. Los resultados resumidos en la Tabla 1 indican que en la presente invención se prefiere un tiempo de curado mayor para proporcionar una reticulación completa.

Tabla 1: Propiedades absorbentes de fibra reticulada con ácido glioxílico (al 5%) a diferentes tiempos de curado: temperatura de curado 370°F (187,8°C)

Tiempo de curado (min)	Absorbencia bajo carga (g/g)	Capacidad absorbente (g/g)	Hinchamiento libre (g/g)	Retención centrífuga (g/g)
15	9,0	10,6	21,0	0,37
10	8,9	10,0	20,0	0,46
5	10,0	11,1	25,0	0,60

Ejemplo 2

Este ejemplo ilustra el efecto del tiempo de curado sobre las propiedades absorbentes de una fibra reticulada representativa formada de acuerdo con la presente invención.

Las fibras fueron tratadas de modo cáustico y reticuladas con ácido glioxílico como en el Ejemplo 1 anterior, excepto que la lámina tratada de modo cáustico se secó en una estufa a 60°C antes del tratamiento con disolución de ácido glioxílico (al 2,6%). El porcentaje final de ácido glioxílico en la fibra era de 3% en peso, basado en el peso de la lámina en seco. Los resultados se muestran en la Tabla 2 que figura a continuación.

Tabla 2: Propiedades absorbentes de fibra reticulada con ácido glioxílico (al 3%) a diferentes tiempos de curado: temperatura de curado 370°F (187,8°C)

Tiempo de curado (min)	Absorbencia bajo carga (g/g)	Capacidad absorbente (g/g)	Hinchamiento libre (g/g)	Retención centrífuga (g/g)
-1			10,0	0,97
2	8,6	10,2	21,5	0,72
3	8,5	9,9	22,0	0,51
5	8,4	9,9	22,4	0,51
10	8,5	10,1	22,0	0,50
1- Pasta papelera mercerizada no tratada con agente reticulante ácido glioxílico				
2- No se llevó a cabo ningún curado en esta lámina, sólo secado				

Los resultados resumidos en la Tabla 2 revelan que las propiedades absorbentes de las fibras reticuladas dependen del tiempo de curado. El incremento del tiempo de curado resulta, generalmente, en una fibra reticulada con mejores propiedades absorbentes. Además, los resultados en la Tabla 2 revelan que puede producirse un curado parcial a baja temperatura, ya que la retención centrífuga de la pasta papelera tratada de modo cáustico disminuía de 1,0 g a 0,72 g tras el tratamiento con ácido glioxílico y secado a 60°C.

Ejemplo 3

Este ejemplo ilustra el efecto de aumentar la cantidad de ácido glioxílico sobre las propiedades absorbentes de una fibra reticulada representativa, formada de acuerdo con la presente invención.

La pasta papelera utilizada en este ejemplo era Porosanier-J, que está comercialmente disponible del molino Rayonier en Jesup, Georgia, y se obtuvo en forma de rollo. A partir del rollo se obtuvieron cinco láminas (12 x 12 pulgadas - 304,8 x 304,8 mm), cada una de ellas con un peso de aproximadamente 70,0 g (base en peso seco). Las láminas se trataron con una disolución acuosa de ácido glioxílico a la temperatura ambiente y a diversas

concentraciones, y se curaron a 370° F (187,8°C) durante 15 min. Los resultados se muestran en la Tabla 3 que figura más abajo.

Tabla 3: Propiedades absorbentes de fibra reticulada con diversas cantidades de ácido glicólico: temperatura de curado 370°F (187,8°C) durante 15 min (incluido secado)

% de ácido glicólico en la fibra	Absorbencia bajo carga (0,3 psi- 0,021 kp/cm ²) (g/g)	Capacidad absorbente (g/g)	Hinchamiento libre (g/g)	Retención centrífuga (g/g)
8,0	8,6	10,1	19,4	0,39
5,4	9,0	10,6	21,0	0,37
4,0	9,3	10,5	22,7	0,39
3,0	8,6	10,2	21,0	0,43
2,0	8,3	9,80	20,8	0,46

Los resultados resumidos en la Tabla 3 revelan que la mayor absorbencia bajo carga e hinchamiento libre se alcanzaron con aproximadamente 4% de agente reticulante sobre la fibra. También los resultados demuestran que al aumentar la cantidad de agente reticulante disminuye la capacidad de retención centrífuga de la fibra. Sin embargo, al aumentar la cantidad de agente reticulante en la fibra hasta aproximadamente 8%, no mostraba efecto sustancial alguno sobre las propiedades absorbente de la fibra.

Ejemplo 4

Este ejemplo ilustra el efecto de la temperatura de curado sobre las propiedades absorbentes de una fibra reticulada representativa formada de acuerdo con la presente invención.

La pasta papelera utilizada en este ejemplo era Porosanier-J, que está comercialmente disponible del molino Rayonier en Jesup, Georgia, y se obtuvo en forma de rollo. Del rollo se obtuvieron cinco láminas (12 x 12 pulgadas - 304,8 x 304,8 mm), cada una de ellas con un peso de aproximadamente 70,0 g (base en peso seco). Las láminas se trataron con una disolución acuosa de ácido glicólico a la temperatura ambiente para proporcionar un porcentaje final de ácido glicólico en la fibra de aproximadamente 4% en peso, basado en el peso de la lámina. Las láminas tratadas se curaron luego a diversas temperaturas de curado durante 15 min. Se evalúan las propiedades absorbentes de láminas reticuladas como una función de la temperatura de curado y los resultados se resumen en la Tabla 4.

