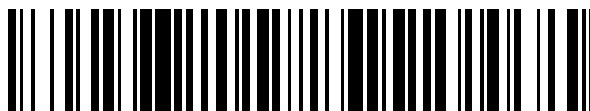


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 527 060**

51 Int. Cl.:

D04H 3/00 (2012.01)

D04H 3/16 (2006.01)

C08J 9/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **02.06.2006 E 06771965 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **08.10.2014 EP 1885928**

54 Título: **Estructuras fibrosas que comprenden una estructura polimérica**

30 Prioridad:

03.06.2005 US 687043 P

26.04.2006 US 411333

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

20.01.2015

73 Titular/es:

THE PROCTER & GAMBLE COMPANY (100.0%)
One Procter & Gamble Plaza
Cincinnati, OH 45202, US

72 Inventor/es:

EVERS-SMITH, LINDA;
CABELL, DAVID WILLIAM;
MACKEY, LARRY NEIL;
GORDON, GREGORY CHARLES;
TROKHAN, PAUL DENNIS y
DEBRULER, TEDI-LEA ANNE

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 527 060 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).

DESCRIPCION

Estructuras fibrosas que comprenden una estructura polimérica

Campo de la invención

5 La presente invención se refiere a estructuras poliméricas y a métodos de fabricación de dichas estructuras poliméricas. Concretamente, la presente invención se refiere a estructuras poliméricas que comprenden una estructura polimérica hidroxilada, por ejemplo, una fibra que comprende un polímero hidroxilado. Más concretamente, la presente invención se refiere a estructuras fibrosas que comprenden una estructura polimérica hidroxilada, por ejemplo, una fibra que comprende un polímero hidroxilado en la que la estructura fibrosa presenta un factor CETM inferior a 20 y/o un factor $CETM * L^2$ inferior a 950.

10 Antecedentes de la invención

En la técnica se conocen estructuras fibrosas que presentan un factor CETM de 21 o superior y/o un factor $CETM * L^2$ superior a 1000. En la técnica se conocen, por ejemplo, estructuras fibrosas que comprenden una fibra que comprende un polímero hidroxilado que presenta un factor CETM de 21 o superior y/o que presentar un factor $CETM * L^2$ superior a 1000.

15 Se sabe que los productos higiénicos de papel tisú que comprenden una estructura fibrosa que presenta un factor CETM de 21 o superior y/o que presentan un factor $CETM * L^2$ superior a 1000 no presentan propiedades aceptables para el consumidor tales como formación de deshilachados y/o bolitas, especialmente formación de deshilachados y/o bolitas en estado húmedo, formación de deshilachados y/o bolitas en estado seco, y/o suavidad.

20 Por tanto, es necesaria una estructura fibrosa que presente un factor CETM inferior a 20 y/o un factor $CETM * L^2$ inferior a 950; métodos para fabricar dichas estructuras fibrosas y productos higiénicos de papel tisú que comprendan dichas estructuras fibrosas.

Sumario de la invención

La presente invención satisface las necesidades descritas anteriormente proporcionando una estructura fibrosa que presenta un factor CETM inferior a 20 y/o un factor $CETM * L^2$ inferior a 950.

25 En un ejemplo de la presente invención, se proporciona una estructura fibrosa que comprende una región fusionada y una región no fusionada, comprendiendo dicha estructura fibrosa una estructura polimérica hidroxilada en forma de fibras, en donde dicha estructura polimérica hidroxilada comprende un primer polímero hidroxilado y un segundo polímero hidroxilado, siendo uno de los dos polímeros inherentemente termoplástico y en donde la estructura fibrosa presenta un factor $CETM * L^2$ inferior a 950.

30 En las reivindicaciones adjuntas 2 a 7 se mencionan otras características opcionales y no limitativas de dicha estructura fibrosa.

En otro ejemplo de la presente invención, se describe un uso de una estructura fibrosa como se ha descrito anteriormente en un producto higiénico de papel tisú de capa única o multicapa.

35 En otro ejemplo de la presente invención, se proporciona un proceso para fabricar una estructura fibrosa según se menciona en las reivindicaciones adjuntas 1 a 7 que comprende las etapas de:

a. producir una estructura polimérica hidroxilada en forma de fibra, en donde dicha estructura polimérica hidroxilada comprende un primer polímero hidroxilado y un segundo polímero hidroxilado, siendo uno de los dos polímeros inherentemente termoplástico;

b. formar una estructura fibrosa que comprende la fibra polimérica hidroxilada;

40 c. someter la estructura fibrosa a una operación de unión térmica transmitiendo a la estructura fibrosa propiedades que dan lugar a que uno o más polímeros de dicha estructura polimérica presenten una temperatura superior a su T_g , de modo que la estructura fibrosa presenta un factor $CETM * L^2$ inferior a 950.

Otras características opcionales y no limitativas de este proceso se mencionan en las reivindicaciones adjuntas 10 y 11.

45 Por tanto, la presente invención proporciona estructuras fibrosas que presentan un factor CETM inferior a 20 y/o un factor $CETM * L^2$ inferior a 950; métodos para fabricar dicha estructura fibrosa y productos higiénicos de papel tisú que comprenden dicha estructura fibrosa; y procesos para fabricar una estructura fibrosa de la presente invención.

Breve descripción de los dibujos

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

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

La Fig. 2 es una representación esquemática de un proceso para fabricar una estructura fibrosa según la presente invención;

5 La Fig. 3 es una representación esquemática de una estructura fibrosa según la presente invención;

La Fig. 4 es una representación esquemática de una sección transversal de la estructura fibrosa de la Fig. 3 tomada a lo largo de la línea 4-4;

La Fig. 5A es una fotografía de un microscopio electrónico de barrido de una región no fusionada de una estructura fibrosa según la presente invención;

10 La Fig. 5B es una fotografía de un microscopio electrónico de barrido de una región fusionada de una estructura fibrosa según la presente invención;

La Fig. 6 es una representación esquemática de un proceso para fabricar una estructura fibrosa según la presente invención;

15 La Fig. 7 es un diagrama de flujo ilustrativo, en sección transversal esquemática, de ejemplos de estructuras fibrosas formadas según el proceso de la presente invención;

Descripción detallada de la invención

Definiciones

20 “Estructura polimérica” en la presente memoria significa cualquier estructura física simple producida por un polímero o composición de polímero que comprende al menos un polímero. Las estructuras poliméricas se forman a partir de una composición de polímero que se somete a un proceso para formar la estructura física. Las estructuras poliméricas pueden ser hiladas en seco y/o con disolvente. “Hilado en seco”, y/o “hilado con disolvente” en la presente memoria significa, a diferencia de hilado en húmedo, que las estructuras poliméricas no se hilan para formar un baño coagulante.

25 Las estructuras poliméricas de la presente invención son estructuras poliméricas no naturales. En otras palabras, las estructuras poliméricas de la presente invención no incluyen fibras de celulosa naturales. Ejemplos no limitativos de estructuras poliméricas según la presente invención incluyen fibras, películas y/o espumas. Puede combinarse una pluralidad de fibras de estructura polimérica para formar una estructura fibrosa (banda).

30 Las estructuras poliméricas de la presente invención pueden combinarse con otras estructuras físicas no poliméricas, tales como las fibras de celulosa naturales, para formar una estructura fibrosa. En un ejemplo, la estructura polimérica de la presente invención en sus diferentes formas (fibra, estructura fibrosa, película y/o espuma) no tiene punto de fusión. También es deseable que la estructura polimérica (fibra, estructura fibrosa, película y/o espuma) de la presente invención sea sustancialmente homogénea o completamente homogéneo.

En un ejemplo, las estructuras poliméricas de la presente invención no contienen polímeros termoplásticos insolubles en agua.

35 En otro ejemplo, las estructuras poliméricas de la presente invención no están formadas por polímeros inherentemente termoplásticos.

En otro ejemplo, las estructuras poliméricas de la presente invención no contienen polímeros termoplásticos que no contienen grupos hidroxilo.

40 Las estructuras poliméricas de la presente invención, especialmente las fibras de la presente invención, pueden ser producidas reticulando entre sí polímeros, por ejemplo, polímeros hidroxilados. Ejemplos no limitativos de un sistema de reticulación adecuado para conseguir la reticulación comprenden un agente de reticulación y, opcionalmente, un facilitador de la reticulación, en el que el polímero hidroxilado es reticulado por el agente de reticulación.

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

50

- Las estructuras de polímero de la presente invención no incluyen recubrimientos y/u otros tipos de tratamiento de superficie que comprenden un polímero hidroxilado (tales como composiciones de almidón para proporcionar volumen) que se aplican a una forma existente previamente como, por ejemplo, un recubrimiento sobre una fibra, película o espuma. Sin embargo, en una realización de la presente invención, una estructura polimérica según la presente invención puede recubrirse y/o se le puede aplicar un tratamiento de superficie con el sistema reticulado de la presente invención.
- Las estructuras poliméricas en forma de fibra, estructura fibrosa, película y/o espuma pueden incorporarse a productos higiénicos de papel tisú y/u otros productos de tipo papel, tales como papeles para escribir, núcleos, tales como núcleos de producto de papel tisú, tejidos de envasado, y espuma de poliestireno expandido en forma de ganchito.
- Una o más estructuras poliméricas de la presente invención pueden incorporarse en un producto de estructura multipolimérica.
- “Estructura de polímero hidroxilado” en la presente memoria significa una estructura polimérica de la presente invención en donde la estructura polimérica comprende un polímero hidroxilado.
- “Polímero hidroxilado”, en la presente memoria, incluye cualquier polímero que contiene hidroxilo que puede incorporarse en una estructura polimérica de la presente invención como, por ejemplo, en una estructura polimérica en forma de fibra.
- En una realización, el polímero hidroxilado de la presente invención incluye más de 10% y/o más de 20% y/o más de 25% en peso de restos hidroxilo.
- Ejemplos no limitativos de polímeros hidroxilados según la presente invención incluyen, polioles, tales como poli(alcohol vinílico), derivados de poli(alcohol vinílico), copolímeros de poli(alcohol vinílico), almidón, derivados de almidón, quitosana, derivados de quitosana, derivados de celulosa, tales como derivados de éter y éster de celulosa, gomas, arabinanos, galactanos, proteínas y otros polisacáridos diferentes y mezclas de los mismos.
- Las clases de polímeros hidroxilados se definen a partir de la cadena principal del polímero hidroxilado. Por ejemplo, el poli(alcohol vinílico) y los derivados de poli(alcohol vinílico) y los copolímeros de poli(alcohol vinílico) pertenecen a la clase de polímeros hidroxilados de poli(alcohol vinílico), mientras que el almidón y los derivados de almidón pertenecen a la clase de polímeros hidroxilados de tipo almidón.
- Preferiblemente, el polímero hidroxilado puede tener un peso molecular promedio en peso de aproximadamente 10.000 g/mol a aproximadamente 40.000.000 g/mol. Pueden utilizarse polímeros hidroxilados con un peso molecular superior e inferior junto con polímeros hidroxilados que tienen el peso molecular promedio en peso preferido.
- Los modificadores bien conocidos de polímero hidroxilado como, por ejemplo, almidones naturales, incluyen modificaciones químicas y/o modificaciones enzimáticas. Por ejemplo, el almidón natural puede ser diluido con ácido, hidroxí-etilado, hidroxí-propilado, y/u oxidado. Además, el polímero hidroxilado puede comprender polímero hidroxilado de tipo almidón de maíz dentado.
- Los poli(alcoholes vinílicos) de la presente invención pueden injertarse con otros monómeros para modificar sus propiedades. Se ha injertado un amplio intervalo de monómeros a poli(alcohol vinílico). Ejemplos no limitativos de dichos monómeros incluyen acetato de vinilo, estireno, acrilamida, ácido acrílico, metacrilato de 2-hidroxietilo, acrilonitrilo, 1,3-butadieno, metacrilato de metilo, ácido metacrílico, cloruro de vinilideno, cloruro de vinilo, vinilamina y diversos ésteres de tipo acrilato.
- En la presente memoria, “polisacáridos” significa polisacáridos naturales y derivados de polisacáridos o polisacáridos modificados. Los polisacáridos adecuados incluyen, aunque no de forma limitativa, almidones, derivados de almidón, quitosana, derivados de quitosana, derivados de celulosa, gomas, arabinanos, galactanos y mezclas de los mismos. En un ejemplo, el polímero hidroxilado comprende y/o consiste esencialmente en y/o consiste en uno o más polisacáridos.
- En la presente memoria, “Fibra” significa un objeto fino, delgado y altamente flexible que tiene un eje mayor que es muy largo en comparación con los dos ejes de la fibra mutuamente ortogonales que son perpendiculares al eje mayor. Preferiblemente, la relación dimensional de la longitud del eje mayor con respecto al diámetro equivalente de la sección transversal de la fibra perpendicular al eje mayor es superior a 100/1, de forma más específica superior a 500/1, y de forma todavía más específica superior a 1000/1, e incluso de forma todavía más específica superior a 5000/1.
- Las fibras de la presente invención pueden ser continuas o sustancialmente continuas. En un ejemplo, una fibra es continua o sustancialmente continua si se extiende el 100% de la longitud MD de la estructura fibrosa y/o de la estructura fibrosa y/o del producto higiénico de papel tisú fabricados a partir de la misma. En una realización, una fibra es sustancialmente continua si se extiende más de aproximadamente 5% y/o más de aproximadamente 10% y/o más de aproximadamente 20% y/o más de aproximadamente 30% y/o más de aproximadamente 50% y/o más de

aproximadamente 70% de la longitud MD de la estructura fibrosa y/o del producto higiénico de papel tisú fabricados a partir de la misma. En otro ejemplo, una fibra es continua o sustancialmente continua si presenta una longitud de al menos aproximadamente 2,54 cm (1 pulgada) y/o al menos aproximadamente 3,81 cm (1,5 pulgadas) y/o al menos aproximadamente 5,08 cm (2 pulgadas) y/o al menos aproximadamente 6,35 cm (2,5 pulgadas) y/o al menos aproximadamente 7,62 cm (3 pulgadas).

