

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 393 247**

51 Int. Cl.:

D04H 1/54 (2012.01)

D01F 6/46 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **10010511 .3**

96 Fecha de presentación: **08.04.2005**

97 Número de publicación de la solicitud: **2298976**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **23.03.2011**

54 Título: **Fibras mejoradas para materiales no tejidos de polietileno.**

30 Prioridad:
30.04.2004 US 567400 P

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
19.12.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
19.12.2012

73 Titular/es:
DOW GLOBAL TECHNOLOGIES INC. (100.0%)
2040 Dow Center
Midland, MI 48674, US

72 Inventor/es:
PATEL, RAJEN M.;
CLAASEN, GERT J.;
LIANG, WENBIN;
KATZER, KARIN;
STEWART, KENNETH B., JR.;
ALLGEUER, THOMAS T. y
NIETO, JESUS

74 Agente/Representante:
DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 393 247 T3

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

DESCRIPCIÓN

Fibras mejoradas para materiales no tejidos de polietileno.

La presente invención se refiere a fibras, en particular a aquellas apropiadas para su uso en materiales no tejidos, en particular fibras unidas por hilado que comprenden mezclas poliméricas particulares.

5 Las redes o materiales textiles no tejidos resultan deseables para su uso en una variedad de productos tales como materiales para vendas, prendas de vestir, pañales desechables y otros productos para higiene personal, incluyendo toallitas pre-humedecidas. Las redes no tejidas que presentan niveles elevados de resistencia, suavidad y resistencia a la abrasión resultan deseables para las prendas absorbentes desechables, tales como pañales, calzoncillos para incontinencia, calzoncillos para control de esfínteres, prendas para higiene femenina y similares.

10 Por ejemplo, en los pañales desechables, resulta altamente deseable disponer de componentes no tejidos, resistentes y suaves, tales como láminas superiores o láminas traseras (también conocidas como cubiertas externas). Las láminas superiores forman la parte interna del pañal que se encuentra en contacto con el cuerpo haciendo que la suavidad resulte altamente beneficiosa. Las láminas traseras aportan el beneficio de un aspecto parecido al de las prendas de ropa, y la suavidad se suma a la percepción similar a la de una prenda de ropa que prefieren los consumidores. La resistencia a la abrasión se refiere a la durabilidad de la red no tejida, y se caracteriza por una ausencia de pérdida importante de fibras durante el uso.

La resistencia a la abrasión se puede caracterizar por la tendencia del material no tejido a "soltar pelusa", lo que también puede describirse como "despeluzado" o "formación de bolitas". La acción de soltar pelusa tiene lugar cuando las fibras, o los pequeños haces de fibras, sufren desgaste, se sueltan o son liberados de la superficie de la red no tejida. La acción de soltar pelusa puede dar como resultado que las fibras permanezcan sobre la piel o la prenda de ropa del usuario u otros, así como también en forma de pérdida de la integridad del material no tejido, ambas condiciones altamente indeseables para los usuarios.

La acción de soltar pelusa se puede controlar en gran medida de la misma forma que se imparte la resistencia, es decir, mediante unión o entrelazado de las fibras adyacentes en la red no tejida unas con otras. En la medida en que las fibras de la red no tejida pueden unirse o entrelazarse unas con otras, se puede aumentar la resistencia, y se pueden controlar los niveles del efecto de soltar pelusa.

La suavidad se puede mejorar por medio de pos-tratamiento mecánico del material no tejido. Por ejemplo, estirando de manera incremental una red no tejida por medio del método que se describe en la patente de EE.UU. Nº. 5.626.571, expedida el 6 de mayo de 1997, a nombre de Young y col., se puede hacer suave y expansible, al tiempo que se conserva la resistencia suficiente para su uso en productos absorbentes desechables. Dobrin y col. en el documento 976 muestran la fabricación de una red no tejida suave y expansible mediante el empleo de aplicadores de presión que presentan superficies tri-dimensionales que, al menos en cierto modo, son complementarias unas con otras. Young y col., muestran la fabricación de una red no tejida que es suave y resistente por medio del estirado permanente de un material no tejido de base inelástico en la dirección transversal a la máquina. No obstante, ni Young y col. ni Dobrin y col. muestran la tendencia contraria a la formación de pelusa de sus respectivas redes no tejidas. Por ejemplo, el método de Dobrin y col. puede dar como resultado una red no tejida que tenga una tendencia relativamente elevada a la formación de pelusa. Es decir, la red no tejida expansible de Dobrin y col. presenta una resistencia a la abrasión relativamente baja, y tiende a formar pelusa a medida que se manipula o se usa en las aplicaciones de producto.

40 Un método de unión o "consolidación" de la red no tejida consiste en unir fibras adyacentes siguiendo un patrón regular o espaciado, uniones de puntos térmicas. Un método apropiado de unión térmica se describe en la patente de EE.UU. Nº. 3.855.046, expedida el 17 de diciembre de 1974 a Hansen y col. Hansen y col. muestran un patrón de unión térmica que tiene 10-25 por ciento de área de unión (denominada "área de consolidación" en el presente documento) para dar lugar a superficies de la red no tejida resistente a la abrasión. No obstante, una resistencia a la abrasión incluso mayor junto con una mayor suavidad pueden aportar un beneficio mayor al uso de redes no tejidas en muchas aplicaciones, incluyendo productos absorbentes desechables, tales como pañales, calzoncillos para control de esfínteres, productos de higiene femenina y similares.

Aumentando el tamaño de los sitios de unión o disminuyendo la distancia entre los sitios de unión, se unen más fibras y se puede mejorar la resistencia a la abrasión (se puede reducir la formación de pelusa). No obstante, el correspondiente aumento del área de unión del material no tejido también aumenta la rigidez de plegado (es decir, la tenacidad), que se encuentra inversamente relacionada con la percepción de suavidad (es decir, a medida que aumenta la rigidez de plegado disminuye la suavidad). En otras palabras, la resistencia a la abrasión es directamente proporcional a la rigidez de plegado cuando se consigue por medio de métodos conocidos. Debido a que la resistencia a la abrasión se encuentra correlacionada con la formación de pelusa, y la resistencia al plegado se encuentra correlacionada con la suavidad percibida, los métodos conocidos de producción de materiales no tejidos requieren un compromiso entre la formación de pelusa y las propiedades de suavidad del material no tejido.

Se han llevado a cabo diferentes enfoques para mejorar la resistencia a la abrasión de los materiales no tejidos sin comprometer la suavidad. Por ejemplo, las patentes de EE.UU. Nos. 5.405.682 y 5.425.987, ambas expedidas a