Tabla 4: Propiedades absorbentes de fibra reticulada con ácido glicólico a diferentes temperaturas de curado: tiempo de curado 15 min

Temperatura de curado °F (°C)	Absorbencia bajo carga (g/g)	Capacidad absorbente (g/g)	Hinchamiento libre (g/g)	Retención centrífuga
300 (148,9)	8,5	9,6	20,3	0,62
320 (160)	8,4	9,7	21,5	0,52
340 (171,1)	9,0	10,4	21,8	0,50
370 (187,8)	9,3	10,5	22,7	0,39
420 (215,5)	9,2	10,3	22,3	0,39

Los resultados resumidos en la Tabla 4 revelan que la absorbencia bajo carga, la capacidad absorbente y el hinchamiento libre aumentan con el aumento de la temperatura de curado, mientras que la capacidad de retención centrífuga disminuye con el aumento de la temperatura de curado. Estos resultados indican que la eficacia de reticulación aumenta al aumentar la temperatura de curado. Sin embargo, el aumento de la temperatura de curado desde 370 a 420° F (187,8 – 215,5°C) no proporcionaba cambio sustancial alguno en las propiedades absorbentes de las fibras.

Ejemplo 5

Este ejemplo ilustra un método representativo para producir fibras reticuladas en forma de pasta en copos.

Una muestra de Rayfloc®-J-LD (nunca secada) se obtuvo en forma de una hoja plegada en húmedo, sólida al 33,7%, procedente del molino Rayonier en Jesup, Georgia. Una muestra de 70,0 g (base en peso seco) se trató con una disolución acuosa de hidróxido de sodio al 4% (p/p) a una consistencia de 3,5%. El tratamiento se llevó a cabo a la temperatura ambiente durante aproximadamente 15 min, y el NaOH en exceso se separó mediante filtración con succión o centrifuga. La pasta papelera tratada de modo cáustico resultante se lavó con agua en exceso, se

neutralizó hasta un pH de 5,4 con disolución de ácido acético (0,01 M) a una consistencia de aproximadamente 3,5%. Después, la pasta papelera, mientras que se encontraba en estado húmedo, se trató con una disolución acuosa al 2,2% de ácido glioxílico sumergiéndola y comprimiéndola para proporcionar una fibra con 4% en peso de ácido glioxílico. La fibra tratada se secó luego a la temperatura ambiente, se desfibró alimentándola a través de un

5 molino de martillos (Kamas Mill H01, Kamas Industries Ab, Vellinge, Suecia) y se curó a 370° F (187,8°C). Se evaluaron las propiedades absorbentes y el volumen específico de la fibra. En las Tablas 5 y 6 se resumen los resultados obtenidos de fibras tratadas con diversas concentraciones de hidróxido de sodio y reticuladas de la misma manera.

10 Tabla 5: Reticulación de Rayfloc-T no mercerizado y mercerizado en forma de pasta en copos a temperatura de curado constante (370°F - 187,8°C)

% de NaOH acuoso	Tiempo de curado (min)	Absorbencia bajo carga	Capacidad absorbente (g/g)	Hinchamiento libre (g/g)	Retención centrífuga (g/g)
-	5	13,8	15,8	25,0	0,55
-	10	14,0	15,8	29,0	0,51
4	5	12,7	14,5	25,0	0,56
4	10	13,6	16,0	27,5	0,55
8	5	11,7	13,3	25,4	0,53
8	10	12,2	14,0	29,0	0,48

15 Tabla 6: Fibra reticulada en forma de pasta en copos, volumen específico en seco y en húmedo: temperatura de curado 370°F (187,8°C), tiempo de curado 10 min

% de NaOH acuoso	Tiempo de curado (min)	Volumen específico en seco cm ³ /g	Volumen específico en húmedo cm ³ /g
-	10	19,6	16,0
4	10	22,0	16,1
8	10	20,2	15,7

Ejemplo 6

20 Este ejemplo representativo ilustra el efecto de utilizar una mezcla de agentes reticulantes sobre las propiedades absorbentes de fibras reticuladas

La pasta papelera utilizada en este ejemplo era Porosanier-J, comercialmente disponible del molino Rayonier en Jesup, Georgia, y se obtuvo en forma de rollo. A partir del rollo se obtuvieron cuatro láminas (12 x 12 pulgadas - 304,8 x 304,8 mm), cada una de ellas con un peso de aproximadamente 70,0 g (base en peso seco). Las láminas se

25 trataron a la temperatura ambiente con una disolución acuosa de una mezcla de ácido glioxílico y diversos agentes reticulantes de poliepóxido a diversas concentraciones, en presencia de un agente emulsionante Triton X-100 (0,1% del peso total de los agentes reticulantes). Las fibras tratadas se curaron a 370° F (187,8°C) durante 15 min. Se

30 evaluaron las propiedades absorbentes de fibras reticuladas, y los resultados se resumen en la Tabla 7 que figura a continuación

Tabla 7: Propiedades absorbentes de fibra reticulada con ácido glioxílico a diferentes temperaturas de curado: tiempo de curado 15 min

Agente reticulante y % en fibra	Absorbencia bajo carga (0,3 psi – 0,02 kp/cm ²) (g/g)	Capacidad absorbente (g/g)	Hinchamiento (g/g)	Retención centrífuga (g/g)
Ácido glioxílico (3%) + PPGDGE (2%)	8,4	10,2	21,6	0,46
Ácido glioxílico (4%) + PPGDGE (1%)	8,4	10,0	20,0	0,48
Ácido glioxílico (3%) + DG-1,2-CHDH (2%)	8,1	10,3	23,0	0,46
Ácido glioxílico (4%) + DG-1,2-CHDH (1%)	7,8	9,7	21,5	0,42

Ejemplo 7

Este ejemplo revela el porcentaje de finos y nudos en fibras reticuladas representativas, producidas de acuerdo con la presente invención, cuando se comparan con fibras reticuladas comercialmente disponibles.