La fibra puede tener un diámetro de fibra, determinado por el método de ensayo de diámetro de fibra descrito en la presente memoria, inferior a aproximadamente 50 micrómetros y/o inferior a aproximadamente 20 micrómetros y/o inferior a aproximadamente 10 micrómetros y/o inferior a aproximadamente 8 micrómetros y/o inferior a aproximadamente 6 micrómetros y/o inferior a aproximadamente 5,5 micrómetros.

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

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

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

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

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

En un ejemplo, una estructura polimérica y/o una estructura fibrosa y/o un producto higiénico de papel tisú según la presente invención presenta una resistencia a la tracción en seco total mínima de, al menos, aproximadamente 70 g/2,54 cm (70 g/pulg) y/o, al menos, aproximadamente 100 g/2,54 cm (100 g/pulg) y/o, al menos, aproximadamente 300 g/2,54 cm (300 g/pulg) y/o, al menos, aproximadamente 500 g/2,54 cm (500 g/pulg) y/o, al menos, aproximadamente 700 g/2,54 cm (700 g/pulg) y/o, al menos, aproximadamente 800 g/2,54 cm (800 g/pulg) y/o, al menos, aproximadamente 900 g/2,54 cm (900 g/pulg) y/o, al menos, aproximadamente 1000 g/2,54 cm (1000 g/pulg).

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

aproximadamente 2000 g/2,54 cm (2000 g/pulg) y/o inferior a aproximadamente 1700 g/2,54 cm (1700 g/pulg) y/o inferior a aproximadamente 1500 g/2,54 cm (1500 g/pulg).

5 En otro ejemplo, la estructura polimérica y/o una estructura fibrosa y/o un producto higiénico de papel tisú según la presente invención presenta una puntuación de deshilachados en húmedo inferior a aproximadamente 25 y/o inferior a 20 y/o inferior a 15 y/o inferior a 10, cuando se mide según el método de ensayo de deshilachados/formación de bolitas descrito en la presente memoria.

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

10 En otro ejemplo, una estructura polimérica y/o una estructura fibrosa y/o un producto higiénico de papel tisú según la presente invención presenta una puntuación de deshilachados en seco inferior a aproximadamente 10 y/o inferior a aproximadamente 8 y/o inferior a aproximadamente 7 y/o inferior a aproximadamente 6 y/o inferior a aproximadamente 5,5, medida según el método de ensayo de deshilachados/formación de bolitas descrito en la presente memoria.

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

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

25 En la presente memoria, la expresión “peso molecular promedio en peso” significa el peso molecular promedio en peso determinado mediante cromatografía de filtración en gel según el protocolo descrito en Colloids and Surfaces A. Physico Chemical & Engineering Aspects, vol. 162, 2000, págs. 107-121.

“Deshilachados” y/o “formación de bolitas”, en la presente memoria, significa piezas discretas de una estructura polimérica y/o estructura fibrosa y/o producto higiénico de papel tisú que se separan de la estructura polimérica y/o estructura fibrosa y/o producto higiénico de papel tisú originales, respectivamente, de forma típica durante el uso.

30 Por ejemplo, los papeles higiénicos y las toallitas de cocina conocidas comprenden estructuras fibrosas que esencialmente consisten en fibras de celulosa cortas. Durante un proceso de limpieza, en húmedo y en seco, estas fibras celulósicas cortas pueden separarse de la estructura fibrosa y formar deshilachados o bolitas. La presente invención emplea fibras esencialmente continuas o sustancialmente continuas en lugar de las fibras celulósicas cortas discontinuas tradicionales. Generalmente hablando, las estructuras fibrosas de la presente invención resisten la formación de deshilachados en comparación con otras estructuras fibrosas basadas en fibra celulósica, debido a la naturaleza continua de las fibras de la presente invención. Además, las estructuras poliméricas y/o las estructuras fibrosas y/o los productos higiénicos de papel tisú de la presente invención ofrecen resistencia a la formación de bolitas en comparación con estructuras fibrosas basadas en fibras de celulosa, siempre que la fuerza de ligado y la resistencia de la fibra, así como la capacidad de estiramiento, sean suficientes para evitar la ruptura de la fibra libre y el enmarañado con fibras adyacentes durante el proceso de limpieza.

40 “Propiedades intensivas” y/o “valores de propiedades intensivas comunes”, en la presente memoria, significa una propiedad de la estructura polimérica, estructura fibrosa y/o producto higiénico de papel tisú (generalmente llamados “sustrato”, lo cual quiere decir una estructura unitaria simple, en lugar de estructuras unitarias múltiples apiladas entre sí) de la presente invención, que es independiente de la masa. Ejemplos no limitativos de propiedades intensivas comunes incluyen la densidad, el gramaje del sustrato, el espesor del sustrato, la elevación del sustrato, la opacidad del sustrato, la frecuencia del crepé del sustrato, y cualquier combinación de los mismos. Las estructuras poliméricas y/o las estructuras fibrosas y/o los productos higiénicos de papel tisú de la presente invención pueden comprender dos o más regiones que presentan valores de propiedades intensivas comunes que varían de unas a otras. En otras palabras, una estructura fibrosa de la presente invención puede comprender una región que tiene un primer valor de opacidad y una segunda región que tiene un segundo valor de opacidad diferente del primer valor de opacidad. Dichas regiones pueden ser continuas, sustancialmente continuas y/o discontinuas. Mediante los métodos descritos en US-5.843.279, concedida a Phan y col., y en US-5.328.565, concedida a Rasch y col., todas ellas propiedad de The Procter & Gamble, se describen varios métodos mediante los cuales pueden medirse las propiedades intensivas comunes.

55 “Operación de unión térmica” en la presente memoria significa que a un material, tal como una estructura polimérica, especialmente una estructura fibrosa que comprende una estructura polimérica hidroxilada según la presente invención, se le imparten propiedades que dan lugar a que uno o más polímeros de la estructura polimérica presenten una temperatura superior a Tg. Una vez que se ha aportado al polímero una temperatura superior a su Tg,

éste puede fluir con mayor facilidad, facilitando así el fusionado de las fibras y/o de las estructuras poliméricas al aplicar presión.

Las condiciones a las que puede producirse la unión térmica varían dependiendo de los valores de cada una de las condiciones. Por ejemplo, las siguientes condiciones son las condiciones principales que afectan a la operación de unión térmica de una estructura fibrosa que comprende una o más fibras formadas a partir de uno o más polímeros hidroxilados de la presente invención: 1) nivel de un agente modificador de la Tg, por ejemplo, un polímero hidroxilado de poli(alcohol vinílico); 2) temperatura de la estructura fibrosa durante la operación de unión térmica; 3) presión aplicada a la estructura fibrosa durante la operación de unión térmica; 4) humedad a la que se somete la estructura fibrosa durante la operación de unión térmica; y 5) tiempo (tiempo de residencia) durante el cual la estructura fibrosa está a la temperatura, presión y/o humedad descritas anteriormente. Por ejemplo, si se aumenta la temperatura de la estructura fibrosa, puede disminuirse la presión para obtener unión térmica de una estructura fibrosa que comprende estructuras poliméricas de la presente invención, en un caso en que la estructura fibrosa satisfaga el factor CETM y/o el factor $\text{CETM} * L^2$ de la presente invención. Las condiciones a las que puede tener lugar la unión térmica de una estructura fibrosa según la presente invención, en un caso en que la estructura fibrosa satisfaga el factor CETM y/o el factor $\text{CETM} * L^2$, pueden determinarse empíricamente.

Por ejemplo, a un nivel dado de agente modificador de la Tg (tal como polímero hidroxilado de poli(alcohol vinílico)), puede ser necesario aumentar o disminuir la temperatura y/o la presión y/o la humedad de la estructura fibrosa y/o puede ser necesario aumentar o disminuir el tiempo durante el cual la estructura fibrosa está a esa temperatura, para esa presión y humedad.

En otro ejemplo, a una temperatura dada de la estructura fibrosa, puede ser necesario aumentar o disminuir el nivel de Tg del agente modificador (por ejemplo, polímero hidroxilado de poli(alcohol vinílico)) y/o puede ser necesario aumentar o disminuir la presión y/o puede ser necesario aumentar o disminuir la humedad y/o puede ser necesario aumentar o disminuir el tiempo durante el cual la estructura fibrosa está a esa temperatura, para esa presión y humedad.

Situaciones similares se darán para una presión dada, una humedad dada y un tiempo dado en donde la estructura fibrosa está a esa temperatura, a esa presión y humedad puede necesitar aumentarse o disminuirse.

En un ejemplo, se disminuye o se aumenta la Tg de una fibra y/o uno o más polímeros (almidón y polímero hidroxilado de poli(alcohol vinílico), por ejemplo) dentro de la fibra que está presente dentro de una estructura fibrosa según la presente invención, en comparación con la Tg de partida, en función del nivel de polímero hidroxilado de poli(alcohol vinílico) incluido en la fibra. Por ejemplo, si en la fibra hay presente 5% de polímero hidroxilado de poli(alcohol vinílico), entonces se aumenta la Tg de la fibra y/o de uno o más polímeros dentro de la fibra. En cambio, si en la fibra hay presente 20% de polímero hidroxilado de poli(alcohol vinílico), entonces se disminuye la Tg de la fibra y/o de uno o más polímeros dentro de la fibra. Por lo tanto, la temperatura a la que debe estar la estructura fibrosa para que sus fibras estén a una temperatura superior a la Tg de sus fibras y/o a la Tg de uno o más polímeros depende del nivel de polímero hidroxilado de poli(alcohol vinílico) presente en las fibras.

Por ejemplo, una estructura polimérica que comprende un polímero hidroxilado de poli(alcohol vinílico) y un polímero hidroxilado de tipo almidón puede estar a cualquier temperatura adecuada, dependiendo de las condiciones para la operación de unión térmica, tal y como se ha descrito anteriormente. Los ejemplos no limitativos de temperaturas adecuadas de la estructura de polímero y/o de los polímeros dentro de la estructura polimérica para la operación de unión térmica incluyen una temperatura de aproximadamente 70 °C (158 °F) a aproximadamente 400 °C (752 °F) y/o de aproximadamente 80 °C (176 °F) a aproximadamente 260 °C (500 °F), con la condición de que la estructura polimérica y/o uno o más polímeros que constituyen la estructura polimérica estén a una temperatura superior a su Tg durante la operación de unión térmica, sometiendo así la estructura polimérica y/o uno o más polímeros que constituyen la estructura polimérica a una temperatura superior a su Tg. Dependiendo de los materiales presentes dentro de la estructura polimérica, algunos de los materiales pueden quemarse y/o calcinarse a temperaturas superiores a un determinado umbral. En otro ejemplo, dependiendo de los materiales presentes en la estructura polimérica, especialmente si la estructura polimérica no se ha endurecido en el momento de la operación de unión térmica, puede utilizarse una temperatura de la estructura polimérica inferior a 170 °C (338 °F), y/o inferior a aproximadamente 140 °C (285 °F) y/o inferior a aproximadamente 104 °C (220 °F) y/o inferior a aproximadamente 90 °C (194 °F) y/o incluso a aproximadamente 82 °C (180 °F), para obtener unión térmica. Por tanto, en un ejemplo, la estructura polimérica, especialmente una estructura polimérica no endurecida, puede presentar una temperatura superior a aproximadamente 70 °C (158 °F) y/o superior a aproximadamente 80 °C (176 °F) y/o superior a aproximadamente 90 °C (194 °F) y/o superior a aproximadamente 104 °C (220 °F) y/o de aproximadamente 70 °C (158 °F) a aproximadamente 400 °C (752 °F) y/o de aproximadamente 80 °C (176 °F) a aproximadamente 260 °C (500 °F) y/o de aproximadamente 104 °C (220 °F) a aproximadamente 200 °C (392 °F) y/o de aproximadamente 120 °C (248 °F) a aproximadamente 200 °C (392 °F) y/o de aproximadamente 140 °C (285 °F) a aproximadamente 200 °C (392 °F) y/o de aproximadamente de aproximadamente 170 °C (338 °F) a aproximadamente 200 °C (392 °F). La unión térmica de estructuras poliméricas no endurecidas puede reducir la formación de bolitas de las estructuras poliméricas y/o de las estructuras fibrosas que contienen dichas estructuras poliméricas y/o productos higiénicos de papel tisú que comprenden dichas estructuras poliméricas. En otro ejemplo, si la humedad, por ejemplo, una humedad relativa en el intervalo de 70% a 85% HR está presente junto con una temperatura inferior de la estructura polimérica, por ejemplo, de 110 °C (230 °F) a aproximadamente 130 °C (266 °F), el

polímero hidroxilado de poli(alcohol vinílico) presente en una estructura polimérica puede fluir, puesto que la elevada humedad relativa hace disminuir la Tg del polímero hidroxilado de poli(alcohol vinílico).

5 “Fusionado”, por ejemplo, en “región fusionada” en la presente memoria significa que dos o más estructuras físicas, tales como estructuras poliméricas, aún más especialmente estructuras poliméricas hidroxiladas, tales como fibras de polímero hidroxilado, están combinadas física y/o químicamente formando una estructura unitaria. En un ejemplo, una región fusionada puede comprender dos o más fibras que comparten material común entre las fibras, de modo que dos o más fibras forman una estructura unitaria. En otro ejemplo, una región fusionada puede comprender dos o más fibras que tienen un agente adhesivo, como por ejemplo un agente elastomérico (es decir, un látex), que una las dos o más fibras formando una estructura unitaria.

10 “No fusionado”, por ejemplo, en “región no fusionada” en la presente memoria significa que dos o más estructuras físicas, tales como estructuras poliméricas, aún más especialmente estructuras poliméricas hidroxiladas, tales como fibras de polímero hidroxilado, son químicamente diferenciables entre sí.

En un ejemplo, una región fusionada de una estructura fibrosa de la presente invención presenta un valor de opacidad menor que una región no fusionada dentro de la misma estructura fibrosa.

15 En otro ejemplo, una región fusionada de una estructura fibrosa de la presente invención está presente en forma de un diseño que se repite no aleatoriamente dentro de la estructura fibrosa.