- Shawyer y col., muestran un material textil no tejido, similar a una prenda de ropa y duradero fabricado con hebras poliméricas de multi-componente. No obstante, las fibras de multi-componente descritas comprenden un material termoplástico elastomérico relativamente caro (es decir, KRATONS) por un lado de la cubierta de las hebras poliméricas de multi-componente. La patente de EE.UU. Nº. 5.336.552, expedida a Strack y col., describe un enfoque similar en el cual se usa un copolímero de acrilato de etilenoalquilo como aditivo de resistencia a la abrasión en las fibras de poliolefina de multi-componente. La patente de EE.UU. Nº.5.545.464, expedida a Stokes, describe un material textil no tejido unido siguiendo un patrón de fibras conjugadas en el que un polímero de bajo punto de fusión se encuentra envuelto por un polímero de punto de fusión elevado.
- También se han utilizado ambos patrones para mejorar la resistencia y la resistencia a la abrasión en materiales no tejidos al tiempo que se mantiene o incluso se mejora la suavidad. Se han desarrollado diferentes patrones de unión con el fin de lograr una mejor resistencia a la abrasión sin afectar de forma negativa a la suavidad. La patente de EE.UU. Nº. 5.964.742, expedida a McCornack y col., describe un patrón de unión térmica que comprende elementos que tienen una proporción de aspecto pre-determinada. Las formas de unión especificadas proporcionan suficientes números de fibras inmovilizadas para reforzar el material textil, aunque no demasiado para aumentar la suavidad de manera inaceptable. La patente de EE.UU. Nº. 6.015.605, expedida a Tsujiyama y col., describe partes unidas mediante prensado térmico específicas con el fin de proporcionar resistencia, sensación al tacto y resistencia a la abrasión. No obstante, se piensa que para todas las soluciones de patrón de unión, se conserva el compromiso entre el área de unión y la suavidad.
- Otro enfoque para mejorar la resistencia a la abrasión de los materiales no tejidos sin comprometer la suavidad consiste en optimizar el contenido polimérico de las fibras usadas para fabricar los materiales no tejidos. Se ha fabricado una variedad de fibras y de materiales textiles a partir de termoplásticos, tales como polipropileno, polietileno de baja densidad altamente ramificado (LDPE) fabricado típicamente en un proceso de polimerización de alta presión, polietileno ramificado heterogéneamente lineal (por ejemplo, polietileno de baja densidad lineal fabricado usando catálisis de Ziegler), mezclas de polipropileno y polietileno ramificado heterogéneamente lineal, mezclas de polietileno ramificado heterogéneamente lineal y copolímeros de etileno/alcohol vinílico.
- De los diferentes polímeros que se conocen aptos para extrusión dando lugar a fibras, no se ha conseguido satisfactoriamente hilar en masa fundida LDPE altamente ramificado para dar lugar a fibras de denier fino. Se ha fabricado polietileno ramificado heterogéneamente lineal en forma de mono-filamento, como se describe en el documento USP 4.076.698 (Anderson y col.). También se ha fabricado de forma satisfactoria polietileno ramificado heterogéneamente lineal en forma de fibras de denier fino, como se describe en el documento USP 4.644.045 (Fowells), documento USP 4.830.907 (Sawyer y col.), documento USP 4.909.975 (Sawyer y col.) y documento USP 4.578.414 (Sawyer y col.). También se ha fabricado de forma satisfactoria polietileno ramificado heterogéneamente en forma de fibras de denier fino y materiales textiles, como se describe en el documento USP 4.482.922 (Krupp y col.), documento USP 4.990.204 (Krupp y col.) y documento USP 5.112.686 (Krupp y col.). El documento USP 5.068.141 (Kubo y col.) también describe materiales textiles no tejidos a partir de filamentos unidos con calor continuos de determinados LLDPE ramificados heterogéneamente que presentan valores específicos de calor de fusión. Mientras que el uso de mezclas de polímeros ramificados heterogéneamente produce un material textil mejorado, los polímeros resultan más difíciles de hilar sin que se produzca la rotura de las fibras.
- La patente de EE.UU. Nº. 5.549.867 (Gessner et al.), describe la adición de poliolefina de bajo peso molecular a una poliolefina con un peso molecular (Mz) de 400.000 a 580.000 con el fin de mejorar el hilado. Los ejemplos que se explican en Gessner y col. están destinados a mezclas de 10 a 30 por ciento de un polipropileno de metaloceno de bajo peso molecular con 70 a 90 por ciento en peso de un polipropileno de peso molecular elevado producido usando un catalizador de Ziegler-Natta.
- El documento WO 95/32091 (Stahl y col.) describe una reducción en las temperaturas de unión mediante el uso de mezclas de fibras producidas a partir de resinas de polipropileno que presentan diferentes puntos de fusión y producidas por medio de procesos de fabricación de fibras, por ejemplo, soplado en masa fundida y fibras sometidas a hilado. Stahl y col., reivindican una fibra que comprende una mezcla de copolímero de propileno isotáctico con un polímero termoplástico de punto de fusión elevado. No obstante, mientras Stahl y col. proporcionan ciertas consideraciones sobre la manipulación de la temperatura de unión mediante el uso de mezclas de fibras diferentes, Stahl y col. no proporcionan recomendación alguna sobre los medios para mejorar la resistencia del material textil fabricado a partir de fibras que tienen el mismo punto de fusión.
- La patente de EE.UU. Nº. 5.677.383, a nombre de Lai, Knight, Chum y Markovich, describe mezclas de polímeros de etileno sustancialmente lineales con polímeros de etileno ramificados heterogéneamente, y el uso de dichas mezclas en una variedad de aplicaciones de uso final, incluyendo fibras. Preferentemente, las composiciones descritas comprenden un polímero de etileno sustancialmente lineal que presenta una densidad de al menos 0,89 gramos/centímetro³. No obstante, Lai y col., describieron temperaturas de fabricación únicamente por encima de 165 °C. Por el contrario, con el fin de conservar la integridad de las fibras, con frecuencia, se unen los materiales textiles a bajas temperaturas, de manera que el material cristalino no se funda antes o durante la fusión.
- La publicación de patente europea (EP) 340.982 describe fibras de bi-componente que comprenden un primer núcleo de componente y un segunda cubierta de componente, comprendiendo el segundo componente además una

- mezcla de polímero amorfo con un polímero al menos parcialmente cristalino. El intervalo descrito del polímero amorfo con respecto al polímero cristalino es de 15:85 a 90:10. Preferentemente, el segundo componente comprende polímeros cristalinos y amorfos del mismo tipo polimérico general que el primer componente, prefiriéndose el poliéster. Por ejemplo, los ejemplos describen el uso de un poliéster cristalino y amorfo como
- 5 segundo componente. El documento EP 340.982, en las Tablas I y II, indica que el índice en masa fundida del polímero amorfo disminuye, de la misma forma que disminuye la resistencia de la red de manera negativa. Las composiciones poliméricas beneficiadas incluyen polietileno lineal de baja densidad y polietileno de alta densidad que presentan un índice de fusión, generalmente, dentro del intervalo de 0,7 a 200 gramos/10 minutos.
- 10 Las patentes de EE.UU. 6.015.617 y 6.270.891 muestran que la inclusión de un polímero homogéneo de bajo punto de fusión en un polímero de alto punto de fusión que tiene un índice de fusión óptimo puede proporcionar, de manera útil, un material textil laminado que presenta comportamiento de unión mejorado, al tiempo que se mantiene un comportamiento apropiado de hilado de fibras.
- 15 El documento WO-A-01/32771 está relacionado con una mezcla de polímero de etileno que comprende inter-polímeros de etileno diferentes. La mezcla de polímero de etileno se puede usar para fabricar diferentes productos, especialmente formas sometidas a extrusión y, de la manera más específica, películas.
- 20 El documento WO-A-02/48440 describe un método para fabricar un material textil no tejido que comprende hacer pasar una red de fibras a través de un par de rodillos para obtener un material textil unido térmicamente con un elevado porcentaje de área de unión. El elevado porcentaje de área de unión está formado por medio de un patrón grabado sobre al menos uno de los rodillos. El patrón grabado presenta un elevado porcentaje de áreas de punto de unión y ángulos anchos de punto de unión.
- 25 La patente de EE.UU. Nº. 5.804.286 muestra que la unión de filamentos de LLDPE para dar lugar a una red unida por hilado con una resistencia aceptable a la abrasión resulta difícil ya que la temperatura a la cual se observa una sujeción aceptable es prácticamente la misma temperatura a la cual se funden los filamentos y se adhieren a la calandria. La presente referencia concluye que esto explica el motivo por el cual los materiales no tejidos de LLDPE sometidos a unión por hilado no han encontrado una amplia aceptación comercial.
- 30 Mientras que se ha comprobado que dichos polímeros presentan éxito considerable en el mercado en cuanto a aplicaciones de fibras, las fibras fabricadas a partir de dichos polímeros se benefician de una mejora en la resistencia de unión, lo que conduciría a materiales textiles resistentes a la abrasión y, por consiguiente, a un mayor valor del material textil no tejido para los fabricantes de productos, así como también para el consumidor final. No obstante, cualquier beneficio relacionado con la resistencia de unión no debe ser a costa de una reducción negativa en la aptitud de hilado o un aumento negativo en la adherencia de las fibras del material textil al equipamiento durante el procesado.
- 35 Por consiguiente, existe una continua necesidad de un material no tejido que presente un porcentaje suficientemente elevado de área de unión para la resistencia a la abrasión, al tiempo que se mantiene una rigidez de plegado suficientemente reducida, especialmente en la dirección de la máquina, para una percepción deseable de la suavidad.
- 40 De manera adicional, existe una continua necesidad no abordada de un material no tejido, suave y de baja formación de pelusa apropiado para su uso como componente en un producto absorbente desechable.
- De manera adicional, existe una continua necesidad no abordada de una red no tejida, expansible y suave que presente resistencia a la abrasión relativamente elevada.
- Además, existe una continua necesidad no abordada de un método de procesado de un material no tejido de manera que se consiga una resistencia a la abrasión sin disminución o con una ligera disminución de la suavidad.
- 45 Existe una necesidad de fibras, en particular fibras unidas por hilado, que presenten una ventana de unión más amplia, una resistencia de unión mejorada y resistencia frente a la abrasión, suavidad mejorada y buena aptitud de hilado.
- En un aspecto, la presente invención es una fibra que presenta un diámetro dentro del intervalo de 0,1 a 50 denier, comprendiendo dicha fibra una mezcla polimérica, en la que la mezcla polimérica comprende:
- 50 a. de 26 % en peso a 80 % en peso (en peso de la mezcla polimérica) de un primer polímero que es un inter-polímero homogéneo de etileno/ α -olefina que tiene:
- i. un índice de fusión de 1 a 1000 gramos/10 minutos, y
- ii. una densidad de 0,915 a 0,950 gramos/centímetro³, y
- b. de 74 a 20 % en peso de un segundo polímero que es un homopolímero de etileno o un inter-polímero de etileno/ α -olefina que tiene:

- i. un índice de fusión de 1 a 1000 gramos/10 minutos, y preferentemente
- ii. una densidad que es de al menos 0,01 gramos/centímetro³ mayor que la densidad del primer polímero

en el que el índice de fusión total de la mezcla polimérica es mayor que 18 g/10 min.