5 **Tabla 8: Contenidos en finos y nudos**

Fibra	Agente reticulante	% de agente reticulante en la fibra	% de finos	% de nudos
Porosanier			2,1	12,4
P&G (material Pamper® AL)			5,9	13,8
HBA			6,0	11,9
Fibra Porosanier (forma de lámina)	Mezcla de ácido polimaleico (20%) y ácido cítrico (80%)	4,2	4,4	1,5
Fibra reticulada (forma de lámina)	Ácido glioxílico	3,0	5,3	2,4
Fibra reticulada (forma de lámina)	Ácido glioxílico	4,0	4,3	4,9
Fibra reticulada individualizada ¹	Ácido glioxílico	5	5,3	23,6
Fibra reticulada individualizada ²	Ácido glioxílico	3	3,2	16,0
Fibra reticulada (forma de lámina)	Ácido glioxílico (80%) y 1,2-ciclohexano-dicarboxilato de diglicidilo (2%)	5,0	0,9	5,0
¹ Preparada a partir de pasta papelera con una pureza convencional.				
² Preparada a partir de fibra tratada de modo cáustico (4%)				

Tal como se indica en la Tabla 8, el porcentaje de nudos en las fibras representativas reticuladas en forma de lámina utilizando pasta papelera tratada de modo cáustico es significativamente menor que el de una fibra reticulada, comercialmente disponible y de una fibra reticulada en forma pasta en copos de acuerdo con la presente invención, utilizando pasta papelera con una pureza convencional.

Ejemplo 8

15 Este ejemplo describe el método de ensayo de “envejecimiento”, utilizado para estudiar la resistencia de muestras representativas de fibra reticulada producida de acuerdo con la presente invención para revertirla en fibra no reticulada. Una reversión de este tipo se observó en fibra reticulada tradicional producida a partir de reticular fibras con ácidos alcanopolicarboxílicos tales como ácido cítrico.

20 El ensayo de envejecimiento se llevó a cabo en dos muestras representativas de fibras reticuladas producidas de acuerdo con la presente invención, según se describe en el Ejemplo 4 anterior. Cada una de las muestras pesaba aproximadamente 2,000 g, las muestras se depositaron por aire sobre compresas, cada una de las cuales tenía un diámetro de aproximadamente 60,4 mm. Una compresa servía como una muestra en blanco, y la otra se envejeció calentándola en una estufa con una humedad controlada de 80% a aproximadamente 85% a 90°C durante 20 h.

25 Después del tiempo de curado, se dejó que la compresa de muestra se equilibrara en un entorno con una humedad del 50% a la temperatura ambiente durante 24 horas. Las dos compresas (muestra y muestra en blanco) se comprimieron luego con una carga de aproximadamente 7,6 psi (0,53 kp/cm²) durante 60 segundos, se retiraron los pesos y se permitió que las compresas se equilibraran durante 1 minuto. Se midió el grosor de las compresas y se determinó el volumen específico.

30 Las propiedades absorbentes de muestra en blanco y de la muestra se determinaron mediante el método del ensayo de absorbencia descrito anteriormente. Los resultados se resumen en la Tabla 9 que figura a continuación.

Tabla 9: Propiedades absorbentes de fibra envejecida

Fibra reticulada (ácido glioxílico al 3%)	Volumen específico en seco cm ³ /g	Absorbencia bajo carga g/g	Capacidad absorbente g/g	Retención centrífuga g/g
Muestra envejecida	14,1	8,3	9,4	0,41
Muestra en blanco	14,0	8,6	10,2	0,43

Los resultados resumidos en la Tabla 9 revelan que el volumen específico y la retención centrífuga de fibras reticuladas permanecían inalterados después de calentar la fibra a temperatura elevada durante un largo período de tiempo. Estos resultados indican que es estable a la reticulación en las fibras reticuladas de acuerdo con la presente invención.

Ejemplo 9

Este ejemplo proporciona los tiempos de adquisición para fibras reticuladas producidas de acuerdo con la presente invención, comparadas con fibras reticuladas comercialmente disponibles. Las fibras, producidas de acuerdo con la presente invención, se prepararon de acuerdo con el Ejemplo 4 anterior.

El método de adquisición se determinó mediante el método de ensayo SART. El método de ensayo SART evalúa el comportamiento de las fibras reticuladas como una capa de adquisición en un artículo absorbente. El ensayo mide el tiempo requerido para que una dosis de disolución salina sea absorbida por completo en el artículo absorbente. El ensayo se lleva a cabo en una muestra de un artículo absorbente obtenido a partir de un pañal comercialmente disponible (Huggies, de Kimberly-Clark). La muestra tenía una forma circular con un diámetro de 60,0 mm, habitualmente cortada desde el centro del núcleo del pañal, y pesaba aproximadamente 2,6 g ($\pm 0,2$ g).

En este ensayo, la capa de adquisición de la muestra fue reemplazada por una compresa depositada por aire producida a partir de la fibra de la presente invención. La compresa de fibras pesaba aproximadamente 0,7 g y se comprimió con una carga de 7,6 psi (0,53 kp/cm²) durante aproximadamente 60 segundos antes de utilizarla en la muestra.