20 El “factor CETM” en la presente memoria es el cociente entre la resistencia a la tracción en húmedo total inicial en gramos/pulgada dividido por la energía de resistencia a la rotura en seco (gramos_{fuerza} x cm)/cm². La resistencia a la tracción en húmedo total inicial se mide según el método de ensayo de la resistencia a la tracción en húmedo total inicial descrito en la presente memoria. La energía de resistencia a la rotura en seco se mide según el método de ensayo de la energía de resistencia a la rotura en seco descrito en la presente memoria.

En un ejemplo, una estructura fibrosa según la presente invención presenta un factor CETM inferior a 20 y/o inferior a 19,5 y/o inferior a 18 y/o inferior a 17 y/o inferior a 16.

25 El “factor CETM* L²” en la presente memoria es el producto del factor CETM x (valor de deshilachado en seco)². El valor de deshilachado en seco se mide según el método de ensayo del valor de deshilachado en seco descrito en la presente memoria. Se ha descubierto, de forma sorprendente, que el valor de deshilachado en seco de las estructuras fibrosas de la presente invención es sumamente importante a la hora de determinar si las estructuras fibrosas de la presente invención y/o los productos higiénicos de papel tisú que comprenden dichas estructuras fibrosas son aceptables para los consumidores.

30 En un ejemplo, una estructura fibrosa según la presente invención presenta un factor CETM* L² inferior a 950 y/o inferior a 900 y/o inferior a 850 y/o inferior a 800 y/o inferior a 700 y/o inferior a 500 y/o inferior a 300 y/o inferior a 100 y/o inferior a 60.

35 “El número de capilaridad” en la presente memoria es un número que representa la relación de las fuerzas de fluido viscoso a las fuerzas de tensión superficial. En las proximidades de la salida de una matriz de capilaridad, si las fuerzas de viscosidad no son significativamente mayores que las fuerzas de tensión superficial, el filamento de fluido se romperá formando gotículas, lo que se denomina habitualmente “atomización.” El número de capilaridad se calcula según la siguiente ecuación:

$$Ca = (\eta_s \bullet Q)/(\pi \bullet r^2 \bullet \sigma)$$

40 en la que η_s es la viscosidad de cizallamiento en Pascal-segundo, medida a una velocidad de cizallamiento de 3000 s⁻¹; Q es el caudal volumétrico que pasa a través de la matriz de capilaridad expresado en m³/s; r es el radio de la matriz de capilaridad en metros (si los orificios no son circulares, puede usarse el diámetro/radio equivalente); y σ es la tensión superficial del fluido en Newtons por metro.

45 “Espesor” en la presente memoria significa el espesor macroscópico de una muestra. El espesor de una muestra de estructura fibrosa según la presente invención se determina cortando una muestra de la estructura fibrosa de manera que sea de mayor tamaño que una superficie de carga de pie de carga donde la superficie de carga del pie de carga tiene una superficie específica circular de aproximadamente 20,3 cm² (3,14 in²). La muestra se confina entre una superficie plana horizontal y la superficie de carga del pie de carga. La superficie de carga del pie de carga aplica una presión de confinamiento a la muestra de 1,52 kPa (15,5 g/cm² (aproximadamente 0,21 psi)). El espesor es el vacío resultante entre la superficie plana y la superficie de carga del pie de carga. Estas mediciones se pueden obtener en un comprobador de espesor electrónico VIR, modelo II, comercializado por Thwing-Albert Instrument Company, Philadelphia, PA. La medición del espesor se repite y registra al menos cinco (5) veces de manera que se pueda calcular un espesor promedio.

50 Todos los porcentajes y relaciones se calculan en peso salvo que se indique lo contrario. Todos los porcentajes y relaciones se calculan basados en la composición total salvo que se indique lo contrario.

Salvo que se indique lo contrario, todos los niveles de componentes o composiciones son en referencia al nivel activo de dicho componente o composición, y es excluyente de impurezas, por ejemplo, disolventes o subproductos residuales, que puedan estar presentes en las fuentes comerciales.

Estructura de polímero hidroxilado

5 La estructura de polímero hidroxilado de la presente invención puede comprender un primer polímero y un segundo polímero, en donde uno de los dos polímeros es inherentemente termoplástico (un polímero que se funde y/o fluye sin necesidad de un plastificante cuando se confiere al polímero una temperatura superior a su Tg). El otro polímero puede requerir un plastificante como, por ejemplo, agua, sorbitol, glicerina, polioles como, por ejemplo, polietilenglicoles, etilenglicol, polietilenglicol, urea, sacarosa, y ésteres, y combinaciones de los mismos para permitir
10 que se funda y/o fluidifique cuando se confiere al polímero una temperatura superior a su Tg (es decir, un polímero termoplastificable). En un ejemplo, el primer polímero y el segundo polímero son polímeros hidroxilados. En otro ejemplo, el primer polímero y el segundo polímero son clases diferentes de polímeros hidroxilados como, por ejemplo, polímero hidroxilado de tipo almidón y polímero hidroxilado de poli(alcohol vinílico). Los polímeros de la estructura de polímero hidroxilado pueden reticularse mediante un sistema de reticulación de unión al propio
15 polímero o reticularse entre sí.

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

Composición de polímero

20 La composición de polímero de la presente invención puede tener una viscosidad de cizallamiento, medida según el método de medición de la viscosidad de cizallamiento de una composición de polímero descrito en la presente memoria, de aproximadamente 0,5 Pascal-segundos a aproximadamente 25 Pascal-segundos y/o de aproximadamente 1 Pascal-segundos a aproximadamente 25 Pascal-segundos y/o de aproximadamente 1,5 Pascal-segundos a aproximadamente 25 Pascal-segundos y/o de aproximadamente 2 Pascal-segundos a aproximadamente 20 Pascal-segundos y/o de aproximadamente 3 Pascal-segundos a aproximadamente
25 10 Pascal-segundos, medido a una velocidad de cizallamiento de 3000 sec^{-1} y a la temperatura de procesamiento (de $50 \text{ }^\circ\text{C}$ a $100 \text{ }^\circ\text{C}$). De forma adicional, la viscosidad de cizallamiento de la composición de polímero de la presente invención, en un ejemplo, no supera en más de 1,3 veces el valor inicial de la viscosidad de cizallamiento después de 70 minutos y/o en 2 veces el valor inicial de la viscosidad de cizallamiento después de 130 minutos, medida a una velocidad de cizallamiento de 3000 s^{-1} , según el método de ensayo del cambio de viscosidad de cizallamiento
30 descrito en la presente memoria.

La composición de polímero puede tener una temperatura de aproximadamente $50 \text{ }^\circ\text{C}$ a aproximadamente

100 $^\circ\text{C}$ y/o de aproximadamente $65 \text{ }^\circ\text{C}$ a aproximadamente $95 \text{ }^\circ\text{C}$ y/o de aproximadamente $70 \text{ }^\circ\text{C}$ a aproximadamente $90 \text{ }^\circ\text{C}$, cuando se fabrican fibras a partir de la composición de polímero. La temperatura de la composición de polímero es generalmente superior cuando se fabrican películas y/o estructuras de polímero de espuma, como se describe más
35 adelante.

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

40 En una realización, una composición de polímero de la presente invención puede comprender de aproximadamente 30% y/o 40% y/o 45% y/o 50% a aproximadamente 75% y/o 80% y/o 85% y/o 90 y/o 95% y/o 99,5%, en peso de la composición de polímero, de un polímero hidroxilado. En un ejemplo, la composición de polímero puede comprender al menos 5% y/o al menos 10% y/o al menos 13% y/o al menos 17% y/o al menos 20% y/o al menos 30% en peso de la composición de polímero de un polímero inherentemente termoplástico, tal como un polímero hidroxilado de poli(alcohol vinílico).

45 El polímero hidroxilado puede tener un peso molecular promedio en peso mayor que aproximadamente 100.000 g/mol antes de la reticulación.

La composición de polímero puede presentar un número de capilaridad de al menos 1 y/o al menos 3 y/o al menos 5, de modo que la composición de polímero puede ser procesada eficazmente formando una estructura polimérica, por ejemplo, una fibra. En un ejemplo, la composición de polímero presenta un número de capilaridad de al menos 1
50 a aproximadamente 50 y/o de al menos 3 a aproximadamente 50 y/o de al menos 5 a aproximadamente 30. Además, la composición de polímero puede presentar un pH de al menos aproximadamente 4 a aproximadamente 12 y/o de al menos aproximadamente 4,5 a aproximadamente 11,5 y/o de al menos aproximadamente 4,5 a aproximadamente 11.

55 En la composición de polímero puede haber presente un sistema de reticulación y/o este puede añadirse a la composición de polímero antes de procesar la composición de polímero. Además, tras el procesamiento de la composición de polímero, puede añadirse a la estructura polimérica un sistema de reticulación.

El sistema de reticulación de la presente invención puede comprender, además del agente de reticulación, también un facilitador de la reticulación.

La expresión “agente de reticulación” en la presente memoria significa cualquier material capaz de reticular un polímero hidroxilado dentro de una composición de polímero según la presente invención.

- 5 Ejemplos no limitativos de agentes de reticulación adecuados incluyen ácidos policarboxílicos, imidazolidinonas y otros compuestos resultantes de aductos cíclicos de glioxal con ureas sustituidos o no sustituidos por alquilo, tioureas, guanidinas, metilen diamidas y metilen dicarbamatos y derivados de los mismos; y mezclas de los mismos.

10 El término “facilitador de la reticulación” en la presente memoria significa cualquier material capaz de activar un agente de reticulación así como de hacer pasar al agente de reticulación de su estado no activado a su estado activado.

Tras la reticulación del polímero hidroxilado, el agente de reticulación se vuelve una parte integrante de la estructura polimérica como consecuencia de la reticulación del polímero hidroxilado, como se muestra en la siguiente representación esquemática:

Polímero hidroxilado– Agente de reticulación – Polímero hidroxilado

- 15 El facilitador de la reticulación puede incluir derivados del material que puede existir después de la transformación/activación del agente de reticulación. Por ejemplo, una sal facilitadora de la reticulación que es químicamente modificada a su forma ácida y viceversa.

20 Ejemplos no limitativos de facilitadores de la reticulación adecuados incluyen ácidos que tienen un pKa de entre 2 y 6 o sales de los mismos. Los facilitadores de la reticulación pueden ser ácidos de Bronsted y/o sales de los mismos, tales como sales de amonio de los mismos.

Además, las sales de metal, tales como las sales de magnesio y cinc, pueden ser utilizadas solas o junto con ácidos de Bronsted y/o sales de los mismos, como facilitadores de la reticulación.

- 25 Ejemplos no limitativos de mediadores de la reticulación adecuados incluyen ácido acético, ácido benzoico, ácido cítrico, ácido fórmico, ácido glicólico, ácido láctico, ácido maleico, ácido ftálico, ácido fosfórico, ácido succínico y mezclas de los mismos y/o sus sales, preferiblemente sus sales amónicas como, por ejemplo, glicolato amónico, citrato amónico, sulfato amónico, y cloruro amónico.

Ejemplos no limitativos adicionales de facilitadores de reticulación adecuados incluyen sales de bisulfito de glioxal, sales de amina primarias tales como sales de hidroxietil amonio, sales de hidroxipropil amonio, sales de amina secundaria, toluensulfonato de amonio, bencenosulfonato de amonio y xilensulfonato de amonio.

- 30 En otra realización, el sistema de reticulación de la presente invención puede aplicarse a una forma preexistente como recubrimiento y/o tratamiento de superficie.

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

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

45 En un ejemplo, la composición de polímero comprende de aproximadamente 0,01% a aproximadamente 20% y/o de aproximadamente 0,1% a aproximadamente 15% y/o de aproximadamente 1% a aproximadamente 12% y/o de aproximadamente 2% a aproximadamente 10% en peso de una primera clase de polímero hidroxilado como, por ejemplo, un polímero hidroxilado de poli(alcohol vinílico) y de aproximadamente 20% a aproximadamente 99,99% y/o de aproximadamente 25% a aproximadamente 95% y/o de aproximadamente 30% a aproximadamente 90% y/o de aproximadamente 40% a aproximadamente 70% en peso de una segunda clase de polímero hidroxilado como, por ejemplo, un polímero hidroxilado de tipo almidón.

- 50 Ejemplo no limitativo de un proceso para fabricar una estructura polimérica hidroxilada

Es posible usar cualquier proceso adecuado conocido por el experto en la técnica para producir la composición de polímero y/o para procesar la composición de polímero y/o para producir la estructura polimérica de la presente

invención. Ejemplos no limitativos de tales procesos se describen en las solicitudes publicadas: EP-1 035 239, EP-1 132 427, EP-1 217 106, EP-1 217 107, WO 03/066942 y US-5.342.225.

a. Fabricación de una composición de polímero

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

55 De forma opcional, el segundo polímero hidroxilado y/o segunda composición de polímero hidroxilado pueden prepararse por separado y añadirse como una composición de polímero acuosa según el siguiente procedimiento. El segundo

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

El primer polímero hidroxilado y/o la primera composición de polímero hidroxilado y el segundo polímero hidroxilado y/o la segunda composición de polímero hidroxilado se combinan en un extrusor (zona 1) con el agua, un plastificante externo, añadido a la alimentación líquida a una velocidad de 136 gramos/minuto usando una bomba de diafragma Milton Roy (Ivlyland, PA, EE. UU.) (cabeza de bomba de 7,2 l (1,9 galones por hora)) para formar una tercera composición de polímero hidroxilado. A continuación se transfiere la tercera composición de polímero hidroxilado hacia la parte inferior del cilindro del extrusor y es cocinado en presencia de un agente alcalino como, por ejemplo, hidróxido amónico y/o hidróxido sódico. (Introducción de plastificante externo como, por ejemplo, glicerina) Este tratamiento de cocinado hace que un átomo de hidrógeno de al menos un resto hidroxilo de uno o más de los polímeros hidroxilados se separe del átomo de oxígeno del resto hidroxilo dando lugar, por lo tanto, a que se cree una carga negativa en el átomo de oxígeno correspondiente al resto hidroxilo Este átomo de oxígeno es susceptible ahora de ser sustituido por un agente de sustitución como, por ejemplo, un agente catiónico como, por ejemplo, un compuesto de amonio cuaternario, por ejemplo, una amina cuaternaria.