5 Preferentemente, la fibra de la invención se puede preparar a partir de una composición polimérica que comprende:

a. al menos un inter-polímero de α -olefina y etileno sustancialmente lineal que tiene:

- i. una proporción de flujo en masa fundida, $I_{10}/I_2 \geq 5,63$,
- 10 ii. una distribución de peso molecular, M_w/M_n , definida por medio de la ecuación: $M_w/M_n \leq (I_{10}/I_2) - 4,63$,
- iii. una velocidad de cizalladura crítica en la aparición de la fractura en fusión superficial de al menos 50 % mayor que la velocidad de cizalladura crítica en la aparición de la fractura en fusión superficial del polímero de etileno lineal que presenta aproximadamente el mismo I_2 y M_w/M_n , y
- 15 iv. una densidad menor que 0,935 gramos/centímetro³, y

b. al menos un polímero de etileno que tiene una densidad mayor que 0,935 gramos/centímetro³.

Según se usa en la presente memoria, la expresión "producto absorbente" se refiere a dispositivos que absorben y contienen los exudados corporales y, de manera más específica, a dispositivos que se colocan frente a o en las proximidades del cuerpo del usuario para absorber y contener los diferentes exudados liberados por el cuerpo.

20 El término "desechable" se usa en la presente memoria para describir productos absorbentes no destinados a lavado o reposición o reutilización como producto absorbente (es decir, se pretende que sean eliminados tras un único uso y, preferentemente, sean reciclados, sometidos a formación de compost o de otro modo eliminados de forma respetuosa con el medio ambiente). El producto absorbente "unitario" se refiere a productos absorbentes que están formados por partes separadas unidas juntas para formar un cuerpo coordinado de manera que no se requieren partes de manipulación separadas tal como un receptáculo y un revestimiento por separado.

25 Según se usa en la presente memoria, la expresión "red no tejida" se refiere a una red que presenta una estructura de fibras individuales o hilos que se encuentran interestratificados, pero no de forma repetitiva y regular alguna. En el pasado, se han formado las redes no tejidas por medio de una variedad de procesos, tales como, por ejemplo procesos de estratificado al aire, procesos de soplado en masa fundida, procesos de unión por hilado y procesos de cardado, incluyendo procesos de redes cardadas y unidas.

30 Según se usa en la presente memoria, el término "microfibras" se refiere a fibras de pequeño diámetro que tienen un diámetro medio no mayor de 100 μm . Las fibras, y en particular, las fibras unidas por hilado utilizadas en la presente invención pueden ser microfibras, o de manera más específica, pueden ser fibras con un diámetro medio de 15-30 μm , y que presentan un valor de denier de 1,5-3,0.

35 Según se usa en la presente memoria, la expresión "fibras sopladas en masa fundida" se refiere a fibras formadas por medio de extrusión de un material termoplástico fundido a través de una pluralidad de capilaridades de troquel, normalmente circulares y finas, como hilos fundidos o filamentos en el interior de una corriente de gas de velocidad elevada (por ejemplo, aire) que atenúa los filamentos de material termoplástico fundido para reducir su diámetro, que puede ser hasta el diámetro de una micro-fibra. Posteriormente, las fibras sopladas en masa fundida son transportadas por la corriente de gas de velocidad elevada y son despositadas sobre una superficie de recogida para formar una red de fibras sopladas en masa fundida dispersadas de forma aleatoria.

40 Según se usa en la presente memoria, la expresión "fibras unidas por hilado" se refiere a fibras de pequeño diámetro que están formadas por medio de extrusión de un material termoplástico en masa fundida en forma de filamentos a partir de una pluralidad de capilaridades finas, normalmente circulares de una hilera, reduciéndose el diámetro de los filamentos sometidos a extrusión de forma rápida mediante extracción.

45 Según se emplean en la presente memoria, los términos "consolidación" y "consolidado" se refieren a la unión de al menos una parte de las fibras de una red no tejida en estrecha proximidad para formar un sitio, o sitios, que funcionan para aumentar la resistencia del material no tejido frente a las fuerzas externas, por ejemplo, fuerzas de abrasión y de tracción, en comparación con la red no consolidada. "Consolidado" se puede referir a la red completa de material no tejido que ha sido procesada de manera que al menos una parte de las fibras se junten en estrecha proximidad, tal como por medio de unión de punto térmico. Dicha red se puede considerar una "red consolidada". En otro sentido, se puede describir como "consolidada" una región discreta y específica de fibras que se juntan en estrecha proximidad, tal como un sitio de unión térmica.

La consolidación se puede lograr por medio de métodos que aplican calor y/o presión a la red fibrosa, tal como unión de puntos térmica (es decir, en un punto). La unión de puntos térmica se puede lograr haciendo pasar la red fibrosa a través de la línea de contacto formada por dos rodillos, uno de los cuales se calienta y contiene una pluralidad de puntos elevados sobre su superficie, como se describe en la patente de EE.UU. N.º. 3.855.046, expedida a Hansen y col. y mencionada anteriormente. Los métodos de consolidación pueden incluir unión por ultrasónidos, unión a través de aire e hidro-entrelazado. Típicamente, el hidro-entrelazado implica el tratamiento de la red fibrosa con chorros de agua de alta presión para consolidar la red por medio de entrelazado de fibras mecánico (fricción) en la zona deseada objeto de consolidación, formándose los sitios en el área de entrelazado de las fibras. Las fibras se pueden entrelazar como se muestra en las patentes de EE.UU. Nos. 4.021.284 expedida a Kalwaites el 3 de mayo de 1977 y 4.024.612 expedida a Contrator y col. el 24 de mayo de 1977. En la realización actualmente preferida, las fibras poliméricas del material no tejido se consolidan por uniones de puntos, en ocasiones denominadas "consolidación parcial" debido a la pluralidad de sitios de unión espaciados.

Según se usa en la presente memoria, el término "polímero" generalmente incluye, pero sin limitarse a, homopolímeros, copolímeros, tales como, por ejemplo, copolímeros de bloques, injertados, aleatorios y alternantes, terpolímeros, etc., y sus mezclas y modificaciones. Además, a menos que se limite específicamente lo contrario, el término "polímero" debe incluir todas las configuraciones posibles del material. Estas configuraciones incluyen, pero sin limitarse a, simetrías isotácticas, sindiotácticas y aleatorias.

Según se usa en la presente memoria, el término "expansible" se refiere a cualquier material que, tras la aplicación de una fuerza de polarización, es susceptible de estiramiento, hasta al menos 50, más preferentemente 70 por ciento, sin experimentar fallo catastrófico.

Todos los porcentajes especificados son porcentajes en peso a menos que se especifique lo contrario.

Según se usa en la presente memoria, "material no tejido" o "material textil no tejido" significan un conjunto de fibras que se mantienen juntas en una red aleatoria tal como por medio de imbricación mecánica o por medio de fusión de al menos una parte de las fibras. Se pueden fabricar los materiales no tejidos por medio de varios métodos, incluyendo materiales textiles hilados (o hidrodinámicamente entrelazados) como se describe en el documento USP 3.485.706 (Evans) y el documento USP 4.939.016 (Radwanski y col.); cardando y uniendo térmicamente fibras cortas; hilando fibras continuas en una operación continua; o por medio de fibras de soplado en masa fundida y, por consiguiente, calandrado o unión térmica de la red resultante. Estas técnicas de fabricación de materiales textiles no tejidos son bien conocidas por los expertos en la técnica. Las fibras de la presente invención se adaptan particularmente bien para fabricar el material no tejido unido por hilado.

El material no tejido presenta un peso de base (peso por unidad de área) de 10 gramos por metro cuadrado (gsm) hasta 100 gsm. El peso de base puede ser también de 15 gsm a 60 gsm, y en una realización fue de 20 gsm. Las redes apropiadas de material no tejido de base pueden tener un valor medio de denier de filamento de 0,10 a 10. Se pueden conseguir valores de denier muy bajos mediante el uso de tecnología de fibra apta para separación, por ejemplo. En general, la reducción del valor de denier de los filamentos tiende a producir redes fibrosas más suaves, y se pueden usar micro-fibras con valores de denier bajos desde 0,10 a 2,0 denier para conseguir una suavidad incluso mayor.

El grado de consolidación se puede expresar en forma de porcentaje del área superficial total de la red que se consolida. La consolidación puede ser sustancialmente completa, como cuando el adhesivo se reviste de manera uniforme sobre la superficie del material no tejido, o cuando las fibras de bi-componente se calientan de forma suficiente como para unir de forma virtual cada fibra a cada una de las fibras adyacentes. De manera general, no obstante, preferentemente la consolidación es parcial, como en la unión por puntos, tal como unión por puntos térmica.

Los sitios de unión espaciados y discretos formados por medio de unión por puntos, tal como la unión por puntos térmica, únicamente unen las fibras del material no tejido en el área de entrada de energía localizada. Las fibras o partes de fibras lejanas de la entrada de energía localizada permanecen sustancialmente no unidas a las fibras adyacentes.

De manera similar, con respecto a los métodos de ultrasonidos o hidro-entrelazado, se pueden formar sitios de unión espaciados y discretos para preparar la red no tejida parcialmente consolidada. El área de consolidación, cuando se somete a consolidación por medio de estos métodos, se refiere al área por unidad de área ocupada por los sitios localizados formados por medio de la unión de las fibras para dar lugar a uniones por puntos (denominadas de forma alternativa como "sitios de unión"), típicamente en forma de porcentaje del área unitaria total. A continuación, se detalla un método para determinar el área de consolidación.