La muestra se colocó en la celda de ensayo con la cara no tejida c. p. La celda de ensayo consistía en una base de plástico y en una copa de embudo (obtenida de Portsmouth Tool and Die Corp., Portsmouth, VA, EE.UU.). La base era un cilindro de plástico con un diámetro interno de 60,0 mm que se utilizó para conservar la muestra. La copa de embudo era un cilindro de plástico con un agujero con una forma de estrella, cuyo diámetro exterior es de 58 mm. La copa de embudo se colocó dentro de la base de plástico sobre la parte superior de la muestra, y una carga de aproximadamente 0,6 psi (0,04 kp/cm²) con una forma de rosquilla se colocó sobre la parte superior de la copa de embudo.

La celda y su contenido se colocaron sobre una superficie nivelada y se dosificaron con tres ataques sucesivos, cada uno de ellos de 9,0 ml de disolución salina (al 0,9% en peso), siendo el intervalo de tiempo entre dosis de 20 min. Las dosis se añadieron con un aparato Master Flex Pump (Cole Parmer Instrument, Barrington, IL, EE.UU.) a la copa de embudo, y se registró el tiempo en segundos requerido para que la disolución salina de cada una de las dosis desapareciera de la copa de embudo y se expresó como un tiempo de adquisición, o penetración. El tiempo de la tercera penetración de ataque se proporciona en la Tabla 10 que figura a continuación.

Tabla 10: Tiempo de adquisición de líquido para artículos absorbentes que contienen fibras reticuladas representativas y fibras comerciales

Fibra	Agente reticulante	% de agente reticulante en la fibra	3ª ataque (s)
Porosanier			21,0
P&G (material Pamper® AL)			8,9
Fibra Porosanier (forma de lámina)	Mezcla de ácido polimaleico (20%) y ácido cítrico (80%)	4,2	14,0
Fibra reticulada (forma de lámina)	Ácido glioxílico	3,0	8,6
Fibra reticulada individualizada ¹	Ácido glioxílico	5,0	6,6
Fibra reticulada individualizada ²	Ácido glioxílico	3,0	6,1
Fibra reticulada (forma de lámina)	Ácido glioxílico (80%) y 1,2-ciclohexano-dicarboxilato de diglicidilo (2%)	5,0	9,0

¹ Preparada a partir de pasta papelera con una pureza convencional.

² Preparada a partir de fibra tratada de modo cáustico (4%)

- 5 Tal como se muestra en la Tabla 10, el tiempo de la tercera penetración de ataque para las fibras representativas formadas de acuerdo con la presente invención era menor que para la fibra reticulada comercialmente disponible. Los tiempos de adquisición de líquido para la fibra representativa formada de acuerdo con la presente invención en forma de pasta en copos era significativamente menor que para la fibra reticulada comercialmente disponible.

10 Ejemplo 10

Las fibras del Ejemplo 7 se sometieron a ensayo en cuanto al brillo ISO de acuerdo con los métodos de ensayo TAPPI T272 y T525. Los resultados se resumen en la Tabla 11 que figura a continuación:

15 Tabla 11: Brillo ISO

Fibra	Agente reticulante	3ª ataque (s)
Porosanier		91,4
P&G (material Pamper® AL)		78,5
Fibra reticulada (forma de lámina)	Ácido glioxílico	87,8
Fibra reticulada (forma de lámina)	Ácido glioxílico	88,0
Fibra reticulada individualizada ¹	Ácido glioxílico	84,1
Fibra reticulada individualizada ²	Ácido glioxílico	83,9
Fibra reticulada (forma de lámina)	Ácido glioxílico (80%) y 1,2-ciclohexano-dicarboxilato de diglicidilo (2%)	89,1

¹ Preparada a partir de pasta papelera con una pureza convencional.

² Preparada a partir de fibra tratada de modo cáustico (4%)

Los resultados de la Tabla 11 revelan que fibras de celulosa reticuladas de acuerdo con la presente invención proporcionan un brillo ISO mejorado cuando se comparan con fibras reticuladas convencionales.

- 20 Aunque la invención ha sido descrita con referencia a realizaciones y ejemplos particularmente preferidos, los expertos en la técnica reconocen que se pueden realizar diversas modificaciones en la invención sin apartarse del espíritu y alcance de la misma.