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

Tabla 1

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

Cuando la tercera composición de polímero hidroxilado sale del extrusor, parte de la composición de polímero puede ser descartada y otra parte (100 g) puede ser alimentada a un Zenith®, tipo PEP II (Sanford NC, EE. UU.), y bombeada a un mezclador estático tipo SMX (Koch-Glitsch, Woodridge, Illinois, EE. UU.). El mezclador estático se utiliza para combinar aditivos adicionales como, por ejemplo, agentes de reticulación, facilitadores de la reticulación, plastificantes externos como, por ejemplo, agua, con la tercera composición de polímero hidroxilado. Los aditivos son bombeados al mezclador estático a través de bombas PREP 100 HPLC (Chrom Tech, Apple Valley MN). Estas bombas proporcionan una capacidad de adición de presión elevada y bajo volumen. La tercera composición de polímero hidroxilado de la presente invención presenta un número de capilaridad de al menos 1 y, por lo tanto, puede ser procesada transformándola en una estructura de polímero.

b. Procesamiento de la composición de polímero para formar una estructura polimérica

La composición de polímero hidroxilado procesable se procesa a continuación formando una estructura de polímero hidroxilado como, por ejemplo, una fibra. Ejemplos no limitativos de operaciones de procesamiento por polimerización incluyen extrusión, moldeo y/o hilado de fibras. La extrusión y el moldeo (vaciado o soplado) de forma típica producen extrusiones de películas, hojas y diferentes perfiles. El moldeo puede incluir moldeo por inyección,

moldeo por soplado y/o moldeo por compresión. El hilado de fibras puede incluir ligado por hilado, soplado por fusión, producción de fibra continua y/o producción de fibra de estopa. El hilado de la fibra puede ser hilado en seco o hilado en húmedo. Las estructuras poliméricas producidas como resultado del procesamiento de una composición de polímero según la presente invención pueden combinarse, del mismo modo que cuando las estructuras poliméricas están en forma de fibras, para formar una estructura fibrosa recogiendo una pluralidad de las fibras sobre una correa o tejido.

Una estructura polimérica y/o estructura fibrosa de la presente invención puede ser posprocesada sometiendo la banda a una operación de posprocesamiento. Ejemplos no limitativos de operaciones de posprocesamiento incluyen endurecido, estampado, unión térmica, humidificación, perforación, calandrado, impresión, densificación diferencial, deformación en forma de mechones, y otras operaciones de posprocesamiento conocidas.

c. Posprocesamiento de la estructura fibrosa

Como se muestra en la Fig. 2, en un ejemplo, se somete una estructura fibrosa **18** formada procesando la composición de polímero según la presente invención para formar una pluralidad de fibras a una operación **20** de posprocesamiento.

La estructura fibrosa **18** de la presente invención puede endurecerse durante una operación **22** de endurecimiento durante la cual la estructura fibrosa **18** presenta una temperatura de aproximadamente 110 °C a aproximadamente 260 °C y/o de aproximadamente 110 °C a aproximadamente 240 °C y/o de aproximadamente 110 °C a aproximadamente 215 °C y/o de aproximadamente 110 °C a aproximadamente 200 °C y/o de aproximadamente 120 °C a aproximadamente 195 °C y/o de aproximadamente 130 °C a aproximadamente 185 °C durante un período de tiempo de aproximadamente 0,01 y/o 1 y/o 5 y/o 15 segundos a aproximadamente 60 minutos y/o de aproximadamente 20 segundos a aproximadamente 45 minutos y/o de aproximadamente 30 segundos a aproximadamente 30 minutos. En un ejemplo, la operación **22** de endurecimiento comprende colocar la estructura fibrosa **18** sobre placas de endurecimiento (no mostradas) a una temperatura de aproximadamente 135 °C a aproximadamente 155 °C. Las operaciones de endurecimiento alternativas pueden incluir métodos de radiación tales como UV, haz de electrones, IR y otros métodos para elevar la temperatura.

Se ha descubierto que el tiempo (es decir, el tiempo de residencia – el intervalo de tiempo durante el cual se aporta a una estructura fibrosa una temperatura capaz de endurecer la estructura fibrosa y/o materiales dentro de la estructura fibrosa) y la temperatura de endurecimiento pueden ajustarse. Por ejemplo, si la estructura fibrosa está a una temperatura adecuada para el endurecimiento durante un período de tiempo relativamente largo, entonces puede emplearse una temperatura de endurecimiento relativamente baja para lograr el endurecimiento. Sin embargo, si la estructura fibrosa está a una temperatura adecuada para el endurecimiento durante un período de tiempo relativamente corto, entonces puede necesitarse una temperatura de endurecimiento superior para lograr el endurecimiento.

Además de la operación **22** de endurecimiento, la estructura fibrosa **18** puede ser unida mediante procedimientos térmicos durante una operación **24** de unión térmica. La operación **24** de unión térmica puede tener lugar antes de, al mismo tiempo y/o después de la operación **22** de endurecimiento. Durante la operación **24** de unión térmica, se confiere a la estructura fibrosa **18'** endurecida propiedades que incluyen una temperatura superior a la Tg de al menos uno de los polímeros presentes en la estructura polimérica, especialmente en la fibra con estructura polimérica presente en la estructura fibrosa **18'**. En un ejemplo, las condiciones incluyen conferir a la estructura fibrosa **18'** una temperatura en presencia de humedad, de modo que la temperatura de la estructura fibrosa es superior a la Tg de, al menos, uno de los polímeros de la fibra con estructura polimérica presentes en la estructura fibrosa **18'**. En otras palabras, se confiere a la estructura fibrosa **18'** una temperatura con o sin humedad adicional en el intervalo de aproximadamente 110 °C a aproximadamente 200 °C y/o de aproximadamente 120 °C a aproximadamente 195 °C y/o de aproximadamente 130 °C a aproximadamente 185 °C. Durante la operación de unión térmica **24**, puede crearse un diseño físico, por ejemplo, un diseño que se repite de forma no aleatoria, de regiones **26** térmicamente unidas diferenciadas, red continua (no mostrada) o red discontinua (no mostrada) en la estructura fibrosa **18''** como resultado del contacto de la estructura fibrosa **18'** con un objeto que proporciona un diseño, tal como un rodillo **28** con diseño. En el rodillo **28** con diseño, se somete la estructura fibrosa **18'** a una presión de al menos aproximadamente 0,9 N/mm (5 libras/pulgada lineal (“pli”)) y/o al menos aproximadamente 3,5 N/mm (20 pli) y/o al menos aproximadamente 8,8 N/mm (50 pli) y/o al menos aproximadamente 35 N/mm (200 pli) y/o al menos aproximadamente 43,8 N/mm (250 pli) y/o al menos aproximadamente 52,5 N/mm (300 pli). En un ejemplo, se somete la estructura fibrosa **18'** a una presión de al menos aproximadamente 51,3 N/mm (350 pli). En un ejemplo, la estructura fibrosa **18'** se traslada a través de una línea **30** de contacto creada por un rodillo **28** con diseño y un rodillo **32** de yunque con una distancia de 0 mm (0 mils).

En otro ejemplo (no mostrado), puede crearse un diseño físico en la estructura fibrosa como resultado del contacto de la estructura fibrosa con un agente adhesivo, por ejemplo látex, en un diseño físico de regiones discretas, red continua y/o red discontinua. El suministro del agente adhesivo sobre la estructura fibrosa puede llevarse a cabo por diferentes medios, tales como la extrusión a través de ranura, la impresión mediante rodillo de grabado, la impresión mediante chorro de tinta y otros medios adecuados conocidos en la técnica. Durante la operación de contacto del agente adhesivo con la estructura fibrosa, puede aportarse a la estructura fibrosa una temperatura apropiada para la unión

térmica, como se ha descrito anteriormente, al mismo tiempo y/o después de que el agente adhesivo entre en contacto con la estructura fibrosa.

Después de someter la estructura fibrosa a una operación de unión térmica, la estructura fibrosa, como se muestra en la Fig. 3, comprende una región **34** no fusionada y una región fusionada **36**, que corresponde a las regiones **26** térmicamente unidas creadas en la estructura fibrosa durante la operación de unión térmica como se muestra en la Fig. 2.

Como se muestra en las Fig. 3 y 4, una estructura fibrosa **18''** térmicamente unida comprende una región **34** no fusionada y una región fusionada **36**.

Como se muestra en la Fig. 5A, una fotografía tomada mediante microscopio electrónico de barrido que muestra una sección transversal de una región **34** no fusionada de una estructura fibrosa **18''** de la presente invención, la región **34** no fusionada comprende fibras **38** diferenciables e individuales.

Como se muestra en la Fig. 5B, una fotografía tomada mediante microscopio electrónico de barrido que muestra una sección transversal de una región fusionada **36** de una estructura fibrosa **18''** de la presente invención, la ausencia de fibras diferenciables e individuales, como se muestra en la Fig. 5A, resulta evidente en la región fusionada **36**. Aunque algunas de las regiones fusionadas pueden tener fibras diferenciables, individuales, especialmente en el caso de condiciones de operación de unión térmica no idóneas, el hecho de que algunas de las fibras dentro de la estructura fibrosa están fusionadas entre sí formando una estructura unitaria pone de manifiesto la presencia de una región fusionada y/o una región de transición situada entre la región no fusionada y una región fusionada.

Una vez que se ha sometido la estructura fibrosa **18''** a una operación de unión térmica, puede someterse la estructura fibrosa **18''** a operaciones de posprocesamiento adicionales para mejorar las propiedades físicas adicionales de la estructura fibrosa **18''**. Ejemplos no limitativos de dichas propiedades físicas adicionales incluyen suavidad, aspecto, formación de deshilachados y/o formación de bolitas.

Como se muestra en la Fig. 6, ejemplos no limitativos de operaciones de posprocesamiento adicionales incluyen someter la estructura fibrosa **18''** a un proceso de deflexión y/o a un proceso de gofrado, como, por ejemplo, un proceso de gofrado en caliente. En un ejemplo, la estructura fibrosa **18''** debe contener suficiente humedad para permitir la deformación de la estructura fibrosa **18''** sin ocasionar el rasgado de la estructura fibrosa **18''** durante la operación de posprocesamiento. En un ejemplo, la estructura fibrosa **18''** comprende de aproximadamente 8% a aproximadamente 20% y/o de aproximadamente 10% a aproximadamente 18% y/o de aproximadamente 12% a aproximadamente 17% y/o de aproximadamente 14% a aproximadamente 16% de humedad de superficie medida mediante IR. Una forma de garantizar una humedad adecuada dentro de la estructura fibrosa **18''** es haciendo pasar la estructura fibrosa **18''** a través de una cámara **40** de humedad a aproximadamente 85% de humedad relativa y a una temperatura de 110 °C a 120 °C. Una caja de vacío puede arrastrar humedad a través de la banda. La humedad procedente de la cámara **40** de humedad plastifica la estructura fibrosa **18''** para producir una estructura fibrosa **18'''** plastificada. Cuando la estructura fibrosa **18'''** plastificada sale de la cámara **40** de humedad, la estructura fibrosa **18'''** plastificada pasa a través de una línea **42** de contacto formada por un rodillo **44** de estampado con diseño y un rodillo **46** de caucho con una presión en la línea de contacto de al menos aproximadamente 0,2 N/mm (1 pli) y/o al menos aproximadamente 0,9 N/mm (5 pli) y/o al menos aproximadamente 1,8 N/mm (10 pli) y/o al menos aproximadamente 3,5 N/mm (20 pli) para formar la estructura fibrosa **18''''**. Además de entrar en contacto con el rodillo **46** de caucho, la estructura fibrosa **18''''** puede entrar en contacto con un rodillo de yunque calentado (no mostrado) mientras la estructura fibrosa **18''''** está todavía en contacto con el rodillo **44** de estampado con diseño. El rodillo de yunque calentado se calienta a una temperatura de aproximadamente 30 °C a aproximadamente 200 °C y/o de aproximadamente 35 °C a aproximadamente 180 °C y/o de aproximadamente 40 °C a aproximadamente 140 °C y/o de aproximadamente 40 °C a aproximadamente 125 °C. Por ejemplo, el calentamiento del rodillo de yunque hasta aproximadamente 66 °C aporta a la superficie del rodillo de yunque una temperatura de aproximadamente 40 °C. La presión de la línea de contacto entre el rodillo **44** de estampado y el rodillo de yunque, cuando está presente, es de al menos aproximadamente 0,2 N/mm (1 pli) y/o al menos aproximadamente 0,9 N/mm (5 pli) y/o al menos aproximadamente 1,8 N/mm (10 pli) y/o al menos aproximadamente 3,5 N/mm (20 pli).

En otro ejemplo, la estructura fibrosa, aún si no se somete a una operación de unión térmica, puede presentar una humedad que puede ser aportada a la estructura fibrosa mediante una cámara de humedad, como se ha descrito anteriormente, y puede presentar una temperatura superior a T_g (por ejemplo, superior a aproximadamente 60 °C) de, al menos, uno de los polímeros hidroxilados dentro de las fibras de polímero hidroxilado de la estructura fibrosa, mientras se confiere a la estructura fibrosa un diseño mediante una correa con diseño y un rodillo de caucho o un rodillo de yunque para conferir un diseño a la estructura fibrosa. La estructura fibrosa resultante puede tener un factor de CETM*L² que es inferior a 950.

La estructura fibrosa puede someterse a operaciones de posprocesamiento adicionales tales como procesos para generar mechones, procesos de impresión, procesos químicos de suavizado, procesos de plegado, procesos de calandrado y similares.

Tras el posprocesamiento de la estructura fibrosa, la estructura fibrosa puede enrollarse con núcleos o sin núcleos.

Pueden combinarse dos o más pliegues de la estructura fibrosa, con o sin cola para pegar capas de bandas, formando un producto higiénico de papel tisú multicapa.