El área de consolidación se puede determinar a partir de imágenes de microscopio de barrido electrónico (SEM) con ayuda de un soporte lógico para el análisis de imágenes. Preferentemente, se pueden tomar una o más imágenes SEM a partir de posiciones diferentes sobre una muestra de red no tejida con un aumento de 20 veces. Estas imágenes se pueden grabar digitalmente y se pueden importar al soporte lógico de Image-Pro PlusO para su análisis. A continuación, se pueden trazar las áreas unidas y se puede calcular el área en porcentaje para las presentes

áreas en base al área total de la imagen SEM. Se pueden tomar la media de las imágenes como el área de consolidación para la muestra.

Preferentemente, la red exhibe un área de consolidación en porcentaje de menos de 25 por ciento, más preferentemente menos de 22 por ciento antes del pos-tratamiento mecánico, si lo hubiera.

5 La red se caracteriza por una elevada resistencia a la abrasión y una elevada suavidad, propiedades que se cuantifican por medio de la tendencia de la red a la formación de pelusa y el plegado o la rigidez flexural, respectivamente. Se determinan los niveles de formación de pelusa (o "formación de pelusa/abrasión") y la rigidez flexural de acuerdo con los métodos explicados en la sección de Métodos de Ensayo del documento WO 02/31245.

10 Los niveles de formación de pelusa, resistencia a la tracción y rigidez flexural dependen en particular del peso de base del material no tejido, así como también de si la fibra está fabricada a partir de un mono-componente (o monofilamento) o un filamento de bi-componente (típicamente cubierta/núcleo). Para los fines de la presente invención, una fibra de "mono-componente" significa una fibra en la que el corte transversal resulta relativamente uniforme. Debe entenderse que el corte transversal puede comprender mezclas de más de un polímero pero que no incluye estructuras de "bi-componente" tales como cubierta-núcleo, islas de lado a lado en el mar, etc. En general, los materiales textiles más pesados (es decir, los materiales textiles con un peso de base más elevado) presentan niveles más elevados de formación de pelusa, siendo todo lo demás igual. De manera similar, los materiales textiles más pesados tienden a disponer de valores más elevados de tenacidad y rigidez flexural y valores más bajos de suavidad, tal y como se determina de acuerdo con el ensayo de panel de suavidad BBA como se describe en S. Woekner, "Softness and Touch-Important aspects of Non-wovens" edan International Nonwovens Symposium, Roma, Italia, Junio (2003).

15 Preferentemente, los materiales no tejidos exhiben una formación de pelusa/abrasión de menos de $0,7 \text{ mg/cm}^2$, más preferentemente menos de $0,6 \text{ mg/cm}^2$, y del modo más preferido de menos de $0,5 \text{ mg/cm}^2$. Como ejemplo de dependencia del peso de base, cuando el peso de base de un material no tejido procedente de mono-filamento se encuentra aproximadamente dentro del intervalo de 20-27 gsm, la abrasión (mg/cm^2) debería ser menor o igual a $0,0214 (BW + 0,274)$ en la que BW es el peso de base en g/m^2 . Preferentemente, será menor de $0,0214(BW) + 0,1714$, más preferentemente menor o igual a $0,0214 (BW) + 0,0714$. En las presentes ecuaciones, debe entenderse que las fórmulas ya tienen en cuenta la conversión de unidades de manera que cuando se inserta el peso de base en la fórmula en gramos/ m^2 , el resultado de abrasión, (por ejemplo) se proporciona en mg/cm^2 sin conversión adicional. Para un material tejido fabricado que usa principalmente una fibra de bi-componente, la abrasión debe ser menor o igual a $0,0071 (BW) + 0,4071$, preferentemente menor o igual a $0,0143 (BW) + 0,1643$, y del modo más preferido menor o igual a $0,0143 (BW) + 0,1143$.

20 Debe entenderse que las relaciones citadas como aplicables en el peso de base de 20-27 gsm también se matienen fuera del peso de base de 20-27 gsm especificado.

35 Se determinó la rigidez flexural tanto en la dirección de la máquina (MD) como en la dirección transversal (CD), y en MD para el peso de base del material tejido de 20-27 gsm y es preferentemente menor de 0,4 mN-cm, más preferentemente menor de 0,2 mN-cm, incluso más preferentemente menor de 0,15 mN-cm y del modo más preferido menor de 0,11 mN-cm. Preferentemente, en el CD, el material textil presenta una rigidez flexural menor de 0,2 mN-cm, más preferentemente menor de 0,15 mN-cm, incluso más preferentemente menor de 0,10 mN-cm y del modo más preferido menor de 0,08 mN-cm. Cuando el peso de base del material no tejido fabricado a partir de fibra de mono-filamento se encuentra aproximadamente dentro del intervalo de 20-27 gsm, la rigidez flexural en el MD (mN-cm) debería ser menor o igual a $0,0286(BW) - 0,3714$, preferentemente menor o igual que $0,0214 (BW) - 0,2786$, del modo más preferido menor o igual que $0,0057 (BW) - 0,0043$. Para materiales no tejidos fabricados con filamento de bi-componente, las relaciones deberían ser menores o iguales que $0,0714 (BW) - 1,0286$, más preferentemente menores o iguales que $0,071 (BW) - 1,0786$.

40 Se midieron la resistencia a la tracción para los materiales no tejidos usando una velocidad constante del dispositivo de ensayo de tracción por extensión, tal como la producida por Instron y similares. Para cada uno de los resultados presentados, se sometieron a ensayo 5 muestras, y los resultados se expresan como un valor medio. Se presentan los resultados, como la carga en fuerza por unidad de anchura (por ejemplo N/5 cm) al valor máximo y el estiramiento máximo también se presenta como el porcentaje de estiramiento a la fuerza máxima. Se llevó a cabo el ensayo en un entorno acondicionado controlado a $23 \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$ ($73 \pm 2 \text{ }^\circ\text{F}$) y 50 ± 2 por ciento de humedad relativa. Se llevó a cabo el ensayo tanto en la dirección de la máquina (MD) como en la dirección transversal (CD). Los materiales no tejidos de la presente invención presentan una resistencia a la tracción mayor que 10 N/5 cm en MD, más preferentemente mayor que 11, más preferentemente mayor que 13 e incluso más preferentemente mayor que 15 N/5 cm. En la dirección transversal, los materiales no tejidos presentan una resistencia a la tracción mayor que 7 N/5 cm, más preferentemente mayor que 8, más preferentemente mayor que 10 e incluso más preferentemente mayor que 11 N/5 cm. La resistencia a la tracción también es una función del peso de base y de este modo es preferible que la resistencia a la tracción (N/5 cm) sea mayor o igual que $0,4286 (BW) + 1,4286$, más preferentemente mayor o igual que $0,4286 (BW) + 2,4286$. En la dirección transversal, es preferible que la resistencia a la tracción sea mayor o igual que $0,4286(BW) - 1,5714$, más preferentemente mayor o igual que $0,4286$

(BW) - 0,5714. Como anteriormente, estas relaciones son particularmente relevantes en el intervalo de 20 a 27 gramos por metro cuadrado de peso de base.

5 También se pueden describir los materiales no tejidos en términos de su estiramiento a la fuerza máxima en la dirección de la máquina. Preferentemente, los materiales textiles presentan un estiramiento a la fuerza máxima en la dirección de la máquina mayor que 70 %, más preferentemente mayor que 80 %, incluso más preferentemente mayor que 90 % y del modo más preferido mayor que 100 %. Este factor es una función del peso de base, y al menos para el intervalo de 20-27 gsm, es preferible que el material no tejido presente un estiramiento (en porcentaje) mayor que 1,4286 (BW) + 41,429, más preferentemente mayor que 1,4286 (BW) + 51,429 y del modo más preferido mayor que 1,4286 (BW) + 61,429.

10 Los materiales no tejidos también se pueden caracterizar de acuerdo con su suavidad. Un método para determinar el valor de suavidad es un ensayo de panel como se describe en S. Woekner, "Softness and Touch - Important aspects of Non-wovens" edana International Nonwovens Symposium, Roma, Italia, Junio (2003). Es preferible que el material textil de la presente invención presente una suavidad mayor o igual que 1 unidad personal de suavidad ("SPU"), más preferentemente mayor que 2 e incluso más preferentemente mayor que 3 SPU. Los valores de suavidad también se pueden correlacionar de forma inversa con el peso de base, y para los materiales textiles fabricados con monofilamento (en particular dentro del intervalo de 20-27 gsm), es preferible que el material textil tenga una suavidad (SPUs) mayor o igual que 5,6286 - 0,1714 (BW), más preferentemente de 5,3571 - 0,1429 (BW) y del modo más preferido de 5,8571 - 0,1429 (BW). Los materiales textiles fabricados con fibras de bi-componente tienden a ser menos suaves, y por eso para estos materiales (en particular dentro del intervalo de 20-27 gsm) es preferible que los materiales textiles tengan una suavidad mayor o igual que 2,8286 - 0,0714 (BW), más preferentemente mayor o igual que 3,4286 - 0,0714 (BW).