REIVINDICACIONES

- 1.- Una fibra celulósica reticulada con una capacidad de retención centrífuga menor que aproximadamente 0,48 gramos de una disolución salina al 0,9% en peso por gramo de fibra.
- 2.- Una fibra celulósica reticulada, reticulada mediante un agente reticulante seleccionado de una o más moléculas orgánicas de aldehídos de ácido que contienen grupos funcionales aldehído y ácido carboxílico, en donde la fibra tiene una capacidad de retención centrífuga menor que aproximadamente 0,60 gramos de una disolución salina al 0,9% en peso por gramo de fibra.
- 3.- Las fibras celulósicas reticuladas de la reivindicación 1 ó 2, en donde las fibras tienen una capacidad de absorción de al menos aproximadamente 9,0 g de disolución salina/g de fibra.
- 4.- Las fibras celulósicas reticuladas de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en donde las fibras tienen un volumen específico en seco de al menos aproximadamente 12 cm³/g de fibra.
- 5.- Las fibras celulósicas reticuladas de la reivindicación 1 o de cualquiera de las reivindicaciones 3 y 4, en la medida en que dependan de la reivindicación 1, en donde las fibras tienen una retención centrífuga no mayor que 0,45 g de disolución salina/g de fibra.
- 6.- Las fibras celulósicas reticuladas de cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde las fibras tienen un hinchamiento libre de al menos aproximadamente 10,0 g de disolución salina/g de fibra.
- 7.- La fibra celulósica reticulada de cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde las fibras tienen contenidos en nudos y arrugas menores que aproximadamente 5%.
- 8.- Las fibras celulósicas reticuladas de cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde la fibra de celulosa es una fibra de pasta de madera seleccionada del grupo que consiste en pasta de madera dura, pasta de celulosa de madera blanda obtenida de un proceso Kraft o químico al sulfito, y combinaciones o mezclas de los mismos, o en donde la fibra celulósica se deriva de uno o más componentes seleccionados del grupo que consiste en linters de algodón, bagazo, lana basta de fibra corta, lino, hierba, y combinaciones y mezclas de los mismos.
- 9.- Las fibras celulósicas reticuladas de la reivindicación 8, en donde la pasta de celulosa de madera dura se selecciona del grupo que consiste en pino del sur, pino blanco, pino del Caribe, cicuta occidental, abeto, douglasia y mezclas y combinaciones de los mismos.
- 10.- La fibra celulósica reticulada de acuerdo con la reivindicación 1 o cualquiera de las reivindicaciones 3 a 9, en la medida en que dependan de la reivindicación 1, en donde la fibra celulósica reticulada se prepara poniendo en contacto una fibra celulósica con uno o más agentes reticulantes.
- 11.- La fibra celulósica reticulada de la reivindicación 2, en donde el agente reticulante de aldehído de ácido se selecciona del grupo que consiste en ácido glioxílico, semialdehído succínico y mezclas y combinaciones de los mismos.
- 12.- La fibra celulósica reticulada de la reivindicación 11, en donde se utiliza una mezcla de agentes reticulantes, comprendiendo la mezcla de agentes reticulantes un agente reticulante primario y al menos un agente reticulante secundario.
- 13.- La fibra celulósica reticulada de la reivindicación 12, en donde el agente reticulante primario se selecciona del grupo que consiste en ácido glioxílico, semialdehído succínico y mezclas y combinaciones de los mismos, y/o en donde el agente reticulante secundario se selecciona de:
 - (a) al menos un poliepóxido que tiene un sustituyente seleccionado del grupo que consiste en hidrógeno; grupos alquilo saturados, insaturados, cíclicos saturados, cíclicos insaturados, ramificados, no ramificados, hidrófobos; y mezclas y combinaciones de los mismos; o
 - (b) uno o más ácidos policarboxílicos C₂-C₉, seleccionados del grupo que consisten en ácido butanotetracarboxílico, ácido cítrico, ácido itacónico, ácido maleico, ácido tartárico y ácido glutárico, o
 - (c) uno o más ácidos policarboxílicos seleccionados del grupo que consiste en ácido poliacrílico, ácido polimaléico, ácido poli-itacónico, ácido poliaspártico y ácido polimetacrílico.
- 14.- La fibra celulósica reticulada de la reivindicación 13, variante (a), en donde el poliepóxido se selecciona del grupo que consiste en 1,4-ciclohexanodimetanol-diglicidil-éter, 1,2-ciclohexanodicarboxilato de diglicidilo, N,N-diglicidililnilina, N,N-diglicidil-4-glicidiloxianilina, 1,2,3,4-tetrahidroftalato de diglicidilo, glicerol propoxilato triglicidil éter

y mezclas y combinaciones de los mismos.

- 15.- Las fibras celulósicas reticuladas de la reivindicación 2, en donde las fibras tienen una retención centrífuga no mayor que 0,5 g de disolución salina/ g de fibra.
- 16.- Uso de la fibra celulósica reticulada de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 15, para o en un artículo absorbente.
- 17.- Uso de acuerdo con la reivindicación 16, en donde el artículo absorbente es al menos un artículo seleccionado del grupo que consiste en pañales infantiles, productos para el cuidado femenino, calzoncitos de entrenamiento y artículos de incontinencia para adultos.
- 18.- Uso de acuerdo con la reivindicación 16, en donde el artículo absorbente comprende una lámina superior penetrable por líquido, una lámina de respaldo impenetrable por líquido, una capa de adquisición y una estructura absorbente, en donde la capa de adquisición está dispuesta por debajo de la lámina superior y la estructura absorbente está situada entre la capa de adquisición y la lámina de respaldo.
- 19.- Uso de acuerdo con la reivindicación 18, en donde la capa de adquisición comprende la fibra celulósica reticulada.
- 20.- Uso de acuerdo con la reivindicación 18, en donde la estructura absorbente comprende un material compuesto de polímero superabsorbente y fibra celulósica.
- 21.- Uso de acuerdo con la reivindicación 20, en donde el polímero superabsorbente se selecciona del grupo que consiste en polímeros de poliacrilato, copolímeros de injerto de almidón, copolímeros de injerto de celulosa, derivados de carboximetilcelulosa reticulada y mezclas y combinaciones de los mismos, o en donde el polímero superabsorbente está en forma de fibras, escamas o gránulos.
- 22.- Uso de acuerdo con la reivindicación 20, en donde el polímero superabsorbente está presente en una cantidad de aproximadamente 20 a aproximadamente 60% en peso, basado en el peso total de la estructura absorbente.
- 23.- El artículo absorbente de la reivindicación 20, en donde la fibra celulósica comprende la fibra celulósica reticulada o una mezcla de la fibra celulósica reticulada y fibra celulósica.
- 24.- Uso de acuerdo con la reivindicación 23, en donde la fibra celulósica es una fibra de pasta de madera seleccionada del grupo que consiste en pasta de madera dura, pasta de celulosa de madera blanda obtenida de un proceso Kraft o químico al sulfito, pasta de madera tratada de modo cáustico, rayón, linteres de algodón y combinaciones o mezclas de los mismos.
- 25.- Uso de acuerdo con la reivindicación 23, en donde la fibra celulósica reticulada está presente en la mezcla de fibras en una cantidad de aproximadamente 1 a 70% en peso, preferiblemente en una cantidad de aproximadamente 10 a 40% en peso.
- 26.- Uso de acuerdo con la reivindicación 23, en donde la mezcla de fibra celulósica está presente en una cantidad de aproximadamente 10 a aproximadamente 80% en peso, preferiblemente en una cantidad de aproximadamente 20 a aproximadamente 60% en peso, basado en el peso total de la estructura absorbente.
- 27.- La fibra celulósica reticulada de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 15, en donde las fibras tienen un brillo ISO mayor que 80%.
- 28.- La fibra celulósica reticulada de la reivindicación 12, en donde la mezcla de agentes reticulantes es una mezcla seleccionada del grupo que consiste en: una mezcla de ácido glioxílico y ácido cítrico; una mezcla de ácido glioxílico y ácido polimaleico; y una mezcla de ácido glioxílico, ácido cítrico y ácido polimaleico, una mezcla de ácido glioxílico y ácido cítrico; una mezcla de ácido glioxílico y un terpolímero de ácido maleico, acetato de vinilo y acrilato de etilo; y una mezcla de ácido glioxílico, ácido cítrico y un terpolímero de ácido maleico, acetato de vinilo y acrilato de etilo.