5 Como se muestra en la Fig. 7, se posprocesa una estructura fibrosa **18** (Etapa A) sometiendo la estructura fibrosa **18** a una operación de endurecimiento y, a continuación, a una operación de unión térmica para producir una estructura fibrosa **18''** térmicamente unida (Etapa B). La estructura fibrosa **18''** térmicamente unida (Etapa B) se posprocesa entonces sometiendo la estructura fibrosa **18''** (Etapa B) a una cámara de humedad y, a continuación, a una operación de deflexión hiperbárica para producir la estructura fibrosa **18'''** (Etapa C). Prácticamente al mismo tiempo (de forma simultánea o sustancialmente simultánea) que la operación de deflexión hiperbárica la estructura fibrosa **18'''** (Etapa D) puede ponerse en contacto con un rodillo de yunque calentado para producir la estructura fibrosa **18''''**.

Ejemplos no limitativos

15 Ejemplo 1 – Un producto higiénico de papel tisú de dos capas que comprende dos estructuras fibrosas formadas individualmente de aproximadamente 24 g/m² hecha de una composición de polímero que comprende 17% de poli(alcohol vinílico), 34,3% de almidón Eclipse G, 36,3% de almidón Ethylex 2035, 0,7% de Arquad® 12-37, 0,65% de hidróxido amónico, 3,95% de cloruro amónico y 7,4% de agente de reticulación. Las estructuras fibrosas se preparan según la presente invención sometiendo cada estructura fibrosa a una operación de unión térmica y endureciéndolas al tiempo que se lleva a cabo la operación de unión térmica o después del proceso. Después de someter cada estructura fibrosa a la operación de unión térmica, se unen las estructuras fibrosas entre sí formando una estructura fibrosa de 2 capas y se humidifican. Tras la humidificación, se somete la estructura fibrosa de 2 capas a un proceso de deflexión hiperbárica y, a continuación, a un proceso de estampado en caliente. Tras y/o durante el proceso de estampado en caliente, las 2 capas se someten a termosellado y se enrollan formando el producto higiénico de papel tisú de 2 capas. El producto higiénico de papel tisú de 2 capas presenta un ITWT de 0,347 N/cm (89,9 g/pulgada), una resistencia a la rotura en seco de 0,048 (N x cm)/cm² (4,84 (gramos_{fuerza} x cm)/cm²) y un valor de formación de deshilachados en seco de 1,5. Por lo tanto, el producto higiénico de papel tisú de 2 capas presenta un factor CETM de 15,24 y un factor CETM*L² de 35,98.

20 Ejemplo 2 – Un producto higiénico de papel tisú monocapa que comprende una estructura fibrosa de aproximadamente 48 g/m² hecha de la composición de polímero del Ejemplo 1. La estructura fibrosa se prepara como se describe en el Ejemplo 1, salvo que la estructura fibrosa no se une con otra estructura fibrosa y, por lo tanto, no se somete a termosellado. El producto higiénico de papel tisú monocapa presenta un ITWT de 0,347 N/cm (89,9 g/pulgada), una energía de resistencia a la rotura en seco de 0,058 (N x cm)/cm² (5,9 (gramos_{fuerza} x cm)/cm²) y un valor de formación de deshilachados en seco de 2,3. Por lo tanto, el producto higiénico de papel tisú monocapa presenta un factor CETM de 15,24 y un factor CETM*L² de 80,61.

35 Ejemplo 3 – Un ejemplo comparativo de un producto higiénico de papel tisú monocapa que no presenta un CETM ni un factor CETM*L² dentro del alcance de la presente invención. El producto higiénico de papel tisú monocapa comprende una estructura fibrosa de aproximadamente 49 g/m² hecha de una composición de polímero que comprende 90% de almidón Penfilm 162 (comercializado por Penford), 10% de Caliber182 (comercializado por Cargill), 3,6% de agente de reticulación, 0,7% de citrato amónico y 1,7% de latex modificado DL233 (comercializado por The Dow Chemical Company). La estructura fibrosa es según la presente invención. Sin embargo, a diferencia de los Ejemplos 1 y 2, la estructura fibrosa no se somete a una operación de unión térmica, sino que la estructura fibrosa se humidifica a temperatura ambiente (aproximadamente 23 °C ± 2,2 °C (aproximadamente 73 °F ± 4 °F)) y se presiona contra una correa con diseño para conferir un diseño a la estructura fibrosa. A continuación, se enrolla la estructura fibrosa. El producto higiénico de papel tisú monocapa presenta un ITWT de 0,146 N/cm (37,7 g/pulgada), una energía de resistencia a la rotura en seco de 1,13 (gramos_{fuerza} x cm)/cm² y un valor de formación de deshilachados en seco de 7,5. Por lo tanto, el producto higiénico de papel tisú monocapa presenta un factor CETM de 33,36 y un factor CETM*L² de 1876,50.

40 Ejemplo 4 – Un producto higiénico de papel tisú monocapa que comprende una estructura fibrosa de aproximadamente 49 g/m² que está hecha de la composición de polímero del Ejemplo 1. La estructura fibrosa se prepara sin someterla a ninguna operación de unión térmica y/o proceso de deflexión hiperbárica, ni a un proceso de estampado en caliente, sino que se somete la estructura fibrosa a un proceso de consolidación en húmedo que humidifica la estructura fibrosa, somete la estructura fibrosa a una temperatura superior a la Tg del poli(alcohol vinílico) y confiere un diseño a la estructura fibrosa. A continuación, se estampa la estructura fibrosa mediante rodillos de estampado acero-acero. El producto higiénico de papel tisú monocapa presenta un ITWT de 0,3988 N/cm (103,3 g/pulgada), una energía de resistencia a la rotura en seco de 3,1 (gramos_{fuerza} x cm)/cm² y un valor de formación de deshilachados en seco de 5. Por lo tanto, el producto higiénico de papel tisú monocapa presenta un factor CETM*L² de 833.

Métodos de ensayo

Salvo que se indique lo contrario, todos los ensayos descritos en la presente memoria, incluyendo los descritos en la sección de Definiciones y los siguientes métodos de ensayo, se realizan con muestras que han sido acondicionadas en una habitación acondicionada a una temperatura de aproximadamente 23 °C ± 2,2 °C (73 °F ± 4 °F) y una humedad relativa del 50% ± 10% durante 24 horas antes del ensayo. Además, todos los ensayos se realizan en tal habitación acondicionada. Las muestras y filtros ensayados deberían ser sometidos a aproximadamente 23 °C ± 2,2 °C (73 °F ± 4 °F) y a una humedad relativa de 50% ± 10% durante 24 horas antes del ensayo.

A. Método de ensayo de resistencia a la tracción en húmedo total inicial

La resistencia a la tracción en húmedo total inicial de las estructuras poliméricas y/o de las estructuras fibrosas y/o de los productos higiénicos de papel tisú de la presente invención se determina utilizando un analizador de materiales Thwing-Albert EJA, Cat. N.º 1350, equipado con un captador dinamométrico de 5000 g comercializado por Thwing-Albert Instrument Company, 14 Collings Ave. W. Berlin, 08091, NJ (EE. UU). Para la prueba de tracción en húmedo se utiliza un 10% del captador dinamométrico de 5000 g.

i. Preparación de muestra – Se obtiene una tira de muestra a analizar [2,54 cm (1 pulgada) de ancho por más de 5,08 cm (2 pulgadas) de largo.

ii. Operación – Los ajustes del instrumento para el ensayo son:

Velocidad de cruceta– 10,16 cm/minuto (4,0 pulg/minuto)

Longitud de referencia inicial – 2,54 cm (1,0 pulgada)

Ajuste el captador dinamométrico a una lectura de cero +/- 0,004 N (0,5 gramos_{fuerza}.)

iii. Muestras de ensayo – Se coloca un extremo de la banda de muestra entre las mandíbulas superiores de la máquina y se sujetan. Tras verificar que la banda de muestra queda colgando entre las mandíbulas inferiores, sujete el otro extremo de la banda de muestra de las mandíbulas inferiores.

a. Ensayo previo – Somete la banda de muestra a un esfuerzo de estiramiento aplicando 0,25 N (25 gramos_{fuerza} (+/-0,098 N (+/-10 gramos_{fuerza}))) a una velocidad de estiramiento de 3,38 cm/minuto (1,33 pulg/minuto) antes de humedecer la banda de muestra. La distancia entre las mandíbulas superiores e inferiores es ahora superior a 2,54 cm (1,0 pulgada). Esta distancia se convierte ahora en la nueva posición de estiramiento cero para el ensayo en húmedo expuesto a continuación.

b. Ensayo en húmedo – Mientras la banda de muestra está todavía a 0,25 N (25 gramos_{fuerza} (+/-0,098 N (+/-10 gramos_{fuerza}))), se humedece, comenzando cerca de las mandíbulas superiores, se suministra una solución de agua /0,1% Pegosperse® ML200 (comercializado por Lonza Inc. of Allendale, NJ) [que tiene una temperatura de aproximadamente 23 °C ± 2,2 °C (aproximadamente 73 °F ± 4 °F)] a la banda de muestra mediante una pipeta desechable de 2 ml. No debe ponerse en contacto la banda de muestra con la pipeta y debe evitarse dañar la banda de muestra debido a la aplicación de una presión de chorro excesiva. La solución se añade continuamente hasta determinar visualmente que la banda de muestra está completamente saturada entre las mandíbulas superior e inferior. En este momento se reajusta el captador dinamométrico a una lectura de cero +/- 0,004 N (0,5 gramos_{fuerza}.)

A continuación, la banda de muestra se estira a una velocidad de 10,16 cm/minuto (4 pulgadas/minuto) y este se continúa hasta que la banda de muestra es estirada más allá de su punto de ruptura (definiéndose el punto de ruptura como el punto de la curva fuerza-estiramiento en el que la banda de muestra experimenta una pérdida de resistencia del 50% con respecto al valor máximo tras haberse estirado hasta un valor superior a su resistencia máxima). El estiramiento de la banda de muestra se inicia entre 5-10 segundos después de haber humedecido inicialmente la muestra. El resultado inicial de los ensayos es una serie de datos en forma de valores de carga (gramos_{fuerza}) frente al estiramiento (en donde el estiramiento se calcula como el desplazamiento de la cruceta (cm de movimiento de cizalla con respecto al punto de partida) dividido por la distancia de separación inicial (cm) entre las mandíbulas superior e inferior después del ensayo previo.

La muestra se analiza en dos orientaciones, mencionadas aquí como MD (dirección de la máquina, es decir, en la dirección de la bobina de enrollado continuo y de la formación de tejido) y CD (dirección transversal a la máquina, es decir, 90° con respecto a MD). Las resistencias a la tracción en húmedo en MD y CD se determinan utilizando el equipo anterior y los cálculos se realizan de la siguiente manera:

$$ITWT \text{ (g/pulgada)} = \text{Carga máxima}_{MD} \text{ (g)} / 1 \text{ (pulgada}_{anchura}) + \text{Carga máxima}_{CD} \text{ (g)} / 1 \text{ (pulgada}_{anchura})$$

El valor ITWT en la presente memoria es el valor ITWT normalizado calculado del siguiente modo: $ITWT\{\text{normalizada}\} = \{ITWT\} * 50 \text{ (g/m}^2) / \text{Gramaje de banda (g/m}^2)$.

B. Método de ensayo de resistencia a la rotura en seco

- 5 La resistencia a la rotura en seco de las estructuras poliméricas y/o de las estructuras fibrosas y/o de los productos higiénicos de papel tisú de la presente invención se determina usando un analizador de materiales Thwing-Albert EJA, Cat. N.º 1350, equipado con un captador dinamométrico de 2000 g, y émbolo de acero inoxidable de 1,6 cm (5/8 pulgadas) de diámetro comercializado por Thwing-Albert Instrument Company, 14 Collings Ave. W. Berlin, 08091, NJ (EE. UU.).
- 10 i. Preparación de muestra – Se obtiene una tira de muestra a analizar [11,43 cm (4,5 pulgadas) de ancho por 25,4 cm (10 pulgadas)] de largo. La tira de muestra debe tener una parte circular sin alterar que tiene una área superior (superior a 65 m²) al área circular interior de los anillos del soporte de muestra (62,1 cm²) del equipo. “Sin alterar”, en la presente memoria, significa que la parte no tiene perforaciones ni un número significativamente menor de agujeros que otras partes de la tira de muestra y que no tiene cinta y/o adhesivo presente sobre la superficie de la parte de la tira de muestra. No debe estirarse, arrugar, o someter la tira de muestra a una manipulación excesiva, sobre todo en la parte de la tira de muestra que estará en contacto con el émbolo.
- 15 ii. Operación - Los ajustes de ensayo para el instrumento son:
- Velocidad del émbolo – 12,7 cm/minuto
- Aceleración del émbolo – 12 cm/segundo²
- Diámetro interno de los anillos del soporte de muestra – 8,89 cm
- Velocidad de captación de datos de muestra – 80 datos/segundo
- Ajuste el captador dinamométrico a una lectura de cero +/- 0,01 N (1 gramos_{fuerza}.)
- 20 Para mover el émbolo a la posición base cero correcta, colocar una regla de metal, plana, o una placa, en la posición de ensayo de la muestra (donde iría normalmente una muestra), a continuación use los botones de control de subida y bajada para colocar el émbolo justo por debajo de donde toca la regla. Observe la lectura del captador dinamométrico para determinar cuándo entra en contacto la regla con el émbolo. Baje el émbolo en incrementos de 0,01 cm hasta que la lectura del captador dinamométrico vuelva al nivel cero y, a continuación, fije esta posición como la nueva posición
- 25 cero.
- Antes de la operación, se verifica la calibración del captador dinamométrico usando un peso de 50 gramos. Compruebe que no haya nada que toque el émbolo y el captador dinamométrico y, a continuación, ajuste a cero la lectura del captador dinamométrico. Coloque cuidadosamente el peso de 50 gramos encima del émbolo. Registre la lectura del captador dinamométrico en la hoja de datos correspondiente. Si está fuera del intervalo aceptable,
- 30 interrumpa el ensayo y contacte con el dueño del laboratorio y/o con la casa Thwing-Albert para hacer una recalibración.
- iii. Muestras de ensayo - Coloque la muestra sobre el anillo inferior del dispositivo de sujeción de muestra con la superficie exterior del producto situada hacia arriba, de modo que la muestra cubra completamente la superficie abierta del anillo de sujeción de muestra y una pequeña cantidad de muestra se extienda más allá de los lados de la superficie sólida de metal. Si hay presentes perforaciones, compruebe que están fuera del área central abierta del anillo. Una vez que la tira de muestra esté convenientemente colocada sobre el anillo inferior, baje el anillo superior del dispositivo de sujeción neumático. La muestra que debe ser analizada está ahora sujeta de forma segura en la unidad de fijación de la muestra.
- 35 Apriete el botón de inicio (START). El émbolo comenzará a elevarse. En algún momento, la muestra empezará a rasgarse o “reventarse”. NOTA: En casos inusuales, debido a la resistencia al esfuerzo de estiramiento muy elevado de la muestra, la muestra puede no reventarse en el intervalo de acción de las unidades de ensayo dadas. Anote estos casos con la anotación “No se reventó”.
- Una vez que el émbolo ha alcanzado su elevación máxima, retrocede automáticamente y regresa a su posición original. Una vez que el émbolo ha regresado a su posición original, levante el anillo superior, y retire la parte de muestra sometida a ensayo. Otra parte de la tira de muestra se coloca sobre el anillo inferior de la unidad que sujeta la muestra y se fija en posición. Esta secuencia se continúa hasta haber sometido a ensayo cuatro partes analizables de una tira de muestra específica. NOTA: Durante una serie de ensayos, el equipo ZERO debe ser revisado – ajuste por tanto si se halla fuera del rango aceptable de 0 ± 1 gramo.
- 45 iv. Cálculos - La resistencia a la rotura en seco se calcula calculando el área sometida a una fuerza frente a la curva de desplazamiento del émbolo (de desplazamiento 0 hasta el punto de desplazamiento de carga máxima) creado por los datos capturados por el instrumento para una muestra sometida a ensayo dividida por el área total de muestra dentro de la pinza de sujeción circular (62,1 cm²). La resistencia a la rotura en seco se registra para el valor más próximo a 98,1 (µN * cm)/cm² (0,01 (gramos_{fuerza} * cm)/cm²). Los cuatro valores obtenidos de una tira de muestra se promedian para obtener el valor registrado.
- 50