De manera ventajosa, se ha comprobado que los materiales no tejidos se pueden fabricar usando fibras que tienen un diámetro dentro del intervalo de 0,1 a 50 denier, que comprenden una mezcla de polímeros, en los que la mezcla de polímeros comprende:

25 a. de 26 % en peso a 80 % en peso (en peso de la mezcla polimérica) de un primer polímero que es un inter-polímero homogéneo de etileno/ α -olefina que tiene:

- i. un índice de fusión de 1 a 1000 gramos/10 minutos, y
- ii. una densidad de 0,915 a 0,950 gramos/centímetro³, y

30 b. de 74 a 20 % en peso de un segundo polímero que es un homopolímero de etileno o un inter-polímero de etileno/ α -olefina que tiene:

- i. un índice de fusión de 1 a 1000 gramos/10 minutos, y preferentemente
- ii. una densidad que es de al menos 0,01 gramos/centímetro³ mayor que la densidad del primer polímero

en el que el índice de fusión total de la mezcla polimérica es mayor que 18 g/10 min.

35 Los polímeros de etileno sustancialmente lineales y ramificados heterogéneamente usados en las composiciones poliméricas descritas en la presente memoria pueden ser inter-polímeros de etileno con al menos una α -olefina C₃-C₂₀. El término "inter-polímero" y la expresión "polímero de etileno" usados en la presente memoria indican que el polímero puede ser un copolímero, un terpolímero, etc. Los monómeros copolimerizados de forma útil con etileno para la preparación de polímeros de etileno y sustancialmente lineales o lineales y homogéneamente ramificados incluyen α -olefinas C₃-C₂₀, especialmente, 1-penteno, 1-hexeno, 4-metil-1-penteno y 1-octeno. Los co-monómeros especialmente preferidos incluyen 1-penteno, 1-hexeno y 1-octeno. Se prefieren especialmente los copolímeros de etileno y una α -olefina C₃-C₂₀.

45 La expresión "sustancialmente lineal" significa que la cadena principal polimérica está sustituida con un número de 0,01 ramificaciones de cadena larga/1000 carbonos a 3 ramificaciones de cadena larga/1000 carbonos, más preferentemente de 0,01 ramificaciones de cadena larga/1000 carbonos a 1 ramificación de cadena larga/1000 carbonos, y de manera especial de 0,05 ramificaciones de cadena larga/1000 carbonos a 1 ramificación de cadena larga/1000 carbonos.

50 La ramificación de cadena larga se define en la presente memoria como una ramificación que presenta una longitud mayor que cualquiera de las ramificaciones de cadena corta que son el resultado de la incorporación de co-monómero. La ramificación de cadena larga puede tener aproximadamente la misma longitud que la estructura polimérica.

Se puede determinar la ramificación de cadena larga mediante el uso de espectroscopia de resonancia magnética nuclear ¹³C (RMN) y se cuantifica usando el método de Randall (Rev. Macromol, Chem. Phys, C29 (2&3), p. 275-287).

En el caso de polímeros de etileno sustancialmente lineales, dicho polímeros se pueden caracterizar como que presentan:

- a) una proporción en masa fundida, $I_{10}/I_2 \geq 5,63$,
- b) una distribución de peso molecular, M_w/M_n , definida por la ecuación:

$$M_w/M_n \leq (I_{10}/I_2) - 4,63$$

5

y

10

- c) una tensión de cizalladura crítica al comienzo de la fractura en fusión severa mayor que 4×10^6 dinas/cm² y/o una velocidad de cizalladura crítica al comienzo de la fractura en fusión superficial de al menos 50 por ciento mayor que la velocidad de cizalladura crítica al comienzo de la fractura en fusión superficial de un polímero de etileno lineal ya sea homogénea o ya sea heterogéneamente ramificado que tiene aproximadamente el mismo I_2 y M_w/M_n .

15

Al contrario que los polímeros de etileno sustancialmente lineales, los polímeros de etileno lineales carecen de ramificación de cadena larga, es decir, presentan menos que 0,01 de ramificaciones de cadena larga/1000 carbonos. De este modo, la expresión "polímeros de etileno lineales" no se refiere a polietileno ramificado de alta presión, copolímeros de etileno/acetato de vinilo o copolímeros de etileno/alcohol vinílico que resultan conocidos por el experto en la técnica y que presentan numerosas ramificaciones de cadena larga.

20

Los polímeros de etileno lineales incluyen, por ejemplo, polímeros de polietileno de baja densidad, lineales y heterogéneamente ramificados o polímeros de polietileno de alta densidad y lineales preparados por medio de procesos de polimerización de Ziegler (por ejemplo, el documento USP 4.076.698 (Anderson y col.) o polímeros lineales homogéneos (por ejemplo, el documento USP 3.645.992 (Elston)).

25

Tanto los polímeros lineales homogéneos como los de etileno sustancialmente lineales usados para formar las fibras presentan distribuciones homogéneas de ramificación. La expresión "distribución homogénea de ramificación" significa que el co-monómero se encuentra distribuido de forma aleatoria dentro de una molécula dada y que sustancialmente todas las moléculas copoliméricas presentan la misma proporción de etileno/co-monómero.

30

La homogeneidad de la distribución de la ramificación se puede medir de varias formas, incluyendo la medición de SCBDI (Índice de Distribución de Ramificación de Cadena Corta) o CBDI (Índice de Ramificación de Distribución de la Composición). SCBDI o CBDI se definen como el porcentaje en peso de moléculas poliméricas que presentan un contenido de co-monómero dentro de 50 por ciento del contenido total molar de co-monómero de valor mediano. El CBDI de un polímero se calcula fácilmente a partir de los datos obtenidos con técnicas conocidas en la técnica, tales como, por ejemplo, fraccionamiento de elusión con incremento de temperatura (abreviado en la presente memoria como "TREF") como se describe, por ejemplo, en Wild y col., Journal of Polymer Science. Poly. Phys. Ed., Vol. 20, p. 441 (1982); El documento USP 5.008.204 (Stehling). La técnica para el cálculo de CBDI se describe en USP 5.322.728 (Davey y col.) y en el documento USP 5.246.783 (Spenadel y col.). Típicamente, el SCBDI o CBDI para polímeros de etileno sustancialmente lineales y lineales homogéneamente ramificados es mayor que 30 por ciento, y es preferentemente mayor que 50 por ciento; más preferentemente mayor que 60 por ciento; incluso más preferentemente mayor que 70 por ciento, y del modo más preferido mayor que 90 por ciento.

35

Típicamente, los polímeros lineales homogéneos y de etileno sustancialmente lineales para preparar las fibras de la presente invención tienen un pico sencillo, medido usando calorimetría de barrido diferencial (DSC) o TREF.

40

Los polímeros de etileno sustancialmente lineales exhiben una propiedades de flujo inesperada cuando el valor de I_{10}/I_2 del polímero es básicamente independiente del índice de polidispersidad (es decir, M_w/M_n) del polímero. Esto queda contrastado con los polímeros de etileno lineales y homogéneos convencionales y las resinas de polietileno lineal ramificadas heterogéneamente para los cuales es preciso aumentar el índice de polidispersidad con el fin de incrementar el valor de I_{10}/I_2 . Los polímeros de etileno sustancialmente lineales también exhiben buena aptitud de procesado y baja pérdida de presión a través del grupo de la hilera, incluso cuando se usa filtración de alta cizalladura.

45

50

Polímeros de etileno lineales y homogéneos útiles para fabricar las fibras y los materiales textiles de la invención son una clase conocida de polímeros que presentan una cadena principal polimérica lineal, no presentan ramificación de cadena larga y presentan una distribución estrecha de peso molecular. Dichos polímeros son inter-polímeros de etileno y al menos un co-monómero de α -olefina de 3 a 20 átomos de carbono, y son preferentemente copolímeros de etileno con una α -olefina C₃-C₂₀, y son del modo más preferido copolímeros de etileno con propileno, 1-buteno, 1-hexeno, 4-metil-1-penteno o 1-octeno. Esta clase de polímeros se describe, por ejemplo, por parte de Elston en USP 3.645.992 y se han desarrollado procesos posteriores para producir dichos polímeros usando catalizadores de metaloceno, como se muestra, por ejemplo, en los documentos EP 0 129 368, EP 0 260 999, USP 4.701.432; USP 4.937.301; USP 4.935.397; USP 5.055.438; y WO 90/07526, y otros. Los polímeros se pueden preparar por medio

de procesos convencionales de polimerización (por ejemplo, en fase gas, en suspensión, en disolución, y a presión elevada).