Figura 1

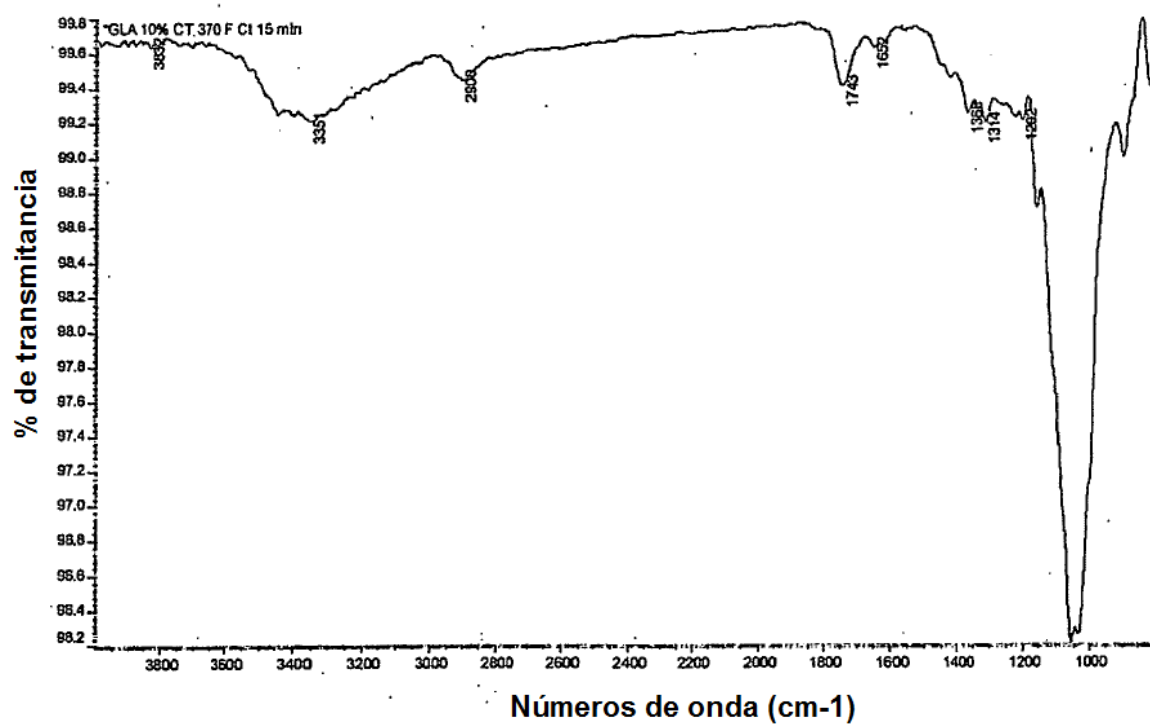


Figura 2

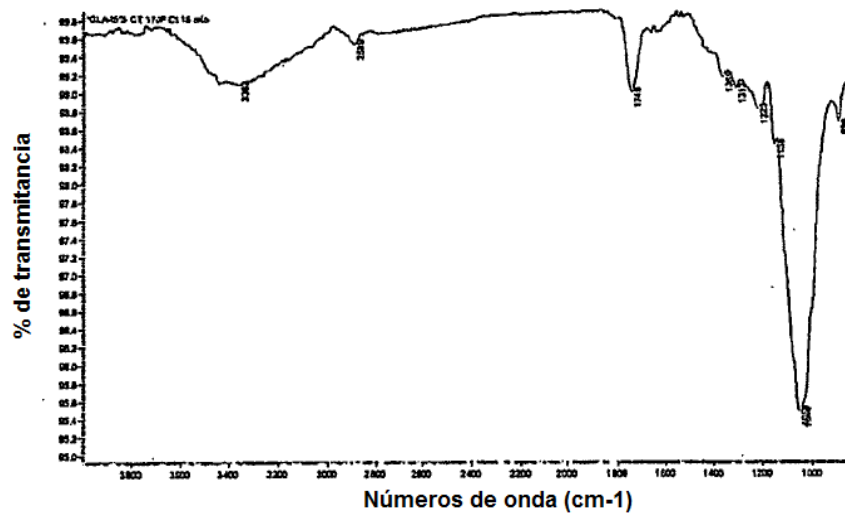


Figura 3a

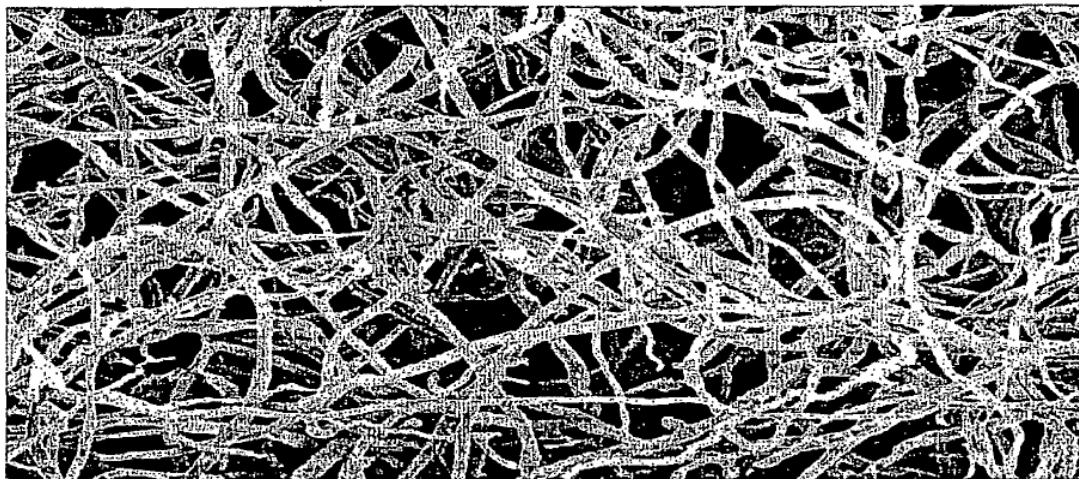