C. Método de ensayo de deshilachado/formación de bolitas

- i. Preparación de muestra – Se obtienen tiras de muestra (un total de 4 si se someten a ensayo ambas caras, 2 si se somete una sola cara) de estructuras fibrosas y/o productos higiénicos de papel tisú, que no tienen partes desgastadas de 11,43 cm (4,5 pulgadas) de ancho x 30,48 cm a 40,64 cm (12-16 pulgadas) de largo, de modo que cada tira de muestra puede plegarse sobre sí misma formando una pieza rectangular de 11,43 cm (4,5 pulgada) de ancho (CD) por 10,16 cm (4,0 pulgada) de largo (MD) que tiene un gramaje total de entre 140 a 200 g/m² y se acondicionan según el método TAPPI #T402OM-88. Para el ensayo de ambas caras, prepare dos piezas rectangulares como se ha descrito anteriormente con una primera cara hacia afuera y dos piezas rectangulares con la otra cara hacia afuera (sin perder de vista cuál es cuál en cada momento).
- 10 Para los productos higiénicos de papel tisú formados a partir de capas múltiples de estructura fibrosa, este ensayo puede usarse para hacer una medición de deshilachados para el producto higiénico de papel tisú multicapa, o, si se pueden separar las capas sin dañar el producto higiénico de papel tisú, puede hacerse una medición para las capas por separado que constituyen el producto higiénico de papel tisú. Si una muestra determinada difiere de superficie a superficie, es necesario ensayar ambas superficies y promediar los valores para obtener un valor de deshilachado compuesto. En algunos casos, los productos higiénicos de papel tisú están hechos a partir de capas múltiples de estructuras fibrosas, de modo que las superficies orientadas hacia fuera son idénticas, en cuyo caso solamente es necesario someter a ensayo una superficie.
- Cada muestra se dobla sobre sí misma para obtener una muestra de 11,4 cm CD x 10 cm MD (4,5 pulg. CD x 4 pulg. MD). Para ensayar dos superficies, disponga 3 muestras (11,4 cm CD x 10 cm MD (4,5 pulg. CD x 4 pulg. MD) con una primera superficie “fuera” y 3 muestras (11,4 cm CD x 10 cm MD (4,5 pulg. CD x 4 pulg. MD) con la segunda superficie “fuera”. Controle qué muestras tienen la primera superficie “fuera” y qué muestras tienen la segunda superficie “fuera”.
- Para un ensayo de deshilachado en seco/formación de bolitas, obtenga una pieza de 76 cm x 102 cm (30 pulg. x 40 pulg) de cartón Crescent n.º 300 de Cordage Inc. (800 E. Ross Road, Cincinnati, Ohio, 45217). Utilizando un cortador de papel, recorte seis trozos de cartón de dimensiones de 6,35 cm x 15,24 cm (2,5 pulgada x 6 pulgada). Practique dos orificios en cada una de las seis piezas de cartón forzando el cartón sobre los pasadores de sujeción del analizador Sutherland Rub. Centre y coloque cuidadosamente cada una de las piezas de cartón sobre las piezas previamente plegadas con la cara sometida a ensayo expuesta hacia afuera. Compruebe que la dimensión 15,24 cm (6 pulgada) del cartón discurre paralela a la dirección de la máquina (MD) de cada una de las muestras plegadas. Doble un borde de la parte expuesta de la muestra sobre la parte posterior del cartón. Fije este borde al cartón con cinta adhesiva de 3M Inc. (anchura de 1,9 cm (3/4 pulg.) Scotch Brand, St. Paul, Minn.). Agarre cuidadosamente el borde del tisú que sobresale y pliéguelo ajustándolo sobre la parte posterior del cartón. Manteniendo un ajuste de la muestra sobre el cartón, pegue con la cinta adhesiva este segundo borde a la parte posterior del cartón. Repita este procedimiento para cada muestra. Dé la vuelta a cada muestra y pegar con cinta adhesiva al cartón los bordes de la muestra en la dirección transversal. Una mitad de la cinta adhesiva debería estar en contacto con la muestra y la otra mitad debería estar adherida al cartón. Repita este procedimiento para cada una de las muestras. Si la muestra se rompe, desgarrar o deshilacha en cualquier instante durante el curso de este procedimiento de preparación de la muestras, deseche y prepare una nueva muestra con una tira de muestra.
- Para un ensayo del deshilachado en húmedo/formación de bolitas, prepare primero la superficie de ensayo fijando de forma segura una almohadilla de espuma de superficie suave (0,3 cm (1/8 pulg.) de espesor, espuma de rápida recuperación Poron, con reverso adhesivo, puntuación de firmeza 13), que tiene una longitud superior o igual a 15,24 cm (6 pulgada) y una anchura superior o igual a 12,70 cm (5 pulgada), a una superficie de mesa plana y nivelada, colocada de modo que $\geq 12,70$ cm de la dirección longitudinal sea paralela al borde de la mesa, y que esté nivelada con el borde de la mesa. Encima de esta superficie de espuma, adhiera una pieza de papel de lija de grado fino (12,70 cm x 15,24 cm, usando cinta de doble cara o pegamento), con su eje más corto paralelo al borde de la mesa, y centrado con respecto a otras dimensiones de la espuma. Coloque la muestra plegada de modo que uno de sus lados del eje CD esté a 0-0,6 cm (0-¼ pulgada) de la superficie de la mesa y del borde de la espuma/papel de lija. Adhiera el borde de la muestra (usando cinta transparente de la marca Scotch de una longitud de $\geq 20,3$ cm (8 pulg.) por 1,9 cm (¾ pulgada)) con cinta que se extiende lo suficiente para adherirse ambos lados de la mesa.
- ii. Preparación del componente de fieltro y de carga - Corte una pieza de fieltro de ensayo negra (F-55 o equivalente de New England Gasket, 550 Broad Street, Bristol, Conn. 06010) de las siguientes dimensiones: 5,72 cm x 18,4 cm (2¼ pulg. x 7¼ pulg.). El fieltro debe usarse en combinación con un peso. El peso puede incluir un dispositivo de sujeción para unir la combinación de fieltro/cartón al peso. El peso y el dispositivo de sujeción utilizado totalizan 2,3 kg (cinco (5) libras). El peso es comercializado por Danilee Company, San Antonio, TX (EE. UU.) y está asociado con el analizador Sutherland Rub. El peso tiene una pieza de 5 cm x 10 cm (2 pulg. x 4 pulg.) de espuma de superficie suave unida a su cara de contacto (0,3 cm (1/8”) de espesor, espuma de rápido recubrimiento Poron, reverso adhesivo, puntuación de rigidez 13). Para el ensayo en seco, se fija el fieltro directamente contra la superficie de espuma, proporcionando una área de contacto efectivo de 52 cm² (8 pulg.²) y una presión de contacto de aproximadamente 4,31 kPa (0,625 psi). Para el ensayo en húmedo, se une una tira de espuma adicional de 3 cm x 10 cm (1 pulg. x 4 pulg.) (misma espuma que la descrita anteriormente) y se centra en la dirección longitudinal encima de la tira de espuma de 5 cm x 10 cm (2 pulg. x 4 pulg.); por

- lo tanto, tras sujetar el fieltro contra esta superficie, se establece un área de contacto efectivo de 26 cm² (4 pulg.²) y una presión de contacto de aproximadamente 8,62 kPa (1,25 psi). Además, solamente para el ensayo en húmedo, tras fijar el fieltro al sistema de pesos, se colocan dos tiras de cinta (10,8 cm - 13,3 cm (4 ¼ pulg. - 5¼ pulg.) de longitud, de la marca Scotch 1,9 cm (¾") de anchura) a lo largo de cada borde del fieltro (en posición paralela a la otra cara del fieltro) sobre la cara del fieltro que estará en contacto con la muestra. El fieltro al que no se aplica la cinta adhesiva entre las dos tiras de cinta tiene una anchura de entre 18-21 mm. Se colocan tres marcas sobre una de las cintas a 0, 4 y 10 centímetros a lo largo de la región de ensayo lisa del fieltro de ensayo.
- 5
- iii. Realización del ensayo de deshilachado en seco/formación de bolitas - La cantidad de deshilachados en seco y/o bolitas en seco generada a partir de un producto fibroso según la presente invención se determina mediante un analizador Sutherland Rub (comercializado por Danilee Company, San Antonio, TX (EE. UU.)). Este analizador usa un motor para frotar el componente de fieltro/peso 5 veces (hacia atrás y hacia adelante) sobre el producto fibroso, con el producto fibroso retenido en una posición estacionaria.
- 10
- En primer lugar, encienda el analizador Sutherland Rub presionando el botón de "reinicio". Ajuste el analizador para que realice 5 pasadas en la menor de las dos velocidades. Una pasada es un movimiento único y completo hacia delante y en sentido inverso del peso. El extremo del bloque de frotado debería estar en la posición más cercana al usuario al inicio y al final de cada ensayo.
- 15
- Coloque la combinación de muestra/cartón en la placa base del analizador deslizando los orificios en el cartón sobre los pasadores de sujeción. Los pasadores de sujeción evitan que la muestra se mueva durante el ensayo. Cuelgue la combinación de fieltro/peso en el brazo del analizador del analizador Sutherland Rub, y colóquelo con cuidado sobre la combinación muestra/cartón. El fieltro debe estar apoyado nivelado sobre la muestra de calibración y debe estar en contacto total (100%) con la superficie de la muestra de calibración (use un indicador de nivel con burbuja para verificarlo). Active el analizador Sutherland Rub presionando el botón de "inicio".
- 20
- Cuente el número de pasadas y observe y tome nota mental de la posición de inicio y parada del peso cubierto por el fieltro en relación con la muestra. Si el número total de pasadas es cinco y si la posición del peso cubierto con el fieltro de calibración es la misma al final que al inicio del ensayo, el ensayo se ha realizado satisfactoriamente. Si el número total de pasadas no es cinco o las posiciones de inicio y final del peso cubierto con el fieltro de calibración son diferentes, significará que el instrumento requiere mantenimiento y/o recalibración.
- 25
- Una vez que el instrumento se ha dejado de desplazar, retire el peso cubierto con fieltro del brazo de soporte del instrumento, y libere el fieltro del peso. Deposite el fieltro de ensayo sobre una superficie lisa y limpia.
- 30
- iv. Realización del ensayo de deshilachado en húmedo/formación de bolitas - El deshilachado en húmedo/la formación de bolitas se determina arrastrando, durante una pasada, un componente de fieltro/peso parcialmente humedecido sobre una muestra.
- Para humedecer el fieltro, pipetee 0,6 ml de agua desionizada sobre el fieltro, entre las marcas de 0 cm y 4 cm representadas en la cinta unida al fieltro. Antes de que el agua empape el fieltro, use una regla de metal con una anchura de 1,9 cm (¾ pulg.), para extender el agua uniformemente a lo largo de la zona húmeda marcada de 0-4 cm sin derramar sobre la cinta o en la zona seca (entre las marcas de 4 y 10 cm).
- 35
- Una vez que el agua se ha distribuido uniformemente y ha penetrado totalmente el fieltro (sin que gotee en absoluto), coloque el sistema peso-fieltro sobre la muestra de modo que la región humedecida del fieltro esté a ≤ 0,64 cm (¼ pulg.) del borde de la muestra y la cinta. Al cabo de aproximadamente un segundo, arrastre el pomo hasta que el sistema quede completamente fuera de la mesa (el proceso de arrastrado debería durar de 0,5 a 1,5 segundos. Tire del peso evitando aplicar fuerza adicional alguna en el componente de fieltro/peso aparte de la fuerza de tracción horizontal. El proceso de tirar debería producirse como un movimiento sustancialmente continuo o continuo. Si la hoja de muestra se rasga lo suficiente debido al roce del fieltro, y/o si se desprenden piezas (al suelo) durante el ensayo, hágalo constar.
- 40
- 45 Retire cuidadosamente el fieltro del peso, almacene en un lugar seguro y plano, y deje secar antes de proceder a la toma de imágenes (≥ 24 horas, en condiciones estándar). No apile múltiples capas de fieltro una encima de la otra para evitar que se peguen y que se transfiera deshilachado/bolitas.
- La siguiente etapa es completar la captura de imágenes, análisis, y cálculos correspondientes a los fieltros de ensayo como se describe a continuación.
- 50
- vi. Captura de imágenes - Las imágenes del fieltro (no sometido a ensayo), la muestra (no sometida a ensayo) y el fieltro (sometido a ensayo) se capturan utilizando un ordenador y un escáner (Microtek ArtixScan 1800f). Asegúrese de que el cristal del escáner está limpio. Coloque los fieltros centrados sobre el escáner, hacia abajo. Ajuste los límites de captura de imágenes de modo que los filtros queden incluidos en la imagen capturada. Ajuste el escáner a 600 dpi, RGB, y tamaño de imagen de 100% (sin formación de depósitos calcáreos). Tras capturar las imágenes de los fieltros, guarde la imagen como una imagen TIF de 8 bit RGB, retire los fieltros del escáner, y repita el proceso hasta haber capturado todas las imágenes de los fieltros.
- 55