El primer polímero es un polímero lineal y homogéneo o de etileno sustancialmente lineal, que presenta una densidad, medida de acuerdo con ASTM-D-792 de al menos 0,915 gramos/centímetro³ y que típicamente no es más de 0,945 gramos/centímetro³, preferentemente no más de 0,940 gramos/centímetro³, más preferentemente no más de 0,930 gramos/centímetro³ y del modo más preferido no más de 0,925 gramos/centímetro³. El segundo polímero presenta una densidad que es de al menos 0,01 gramos/centímetro³, preferentemente al menos 0,015, incluso más preferentemente de 0,02 gramos/centímetro³, más preferentemente al menos 0,25 gramos/centímetro³ y del modo más preferido de al menos 0,03 gramos/centímetro³ mayor que la del primer polímero. Típicamente, el segundo polímero presenta una densidad de al menos 0,935 gramos/centímetro³, incluso más preferentemente de al menos 0,940 gramos/centímetro³ y del modo más preferido de al menos 0,945 gramos/centímetro³.

De manera conveniente, el peso molecular del primer y segundo polímeros usados para preparar las fibras de la presente invención y los materiales textiles viene indicado usando la medición del índice en masa fundida de acuerdo con ASTM-D-1238, Condición 190 °C/2,16 kg (formalmente conocida como "Condición (E)" y también como I₂). El índice de fluidez es inversamente proporcional al peso molecular del material polímero. Por lo tanto, cuanto más alto sea el peso molecular, más bajo será el índice de fluidez, aunque la relación no es lineal. De manera general, el índice en masa fundida para el primer polímero es de al menos 1 gramo/10 minutos, preferentemente de al menos 5 gramos/10 minutos, más preferentemente de al menos 10 gramos/10 minutos; e incluso más preferentemente de al menos 15 gramos/10 minutos, de manera general, no más de 1000 gramos/10 minutos. De manera general, el índice en masa fundida para el segundo polímero es de al menos 1 gramo/10 minutos, preferentemente de al menos 5 gramos/10 minutos y más preferentemente de al menos 10 gramos/10 minutos; e incluso más preferentemente de al menos 15 gramos/10 minutos y de manera general de al menos 1000 gramos/10 minutos. Para fibras unidas por hilado, preferentemente el índice en masa fundida del segundo polímero es de al menos 15 gramos/10 minutos, más preferentemente de al menos 20 gramos/10 minutos; preferentemente, no más de 100 gramos/10 minutos.

Otra medición útil para caracterizar el peso molecular de los polímeros de etileno viene indicada de manera conveniente por medio del uso de la medición del índice en masa fundida de acuerdo con ASTM D-1238, condición 190 °C/10 kg (formalmente conocida como "Condición (N)" y también conocida como I₁₀). La relación de estos dos términos del índice de fusión es la relación de fluidez en estado fundido y se designa por I₁₀/I₂. Para los polímeros de etileno sustancialmente lineales usados en las composiciones poliméricas útiles en la fabricación de las fibras de la invención, la proporción I₁₀/I₂ indica el grado de ramificación de cadena larga, es decir, cuanto mayor es la proporción de I₁₀/I₂ mayor es el grado de ramificación de cadena larga del polímero. Los polímeros de etileno sustancialmente lineales pueden presentar proporciones de I₁₀/I₂ variables, al tiempo que mantienen la distribución de peso molecular baja (es decir, M_w/M_n de 1,5 a 2,5). De manera general, la proporción de I₁₀/I₂ de los polímeros de etileno sustancialmente lineales es de al menos 5,63, preferentemente de al menos 6, más preferentemente de al menos 7. De manera general, el límite superior de la proporción de I₁₀/I₂ para los polímeros de etileno sustancialmente lineales y homogéneamente ramificados es de 15 o menos, pero puede ser menor de 9, o incluso menor de 6,63.

Aditivos tales como antioxidantes (por ejemplo, sustancias fenólicas impedidas estéricamente (por ejemplo, Irganox® 1010 fabricado por Ciba-Geigy Corp.), fosfitos (por ejemplo, Irgafos® 168 fabricado por Ciba-Geigy Corp.), aditivos de adhesión (por ejemplo, poliisobutileno (PIB)), coadyuvantes de procesado poliméricos (tales como Dynamar™ 5911 de Dyneon Corporation, y Silquest™ PA-1 de General Electric), aditivos anti-bloque, pigmentos también pueden ser incluidos en el primer polímero, el segundo polímero o la composición polimérica total útil para preparar las fibras y los materiales textiles de la invención, en el sentido de que no interfieren con las propiedades mejoradas de la fibra o del material textil descubiertas por los solicitantes.

Todas las muestras de producto inter-polimérico y los componentes inter-poliméricos individuales se analizan por medio de cromatografía de permeabilidad de gel (GPC) en una unidad cromatográfica de Waters a temperatura de 150 °C equipada con columnas de porosidad mixta a una temperatura del sistema de 140 °C. El disolvente es 1,2,4-triclorobenceno, del cual se preparan disoluciones de 0,3 por ciento en peso de las muestras para inyección. El caudal es 1,0 mililitro/minuto y el tamaño de inyección es 100 microlitros.

La determinación del peso molecular se deduce usando patrones de poliestireno de distribución de pesos moleculares estrecha (de Polymer Laboratories) junto con sus volúmenes de elución. Se determinan los pesos moleculares equivalentes de polietileno por medio del uso de coeficientes apropiados de Mark-Houwink para polietileno y poliestireno (como se describe por parte de Williams y Ward en Journal of Polymer Science, Polymer Letters. Vol. 6, (621) 1968) para dar lugar a la siguiente ecuación:

$$M_{\text{polietileno}} = a * (M_{\text{poliestireno}})^b$$

En esta ecuación, $a = 0,4316$ y $b = 1,0$. El peso molecular medio en peso, M_w y el peso molecular medio en número, M_n , se calculan de la manera normal de acuerdo con la fórmula siguiente:

$$M_j = \left(\sum w_i (M_i^j) \right)^{1/j}$$

5 donde w_i es la fracción en peso de las moléculas con peso molecular M_i que eluyen de la columna GPC en la fracción i y $j = 1$ cuando se calcula M_w y $j = -1$ cuando se calcula M_n .

El valor de M_w/M_n de los polímeros de etileno, homogéneamente ramificados y sustancialmente lineales viene definido por medio de la ecuación:

$$M_w/M_n \leq (I_1/I_2) - 4,63$$

10 Preferentemente, el valor de M_w/M_n para los polímeros tanto de etileno y sustancialmente lineales como lineales homogéneos es de 1,5 a 2,5, y especialmente de 1,8 a 2,2.

15 Se usa una representación gráfica de tensión de cizallamiento aparente frente a la velocidad de cizallamiento aparente para identificar los fenómenos de fractura del fundido. De acuerdo con Ramamurthy en Journal of Rheology, 30(2), 337-357, 1986, por encima de determinado caudal crítico, las irregularidades observadas del extrudado pueden clasificarse ampliamente en dos tipos principales: fractura superficial del fundido y fractura severa del fundido.

20 La fractura en fusión superficial se produce en condiciones de flujo aparentemente estable, y en detalle oscila desde la pérdida de brillo especular hasta la forma más severa de "piel de tiburón". En esta descripción, el comienzo de la fractura en fusión superficial se caracteriza al principio por la pérdida de brillo del extrudado, en el cual la rugosidad superficial del extrudado sólo puede ser detectada por un aumento de 40x. La velocidad de cizalladura crítica en la aparición de la fractura en fusión superficial para el polímero de etileno sustancialmente lineal es de al menos 50 por ciento mayor que la velocidad de cizalladura crítica en la aparición de la fractura en fusión superficial del polímero de etileno lineal y homogéneo que presenta el mismo valor de I_2 y M_w/M_n .

25 La fractura en fusión severa tiene lugar en condiciones de flujo de extrusión no estacionario y en detalle oscila desde distorsiones regulares (rugoso y liso alternos, helicoidal, etc.) hasta distorsiones al azar. Para la aceptabilidad comercial, (por ejemplo, en productos de película soplada), los defectos superficiales deben ser mínimos, si no ausentes. El índice de cizalladura crítica al inicio de la fractura superficial en fusión (OSMF) y al inicio de la fractura severa en fusión (OGMF) se usará en la presente memoria en base a los cambios de rugosidad de superficie y configuraciones de los extrudados sometidos a extrusión por GER.

30 El reómetro de extrusión de gas se describe por parte de M.Shida, R.N. Shroff y L. V. Cancio en Polymer Engineering Science, Vol. 17, N°. 11, p. 770 (1977), y en "Rheometers for Molten Plastics" de John Dealy, publicado por Van Nostrand Reinhold Co. (1982) en la página 97. Todos los experimentos GER se llevan a cabo a una temperatura de 190°C, con presiones de nitrógeno entre 36,75 y 3,5 mPa gauge (de 5250 a 500 psig) usando un diámetro de 0,75 mm (0,0296 pulgadas), 20:1 de L/D de troquel. Se utiliza un trazado de tensión de cizalladura aparente frente a índice de cizalladura aparente para identificar los fenómenos de fractura en fusión. De acuerdo con Ramamurthy en Journal of Rheology, 30(2), 337-357, 1986, por encima de determinado caudal crítico, las irregularidades observadas del extrudado pueden clasificarse ampliamente en dos tipos principales: fractura superficial del fundido y fractura severa del fundido.