Figura 3b

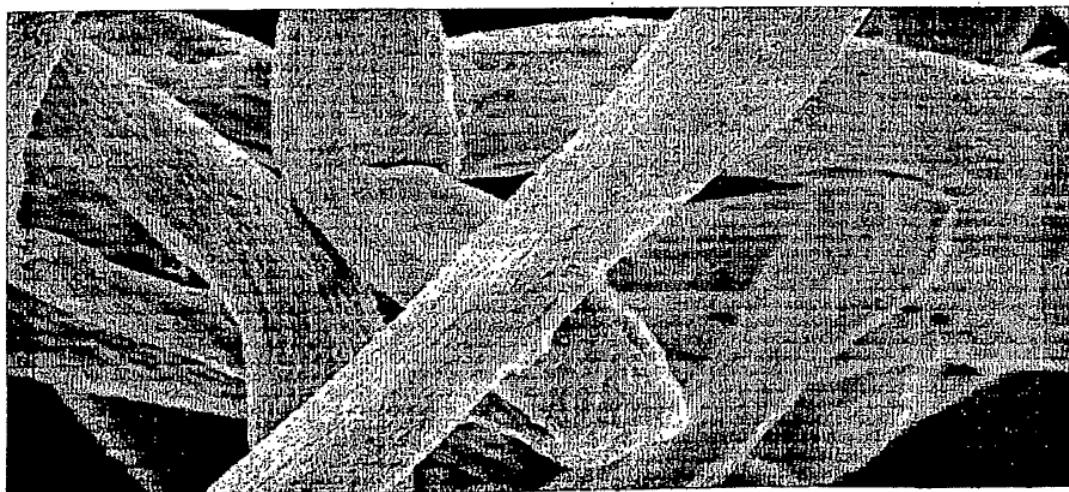


Figura 4a

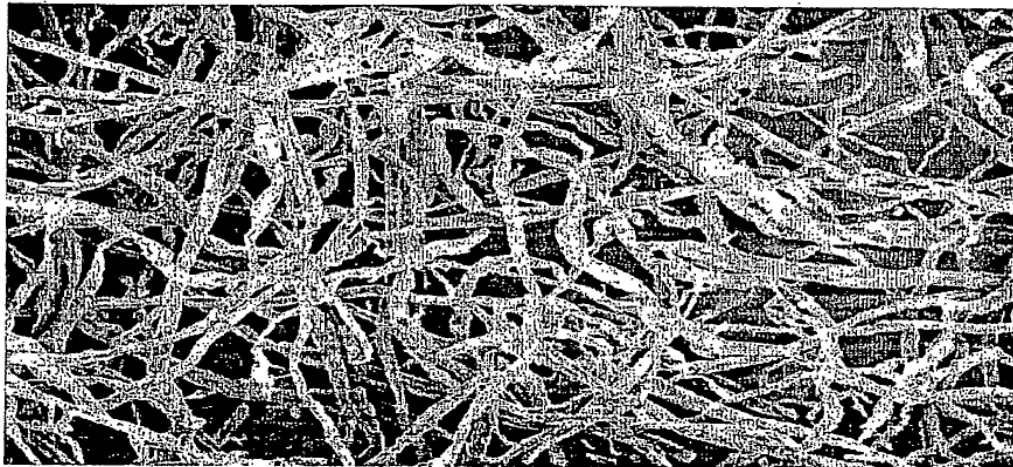


Figura 4b