Puede ser necesario capturar (del mismo modo) imágenes adicionales de la muestra (no sometida a ensayo) si tienen una luminancia promedio (utilizando el software Optimas) significativamente menor de 254 (menor de 244), tras haberlas convertido a una imagen en escala de grises de 8 bit. Además, se toma una imagen de un estándar de longitud conocida (p. ej., una regla) (la diferencia de exposición no importa en esta imagen). Esta imagen se usa para calibrar la escala de distancia del software de análisis de imagen.

vii. Análisis - Las imágenes capturadas se analizan utilizando el software de análisis de imágenes Optimas 6.5 comercializado por Media Cybernetics, L.P. Deben satisfacerse estrictamente los parámetros de ajuste para toma de imágenes indicados para obtener resultados de deshilachado y de formación de bolitas representativos desde el punto de vista comparativo.

En primer lugar, se introduce una imagen con un estándar de longitud conocida (p. ej., una regla) en Optimas y se usa para calibrar las unidades de longitud (milímetros en este caso). Para el ensayo en seco, el área de la región de interés (ROI) es de aproximadamente 4500 mm² (90 mm por 50 mm), y el área de la ROI seca y rozada es de aproximadamente 1500 mm² (94 mm por 16 mm). El área ROI exacta se mide y graba (nombre de la variable: área ROI). El valor gris (VG) promedio de la región no frotada del fieltro de ensayo se usa como línea de base, y se registra para determinar el umbral y los valores de deshilachado (nombre variable: fieltro no sometido a ensayo VG prom.). Se determina creando una caja de región de interés (ROI) con dimensiones de aproximadamente 5 mm por 25 mm en el área no frotada, no sometida a ensayo del fieltro negro, sobre los extremos opuestos de la región frotada. El promedio de estos dos valores de luminancia de gris promedios para cada una de las ROI se utiliza como el valor promedio de VG para el fieltro no sometido a ensayo para cada fieltro de ensayo. Esto se repite para todos los fieltros de ensayo analizados. La luminancia de la hoja sometida a ensayo es, de forma típica, próxima al valor del blanco saturado (valor gris 254) y bastante constante para las muestras de interés. Si se cree que es diferente, debe medirse la hoja sometida a ensayo de manera similar a como se ha hecho para el fieltro no sometido a ensayo y registrar el resultado (nombre de la variable = VG promedio de la hoja no sometida a ensayo). El umbral de luminancia se calcula con respecto al valor de gris promedio del fieltro no sometido a ensayo y el VG promedio de la hoja no sometida a ensayo del siguiente modo:

Para los fieltros de ensayo de deshilachados secos/bolitas:

$$(VG_prom_hoja_no_analizada - VG_prom_fieltro_no_analizado) * 0,4 + VG_prom_fieltro_no_analizado$$

Para los fieltros de ensayo de deshilachados húmedos/bolitas:

$$(VG_prom_hoja_no_analizada - VG_prom_fieltro_no_analizado) * 0,25 + VG_prom_fieltro_no_analizado$$

La imagen del fieltro de ensayo se abre, y se crean la ROI y sus límites y se coloca adecuadamente de modo que abarque la región que contiene completamente las bolitas y que contiene la mayor concentración de bolitas en la región frotada del fieltro de ensayo. Se graba el promedio de luminancia para la ROI (nombre de la variable: VG prom de la ROI). Las bolitas se determinan de la siguiente manera: Optimas crea líneas de delimitación en la imagen en la que los valores de luminancia del pixel sobrepasan el valor umbral (p. ej., si el umbral es 120, se crean líneas de delimitación donde existen píxeles de valores superiores e inferiores). El criterio para determinar una bolita es que la misma debe tener una luminancia promedio superior al valor umbral y tener una longitud de perímetro superior a 0,5 mm. El nombre de la variable correspondiente a la suma de las áreas con bolitas es: Área total con bolitas.

Los datos de medición de las ROI, y para cada bolita, son exportados desde Optimas a una hoja de cálculo para llevar a cabo los siguientes cálculos.

viii. Cálculos - Los datos obtenidos por el análisis de imágenes se utilizan en los siguientes cálculos:

$$\text{Área de bolitas \%} = \text{Porcentaje de área cubierta por bolitas} = \text{Área total con bolitas} / \text{área de la ROI}$$

Valor de deshilachados = Diferencia del valor de gris entre el área sin bolitas del área de fieltro de ensayo frotada y el fieltro no sometido a ensayo

$$\text{Valor deshilachado} = \text{promedio valor de gris de fieltro sin bolitas} - \text{promedio valor de gris de fieltro no ensayado}$$

en donde: promedio valor de gris de fieltro sin bolitas = [(promedio valor de gris ROI * área ROI) - (promedio valor de gris con bolitas * área con bolitas)] / Área total sin bolitas

Tomando el promedio del valor de deshilachado de la superficie de la primera cara y la superficie de la segunda cara, se obtiene el deshilachado correspondiente a la tela o producto específico. En otras palabras, para calcular el valor de deshilachado, se usa la siguiente fórmula:

$$\text{Valor deshilachado en seco} = \text{Valor deshilachado en seco, 1ª cara} + \text{Valor deshilachado en seco, 2ª cara}$$

$$\% \text{ \u00c1rea bolitas en seco} = \frac{\% \text{ \u00c1rea bolitas en seco, 1}^{\text{a}} \text{ cara} + \% \text{ \u00c1rea bolitas en seco, 2}^{\text{a}} \text{ cara}}{2}$$

$$\text{Valor deshilachado en h\u00famedo} = \frac{\text{Valor deshilachado en h\u00famedo, 1}^{\text{a}} \text{ cara} + \text{Valor deshilachado en h\u00famedo, 2}^{\text{a}} \text{ cara}}{2}$$

$$5 \quad \text{\u00c1rea bolitas h\u00famedo \%} = \frac{\text{\u00c1rea bolitas h\u00famedo \% , 1}^{\text{a}} \text{ cara} + \text{\u00c1rea bolitas h\u00famedo \% , 2}^{\text{a}} \text{ cara}}{2}$$

D. M\u00e9todo de ensayo de medici\u00f3n de la viscosidad de cizallamiento de una composici\u00f3n de pol\u00edmero

La viscosidad de cizallamiento de una composici\u00f3n de pol\u00edmero de la presente invenci\u00f3n se mide usando un re\u00f3metro capilar Goettfert Rheograph 6000, fabricado por Goettfert USA, de Rock Hill SC, EE. UU. Las mediciones se realizan utilizando una matriz capilar que tiene un di\u00e1metro D de 1,0 mm y una longitud L de 30 mm (es decir, L/D = 30). La matriz se conecta al extremo inferior del cilindro de 20 mm del re\u00f3metro, que se mantiene a una temperatura de ensayo de la matriz de 75 \u00b0C. Se introduce una muestra precalentada a la temperatura de ensayo de la matriz de 60 g de la composici\u00f3n de pol\u00edmero en la secci\u00f3n del cilindro del re\u00f3metro. Se elimina de la muestra cualquier aire atrapado. Se empuja la muestra desde el cilindro a trav\u00e9s de la matriz capilar a una serie de velocidades elegidas de entre 1.000 y 10.000 segundos⁻¹. La viscosidad aparente bajo esfuerzo de cizalla puede ser calculada con el software del re\u00f3metro a partir de la ca\u00edda de presi\u00f3n que sufre la muestra cuando esta pasa desde el cilindro a trav\u00e9s de la matriz capilar y el caudal de la muestra a trav\u00e9s de la matriz capilar. El valor log (viscosidad aparente bajo esfuerzo de cizalla) puede representarse frente al log (velocidad de cizallamiento) y puede ajustarse la curva seg\u00fan la ley de potencia, seg\u00fan la f\u00f3rmula $\eta = K\dot{\gamma}^{n-1}$, en la que K es la constante correspondiente a la viscosidad del material, n es el \u00cdndice de diluci\u00f3n del material e $\dot{\gamma}$ es la velocidad de cizallamiento. La viscosidad aparente bajo esfuerzo de cizalla mencionada de la composici\u00f3n de la presente invenci\u00f3n se calcula mediante interpolaci\u00f3n a una velocidad de cizallamiento de 3000 s⁻¹ utilizando la relaci\u00f3n de la ley de potencia.

E. M\u00e9todo de ensayo del cambio de la viscosidad de cizallamiento

Las viscosidades de las tres muestras de una \u00fanica composici\u00f3n de pol\u00edmero de la presente invenci\u00f3n se miden llenando tres jeringas aparte de 60 cc; se mide inmediatamente la viscosidad de cizallamiento de una muestra (viscosidad de cizallamiento inicial) (se tarda aproximadamente 10 minutos desde el momento en que la muestra se coloca en el re\u00f3metro hasta obtener la primera lectura) seg\u00fan el m\u00e9todo de ensayo de medici\u00f3n de la viscosidad de cizallamiento de una composici\u00f3n de pol\u00edmero. Si la viscosidad de cizallamiento inicial de la primera muestra no est\u00e1 dentro del intervalo de 5-8 Pascal-Segundos, medida a una velocidad de cizallamiento de 3000 s⁻¹, entonces es necesario ajustar la composici\u00f3n de pol\u00edmero de modo que la viscosidad de cizallamiento inicial de la composici\u00f3n de pol\u00edmero est\u00e9 dentro del intervalo de 5-8 Pascal-Segundos, medida a una velocidad de cizallamiento de 3000 s⁻¹ y repiti\u00e9ndose posteriormente este m\u00e9todo de ensayo del cambio de viscosidad de cizallamiento. Una vez la viscosidad de cizallamiento inicial de la composici\u00f3n de pol\u00edmero est\u00e1 dentro del intervalo de 5-8 Pascal-Segundos, medida a una velocidad de cizallamiento de 3000 s⁻¹, entonces se miden las otras dos muestras mediante el mismo m\u00e9todo de ensayo despu\u00e9s de ser almacenadas en un horno de convecci\u00f3n a 80 \u00b0C durante 70 y 130 minutos, respectivamente. El valor de la viscosidad de cizallamiento a 3000 s⁻¹ para las muestras de 70 y 130 minutos se divide entre la viscosidad de cizallamiento inicial para obtener el cambio de viscosidad de cizallamiento normalizado para las muestras de 70 y 130 minutos.

F. M\u00e9todo de ensayo de di\u00e1metro de fibra

Se corta en forma rectangular una estructura polim\u00e9rica que comprende fibras con un gramaje adecuado (aproximadamente de 5 a 20 gramos/metro cuadrado), aproximadamente de 20 mm por 35 mm. La muestra despu\u00e9s se recubre con una c\u00e1mara de deposici\u00f3n SEM (EMS Inc, PA, EE. UU.) con oro para hacer que las fibras sean relativamente opacas. El espesor t\u00edpico de recubrimiento est\u00e1 entre 50 y 250 nm. La muestra es despu\u00e9s montada entre dos portaobjetos de microscopio convencionales que a continuaci\u00f3n se aprietan entre s\u00ed con peque\u00f1os clips. La muestra se analiza utilizando un objetivo 10X en un microscopio Olympus BHS con la lente para colimar la luz del microscopio desplazada al m\u00e1ximo con respecto a la lente del objetivo. Las im\u00e1genes son capturadas utilizando una c\u00e1mara digital Nikon D1. Para calibrar las distancias espaciales de las im\u00e1genes se utiliza un micr\u00f3metro de microscopio de vidrio. La resoluci\u00f3n aproximada de las im\u00e1genes es 1 \u00b5m/pixel. En el histograma de intensidad las im\u00e1genes de forma t\u00edpica mostrar\u00e1n una distribuci\u00f3n bimodal clara que se corresponde con las fibras y el fondo. Los ajustes de la c\u00e1mara o los diferentes gramajes se utilizan para conseguir una distribuci\u00f3n bimodal aceptable. De forma t\u00edpica se toman 10 im\u00e1genes por muestra y a continuaci\u00f3n se promedian los resultados de estas.

Las im\u00e1genes se analizan de modo similar al descrito por B. Pourdeyhimi, R. y R. Dent en "Measuring fiber diameter distribution in nonwovens" (Textile Res. J. 69(4) 233-236, 1999). Las im\u00e1genes digitales son analizadas por ordenador utilizando el MATLAB (versi\u00f3n 6,3) y el MATLAB Image Processing Tool Box (versi\u00f3n 3). La imagen primero se convierte en una escala de grises. La imagen despu\u00e9s se binariza en p\u00edxeles negros y blancos utilizando un valor umbral que minimiza la varianza dentro de una misma clase de los p\u00edxeles negros y blancos umbralizados. Una vez que la imagen est\u00e1 binarizada, se esqueletiza la imagen para localizar el centro de cada fibra en la imagen. Tambi\u00e9n se calcula la transformada de la distancia de la imagen binarizada. El producto

5 escalar de la imagen esqueletizada y el mapa de distancia proporciona una imagen cuya intensidad de pixel es cero o es el radio de la fibra en esa posición. Los píxeles que se encuentran dentro de un radio de la unión entre dos fibras solapadas no son contabilizados si la distancia que representan es menor que el radio de la unión. Los restantes pixels son después utilizados para calcular un histograma ponderado en longitud de los diámetros de fibra contenidos en la imagen.