35 Para los polímeros descritos en el presente documento, el PI es la viscosidad aparente (en kpoise) de material medida por GER a una temperatura de 190 °C, a una presión de nitrógeno de 17,5 MPa gauge (2500 psig) usando un diámetro de 0,75 mm (0,0296 pulgadas), 20:1 L/D de troquel, o una tensión de cizalladura aparente correspondiente de $2,15 \times 10^6$ dina/cm².

40 El índice de procesado se mide a una temperatura de 190 °C, una presión de nitrógeno de 17,5 MPa gauge (2500 psig) usando un diámetro de 0,75 mm (0,0296 pulgadas), 20:1 de L/D de troquel que tiene un ángulo de entrada de 180 °.

45 Se pueden producir los polímeros por medio de un proceso de polimerización controlada y continua (lo contrario a un proceso por lotes) usando al menos un reactor, pero también se pueden producir usando reactores múltiples (por ejemplo, usando una configuración de reactor múltiple como se describe en el documento USP 3.914.342 (Mitchell), siendo el segundo polímero de etileno polimerizado en al menos otro reactor. Los reactores múltiples se pueden operar en serie o en paralelo, con al menos un catalizador de geometría dependiente o un catalizador de sitio único empleado en al menos uno de los reactores a la temperatura de polimerización y a una presión suficiente para producir polímeros de etileno que presentan las propiedades deseadas. De acuerdo con una realización preferida del presente proceso, se producen los polímeros en un proceso continuo, al contrario que un proceso por lotes. Preferentemente, la temperatura de polimerización es de 20 °C a 250 °C, usando una tecnología de catalizador de

50

- geometría dependiente. Si se desea un polímero con distribución estrecha de peso molecular (M_w/M_n de 1,5 a 2,5) que tenga una proporción elevada I_{10}/I_2 (por ejemplo, I_{10}/I_2 de 7 o más, preferentemente de al menos 8, especialmente de al menos 9), la concentración de etileno en el reactor es preferentemente de no más de 8 por ciento en peso de los contenidos del reactor, especialmente no más de 4 por ciento de los contenidos del reactor.
- 5 Preferentemente, la polimerización se lleva a cabo en un proceso de polimerización en disolución. De manera general, la manipulación de I_{10}/I_2 al tiempo que se mantiene el valor de M_w/M_n relativamente bajo para producir polímeros sustancialmente lineales descrita en la presente memoria, es una función de la temperatura del reactor y/o de la concentración de etileno. De manera general, la concentración reducida de etileno y la temperatura elevada producen un valor elevado de I_{10}/I_2 .
- 10 De manera general, las condiciones de polimerización para la fabricación de los polímeros lineales homogéneos o de etileno sustancialmente lineales usados para fabricar las fibras de la presente invención resultan útiles para el proceso de polimerización en disolución, aunque la solicitud de la presente invención no se encuentra limitada a las mismas. También se cree que los procesos de polimerización en suspensión y en fase gas resultan útiles, siempre y cuando se empleen los catalizadores y las condiciones de polimerización apropiadas.
- 15 Una técnica para polimerizar los polímeros de etileno lineales-homogéneos útiles en la presente memoria se describen en el documento USP 3.645.992 (Elston).
- En general, la polimerización continua de acuerdo con la presente invención se pueden conseguir en condiciones bien conocidas en la técnica anterior para las reacciones de polimerización de tipo Ziegler-Natta o Kaminsky-Sinn, es decir, temperaturas de 0 a 250 °C y presiones desde presión atmosférica hasta 100 MPa (1000 atmósferas).
- 20 Se pueden formar las composiciones descritas en la presente memoria por medio de cualquier método conveniente, incluyen mezcla en seco de los componentes individuales y posteriormente mezcla en masa fundida o mezcla en masa pre-fundida en un dispositivo de extrusión por separado (por ejemplo, un dispositivo de mezcla de Banbury, un dispositivo de mezcla de Haake, un dispositivo de mezcla interna de Brabender o un dispositivo de extrusión de doble husillo) o en un reactor dual.
- 25 Otra técnica para la fabricación de las composiciones in-situ se describe en la patente de EE.UU. N° 5.844.045. La presente referencia describe, entre otras, polimerizaciones de etileno y alfa-olefinas C_3-C_{20} que usan un catalizador homogéneo en al menos un reactor y un catalizador heterogéneo en al menos otro reactor. Los reactores pueden operar en serie o en paralelo.
- 30 Las composiciones también se pueden preparar por medio de separación de un polímero heterogéneo de etileno/ α -olefina para dar lugar a fracciones poliméricas, presentando cada fracción una distribución estrecha de composición (es decir, ramificación), escogiendo la fracción que presente unas propiedades específicas y mezclando la fracción escogida en las cantidades apropiadas con otro polímero de etileno. Obviamente, el presente método no resulta tan rentable como las inter-polimerizaciones in-situ de USSN 08/010.958, pero se puede usar para obtener las composiciones de la invención.
- 35 Debe entenderse que las fibras de la presente invención pueden ser continuas o discontinuas, tal como fibras cortas. De manera ventajosa, las fibras cortas de la presente invención se pueden usar en las redes cardadas. Además, debe entenderse que además de los materiales no tejidos descritos anteriormente, se pueden usar las fibras en cualquier otra aplicación conocida en la técnica, tal como fibras de aglutinante. Las fibras de aglutinante de la presente invención se pueden encontrar en forma de fibra de bi-componente de cubierta-núcleo y la cubierta de las
- 40 fibras comprende la mezcla polimérica. También puede resultar deseable mezclar una cantidad de poliolefina injertada con un compuesto orgánico insaturado que contiene al menos un sitio de insaturación etilénica y al menos un grupo carbonilo. Del modo más preferido, el compuesto orgánico insaturado es anhídrido maleico. De manera ventajosa, las fibras de aglutinante de la presente invención se pueden usar en una red estratificada al aire, preferentemente en la que las fibras de aglutinante comprenden 5-35 por ciento en peso de la red estratificada al
- 45 aire.

EJEMPLOS

- Se usaron una serie de fibras para preparar una serie de materiales textiles no tejidos. Las resinas fueron las siguientes: La Resina A es un copolímero de etileno-1-octeno de Ziegler Natta que tiene un índice en masa fundida (I_2) de 30 gramos/10 minutos y una densidad de 0,955 g/cc. La Resina B es un copolímero de etileno-1-octeno de
- 50 Ziegler-Natta que tiene un índice en masa fundida (I_2) de 27 gramos/10 minutos y una densidad de 0,941 g/cc. La Resina C es un copolímero de etileno-1-octeno sustancialmente lineal que tiene un índice en masa fundida (I_2) de 30 gramos/10 minutos y una densidad de 0,913 g/cc. La Resina D es un copolímero de etileno/1-octeno que comprende aproximadamente 40 % (en peso) de un componente de polietileno sustancialmente lineal que tiene un índice en masa fundida de aproximadamente 30 gramos/10 minutos y una densidad de aproximadamente 0,915 g/cc y
- 55 aproximadamente 60 por ciento de un componente de polietileno de Ziegler-Natta heterogéneo; la composición polimérica final tiene un índice en masa fundida de aproximadamente 30 g/10 minutos y una densidad de aproximadamente 0,9364 g/cc. La Resina E es un copolímero de etileno/1-octeno, que comprende de aproximadamente 40 por ciento (en peso) de un componente de polietileno sustancialmente lineal que tiene un

- índice en masa fundida de aproximadamente 15 g/10 minutos y una densidad de aproximadamente 0,915 g/cc y aproximadamente 60 por ciento de un componente de polietileno de Ziegler-Natta heterogéneo; la composición final presenta un índice en masa fundida de aproximadamente 22 g/10 minutos y una densidad de aproximadamente 0,9536 /cc. La Resina F es un copolímero de etileno/1-octeno que comprende aproximadamente 40 por ciento (en peso) de un componente de polietileno sustancialmente lineal que presenta un índice en masa fundida de aproximadamente 15 g/10 minutos y una densidad de aproximadamente 0,915 g/cc y aproximadamente 60 por ciento de un componente de polietileno de Ziegler-Natta heterogéneo; la composición polimérica final tiene un índice en masa fundida de aproximadamente 30 g/10 minutos y una densidad de aproximadamente 0,9367 g/cc. La Resina G es un copolímero de etileno/1-octeno que comprende aproximadamente 55 por ciento (en peso) de un componente de polietileno sustancialmente lineal que tiene un índice en masa fundida de 15 g/10 minutos y una densidad de aproximadamente 0,927 g/cc y aproximadamente 45 por ciento de un componente de polietileno de Ziegler-Natta heterogéneo; la composición polimérica final tiene un índice en masa fundida de aproximadamente 20 g/10 minutos y una densidad de aproximadamente 0,9377 g/cc. La Resina H es un homopolímero de polipropileno que tiene un caudal en masa fundida de 25 g/10 minutos de acuerdo con ASTM-1238 condición de 230 °C/2,16 kg.
- 15 Las Resinas D, E, F y G se pueden preparar de acuerdo con el documento USP 5.844.045, USP 5.869.575 y USP 6.448.341. El índice en masa fundida se mide de acuerdo con ASTM D-1238, condición de 190 °C/2,16 kg y la densidad se mide de acuerdo con ASTM D-792.