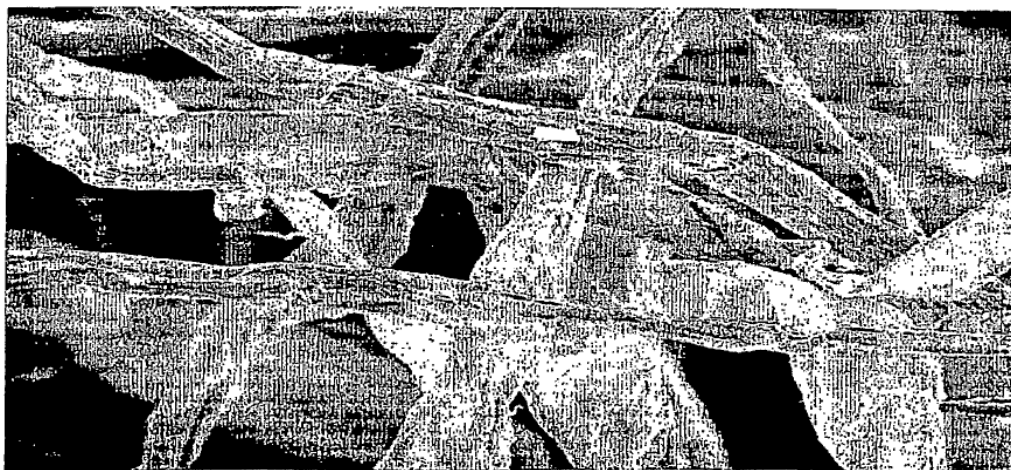


Figura 5a

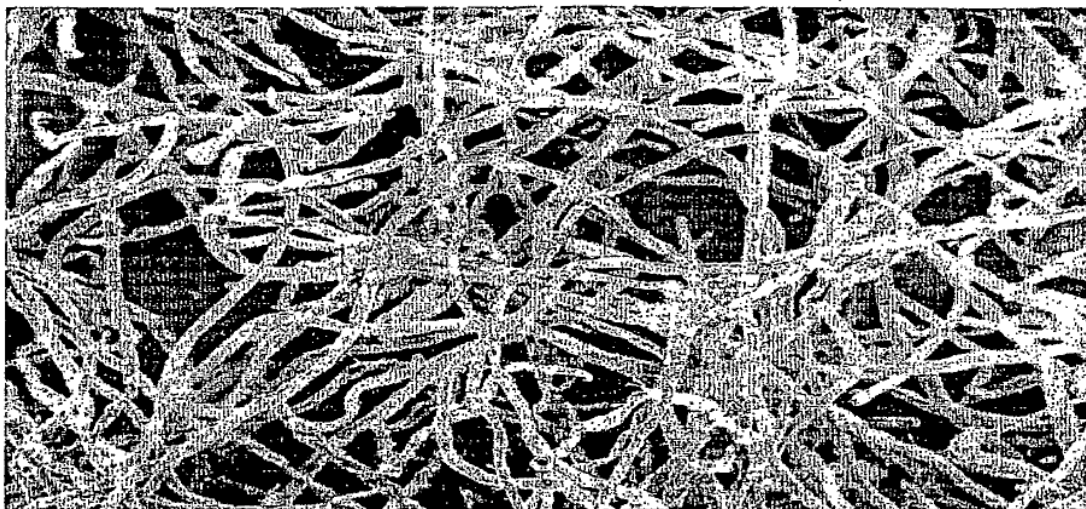


Figura 5b

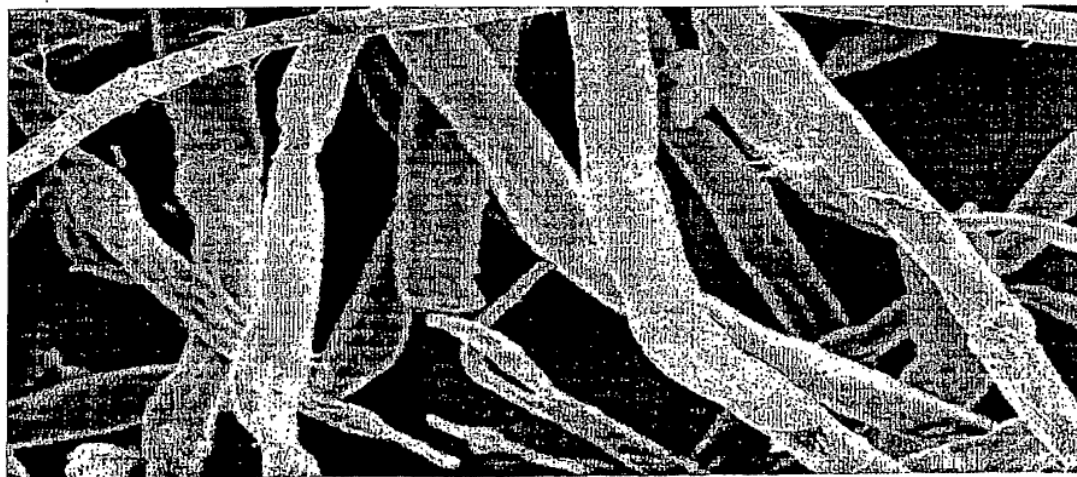


Figura 6a