20 El material textil no tejido se fabricó usando las resinas indicadas en la Tabla 1 y se evaluó en cuanto al rendimiento de hilado y unión. Se llevaron a cabo ensayos sobre una línea de unión por hilado que usó la tecnología Ricofill con una anchura de haz de 1,2 metros. Se operó la línea con un rendimiento de 107 kg/hora/metro (0,4 g/min/orificio) para resinas de polietileno y 118 kg/hora/metro (0,45 g/min/orificio) con resina de polietileno. Se hilaron las resinas para preparar fibras de aproximadamente 2,5 denier, que correspondieron a la velocidad de fibra de aproximadamente 1500 m/min a una velocidad de producción de 0,4 g/min/orificio. Se usó un paquete de mono hilado en este ensayo, presentando cada orificio de hilera un diámetro de 0,6 mm (600 micrómetros) y una proporción L/D de 4. Se hilaron fibras de polietileno a una temperatura de fusión de 210 °C a 230 °C y se hilaron fibras de polipropileno a una temperatura de fusión de aproximadamente 230 °C.

25 El rodillo con grabado en relieve de la calandria escogida presentó un patrón oval con una superficie de unión de 16,19 por ciento, con 49,9 puntos de unión por cm², una anchura superficial de 0,83 mm x 0,5 mm y una profundidad de 0,84 mm.

30 Para la resina de polipropileno, la calandria con grabado en relieve y el rodillo liso se fijaron a la misma temperatura de aceite. Para las resinas de polietileno el rodillo liso se fijó en 2 °C menos que el rodillo con grabado en relieve (esto se hizo para reducir la tendencia al enrollado del rodillo). Todas las temperaturas de calandria que se mencionan en el presente informe fueron la temperatura del aceite del rodillo grabado en relieve. No se midieron las temperaturas superficiales de las calandrias. Se mantuvo la presión en la línea de separación entre rodillos en 70 N/mm para todas las resinas.

Ejemplo N°	Resina	Peso de Base	Temp de unión °C	Filamento Mono o bicomponente	Abrasión (mg/cm ²)	Rigidez flexural (mN·cm) MD;CD	Porcentaje de estiramiento hasta fuerza máxima	Tenacidad (N/5cm); MD; CD	Suavidad (SPU)
Comp. 1	Porcentaje de H 100	20	145	Mono	0,183	0,7;0,3	63,8; 78,25	49,73; 37,18	0,7
Comp 2	Porcentaje de A 100	20	130	Mono	0,831	0,11; 0,02	61,08; 62,95	14,61; 7,66	2,4
Comp 2	Porcentaje de A 100	20	125	Mono	0,984	0,12; 0,02	32,63; 45,06	11,08; 5,56	2,6
Comp 2	Porcentaje de A 100	20	2,82 (120)	Mono	0,997	0,13; 0,05	24,95; 36,27	9,32; 4,10	2,3
Comp 3	Porcentaje de A 100	28	130	Mono	0,885	0,29; 0,03	65,07; 72,81	20,37; 11,42	2,2
Comp 4	Porcentaje de B 100	21	125	Mono	0,678	0,08; 0,03	76,89; 84,20	13,72; 8,29	2,7

ES 2 393 247 T3

Ejemplo N°	Resina	Peso de Base	Temp de unión °C	Filamento Mono o bicomponente	Abrasión (mg/cm ²)	Rigidez flexural (mN·cm) MD;CD	Porcentaje de estiramiento hasta fuerza máxima	Tenacidad (N/5cm); MD; CD	Suavidad (SPU)
Comp 5	Porcentaje de B 100	28	125	Mono	1,082	0,15; 0,02	71,50; 74,32	17,75; 10,45	2,6
Comp 6	Sometido a formación de compuesto Porcentaje de A 80/ Porcentaje de C 20	21	130	Mono	0,53 0,03	0,06; 0,03	63,14; 91,56	12,0; 8,8	2,9
Comp 7	Sometido a formación de compuesto Porcentaje de A 80/ Porcentaje de C 20	28	130	Mono	0,56	0,16; 0,07	86,02; 109,51	17,79; 13,22	2,4
Comp 8	Mezclado en seco Porcentaje de A 80/ Porcentaje de C 20	21	130	Mono	0,42	0,07; 0,03	57,98; 86,16	11,45; 8,15	3
9	Porcentaje de D 100	20	135	Mono	0,399	0,07; 0,02	71,3; 100,16	7,25; 5,90	3
10	Porcentaje de D 100	27	135	Mono	0,491	0,14; 0,06	98,79; 125,78	11,28; 9,54	ND
11	Porcentaje de E 100	20	135	Mono	0,411	0,08; 0,03	69,35; 97,99	7,30; 6,09	4
12	Porcentaje de E 100	27	135	Mono	0,653	0,22; 0,07	89,60; 123,71	11,33; 9,76	ND
13	Porcentaje de F 100	20	135	Mono	0,421	0,09; 0,03	75,04; 105,15	7,02; 6,15	3,7
14	Porcentaje de F 100	27	135	Mono	0,534	0,22; 0,07	93,45; 118,21	11,36; 9,21	ND
15	Porcentaje de G 100	20	135	Mono	0,435	0,08; 0,03	59,55; 96,78	8,25; 7,12	ND
16	Porcentaje de G 100	27	135	Mono	0,625	0,19; 0,06	95,89; 116,26	13,26; 11,13	ND

ES 2 393 247 T3

Ejemplo N°	Resina	Peso de Base	Temp de unión °C	Filamento Mono o bicomponente	Abrasión (mg/cm ²)	Rigidez flexural (mN·cm) MD;CD	Porcentaje de estiramiento hasta fuerza máxima	Tenacidad (N/5cm); MD; CD	Suavidad (SPU)
Comp 17	Mezclado en seco porcentaje de A 55/porcentaje de C 45	20	125	Mono	0,487	0,07; 0,02	88,1; 113,8	12,32; 7,71	ND
Comp 18	Mezclado en seco porcentaje de A 55/porcentaje de C 45	27	125	Mono	0,673	0,12; 0,03	103,0; 139,5	17,40; 11,60	ND

REIVINDICACIONES

1. Una fibra que tiene un diámetro dentro del intervalo de 0,1 a 50 denier, comprendiendo dicha fibra una mezcla polimérica, en la que la mezcla polimérica comprende:
- 5 a. de 26 % en peso a 80 % en peso (en peso de la mezcla polimérica) de un primer polímero que es un inter-polímero homogéneo de etileno/ α -olefina que tiene:
- i. un índice de fusión de 1 a 1000 gramos/10 minutos, y
- ii. una densidad de 0,915 a 0,950 gramos/centímetro³, y
- b. de 74 a 20 % en peso de un segundo polímero que es un homopolímero de etileno o un inter-polímero de etileno/ α -olefina que tiene:
- 10 i. un índice de fusión de 1 a 1000 gramos/10 minutos, y preferentemente
- ii. una densidad que es de al menos 0,01 gramos/centímetro³ mayor que la densidad del primer polímero
- en el que el índice de fusión total de la mezcla polimérica es mayor que 18 g/10 min.
2. La fibra de la Reivindicación 1, en la que la fibra es una fibra unida por hilado.
3. La fibra de la Reivindicación 1, en la que el primer polímero comprende 40-60 por ciento de la mezcla.
- 15 4. La fibra de la Reivindicación 1, en la que el segundo polímero es un polímero de etileno lineal o un polímero de etileno sustancialmente lineal.
5. La fibra de la Reivindicación 1, en la que el primer polímero tiene un índice en masa fundida mayor que 10 g/10 minutos.
- 20 6. La fibra de la Reivindicación 1, en la que el primer polímero tiene una densidad dentro del intervalo de 0,915 a 0,925 gramos/centímetro³.
7. La fibra de la Reivindicación 1, en la que el segundo polímero tiene una densidad que es de al menos 0,02 gramos/centímetro³ mayor que la densidad del primer polímero.
8. La fibra de una cualquiera de las Reivindicaciones 1 a 7, en la que la fibra está seleccionada entre el grupo que consiste en fibras cortas y fibras de aglutinante.
- 25 9. La fibra de la Reivindicación 8, en la que la fibra es una fibra de aglutinante y la fibra de aglutinante se encuentra en forma de fibra de bi-componente de cubierta-núcleo y la cubierta de la fibra comprende la mezcla polimérica.
10. La fibra de la Reivindicación 9, en la que la cubierta además comprende una poliolefina injertada con un compuesto orgánico insaturado que contiene al menos un sitio de insaturación etilénica y al menos un grupo carbonilo.
- 30 11. La fibra de la Reivindicación 10, en la que el compuesto orgánico insaturado es anhídrido maleico.
12. La fibra de la Reivindicación 8, en la que la fibra es una fibra de aglutinante y la fibra de aglutinante es una red estratificada al aire y la fibra comprende 5-35 por ciento de la red estratificada al aire.
13. La fibra de la Reivindicación 8, en la que la fibra es una fibra corta y la fibra estable es una red cardada.