10 Todos los documentos citados en la Descripción detallada de la invención se incorporan, en su parte relevante, como referencia en la presente memoria; La mención de cualquier documento no debe ser considerada como una aceptación de que forma parte del estado de la técnica con respecto a la presente invención. En la medida en la que cualquier significado o definición de un término del presente documento escrito entre en conflicto con cualquier significado o definición del término de un documento incorporado como referencia, prevalecerá el significado o la definición asignados al término en el presente documento escrito.

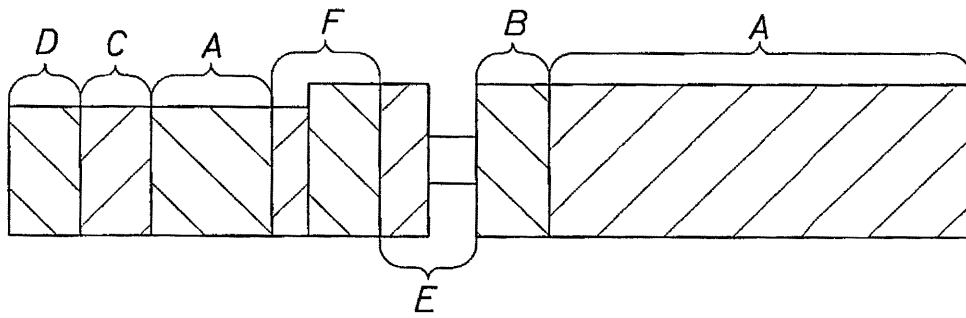
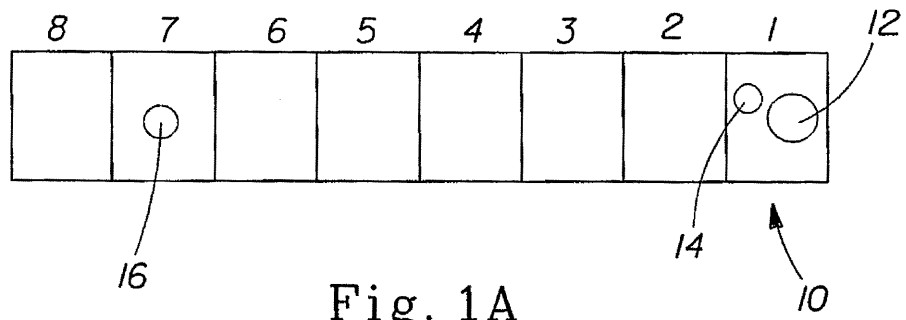
15 Las magnitudes y los valores descritos en la presente memoria no deben entenderse como estrictamente limitados a los valores numéricos exactos mencionados. Salvo que se indique lo contrario, está previsto que cada una de dichas magnitudes signifique el valor mencionado y un intervalo funcionalmente equivalente que rodea ese valor. Por ejemplo, una magnitud descrita como "40 mm" significa "aproximadamente 40 mm".

Aunque se han ilustrado y descrito realizaciones particulares de la presente invención, resultará evidente para el experto en la técnica que es posible realizar otros cambios y modificaciones sin por ello abandonar el ámbito de la invención. Por consiguiente, las reivindicaciones siguientes pretenden cubrir todos esos cambios y modificaciones contemplados dentro del ámbito de la presente invención.

20

REIVINDICACIONES

1. Una estructura fibrosa que comprende regiones fusionadas y regiones sin fusionar, comprendiendo dicha estructura fibrosa una estructura de polímero hidroxilado en forma de fibras, en donde dicha estructura de polímero hidroxilado comprende un primer polímero hidroxilado y un segundo polímero hidroxilado, siendo uno de los dos polímeros inherentemente termoplástico y en donde dicha estructura fibrosa presenta un factor CETM* L² inferior a 950.
2. La estructura fibrosa según la reivindicación 1 en donde la estructura de polímero hidroxilado comprende un polímero hidroxilado seleccionado del grupo que consiste en poli(alcohol vinílico), derivados de poli(alcohol vinílico), copolímeros de poli(alcohol vinílico), almidón, derivados de almidón, quitosana, derivados de quitosana, derivados de celulosa, gomas, arabinanos, galactanos, proteínas, y mezclas de los mismos, preferiblemente en la que la estructura de polímero hidroxilado comprende al menos dos clases diferentes de polímeros hidroxilados.
3. La estructura fibrosa según cualquiera de las reivindicaciones anteriores en donde la región sin fusionar y la región fusionada presentan valores diferentes de una propiedad de intensidad común a las dos.
4. La estructura fibrosa según la reivindicación 3 en donde una pluralidad de regiones fusionadas está en forma de un diseño que se repite no aleatoriamente dentro de la estructura fibrosa.
5. La estructura fibrosa según cualquiera de las reivindicaciones anteriores en donde la estructura de polímero hidroxilado comprende un polímero hidroxilado reticulado.
6. La estructura fibrosa según cualquiera de las reivindicaciones anteriores en donde la estructura de polímero hidroxilado comprende un plastificante.
7. La estructura fibrosa según cualquiera de las reivindicaciones anteriores en donde la estructura fibrosa presenta un factor de CETM inferior a 20.
8. Uso de una estructura fibrosa según cualquiera de las reivindicaciones anteriores en un producto higiénico de papel tisú monocapa o multicapa.
9. Un proceso para fabricar una estructura fibrosa según cualquiera de las reivindicaciones 1-7 en donde el proceso comprende las etapas de:
 - a. producir una estructura polimérica hidroxilada en forma de una fibra, en donde dicha estructura polimérica hidroxilada comprende un primer polímero hidroxilado y un segundo polímero hidroxilado, siendo uno de los dos polímeros inherentemente termoplástico;
 - b. formar una estructura fibrosa que comprende la fibra polimérica hidroxilada;
 - c. someter la estructura fibrosa a una operación de unión térmica transmitiendo a la estructura fibrosa propiedades que dan lugar a que uno o más de los polímeros de dicha estructura polimérica presenten una temperatura superior a su T_g, de modo que se forma la estructura fibrosa que presenta un factor CETM* L² inferior a 950.
10. El proceso según la reivindicación 9 en donde la estructura de polímero hidroxilado se produce procesando una composición de polímero que comprende al menos dos clases diferentes de polímeros hidroxilados.
11. El proceso según cualquiera de las reivindicaciones 9 y 10 en donde el proceso además comprende una etapa de someter la estructura fibrosa a un proceso de deflexión hiperbárica.



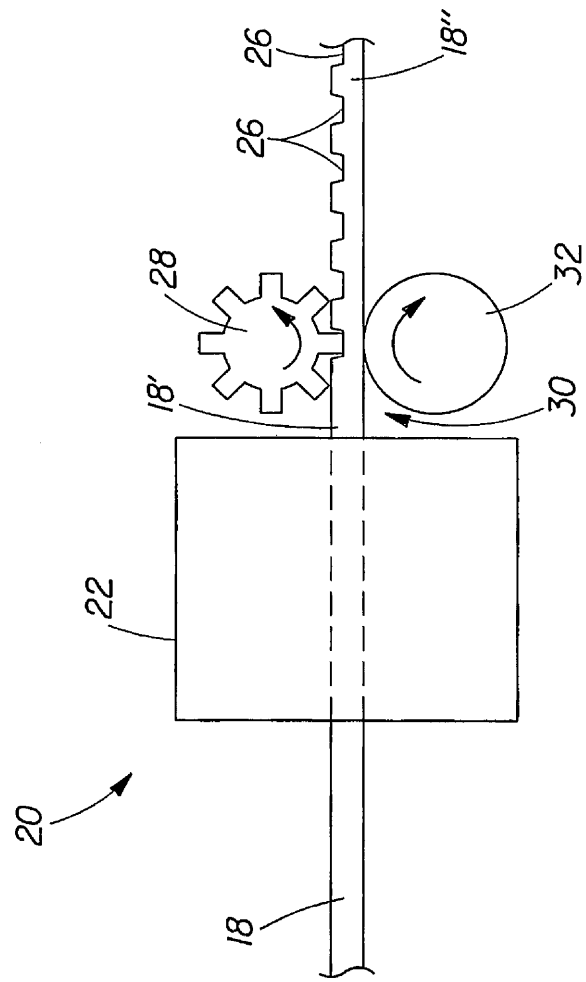


Fig. 2

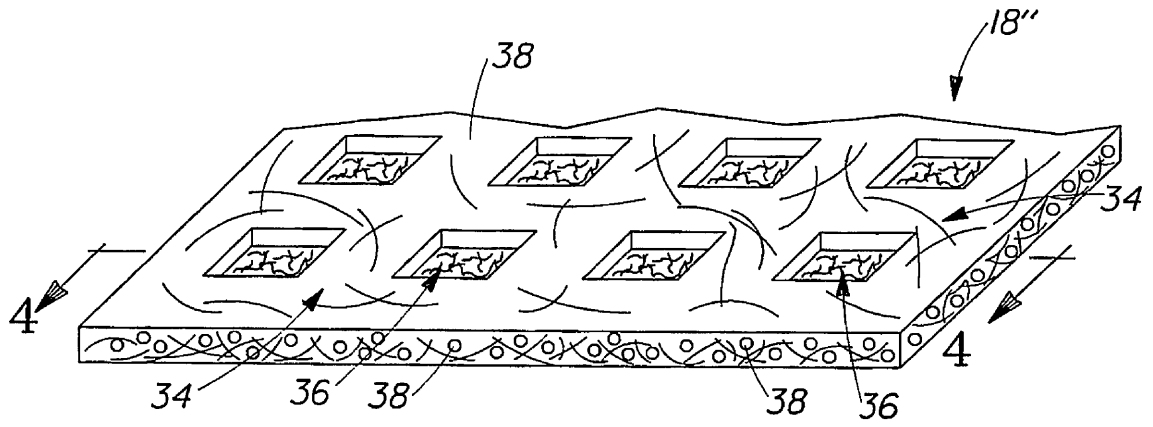


Fig. 3

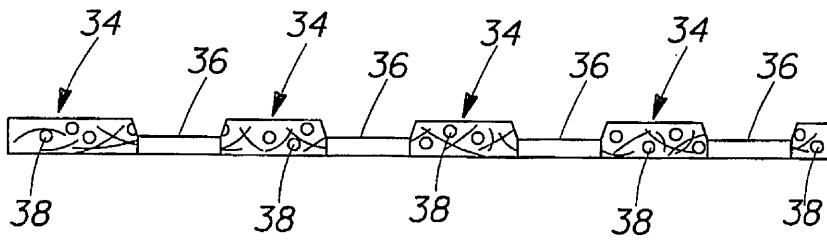


Fig. 4

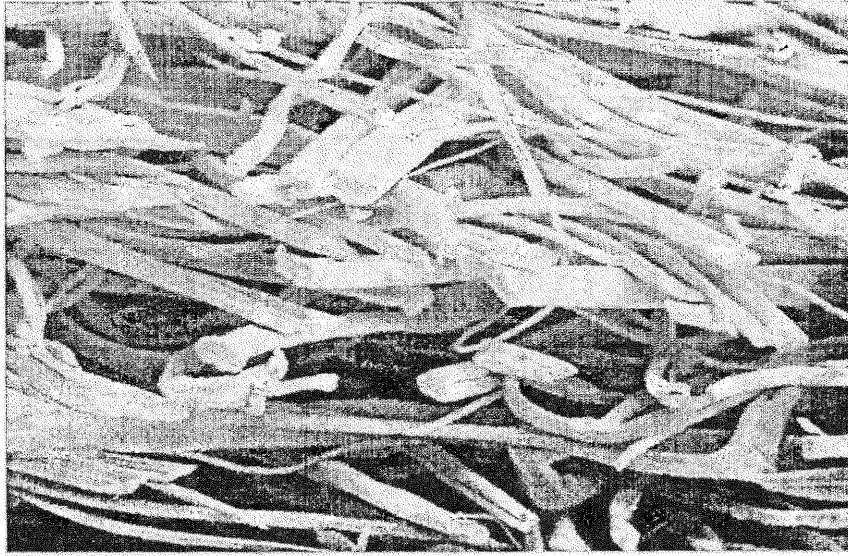


Fig. 5A

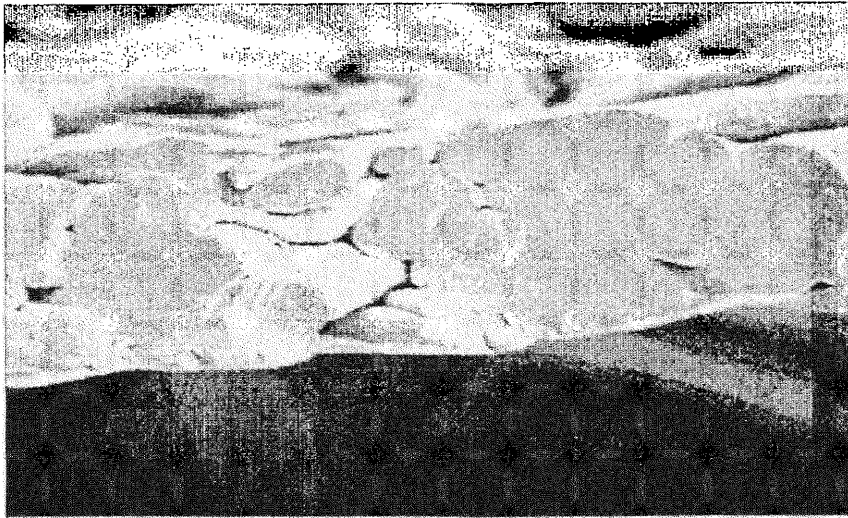


Fig. 5B

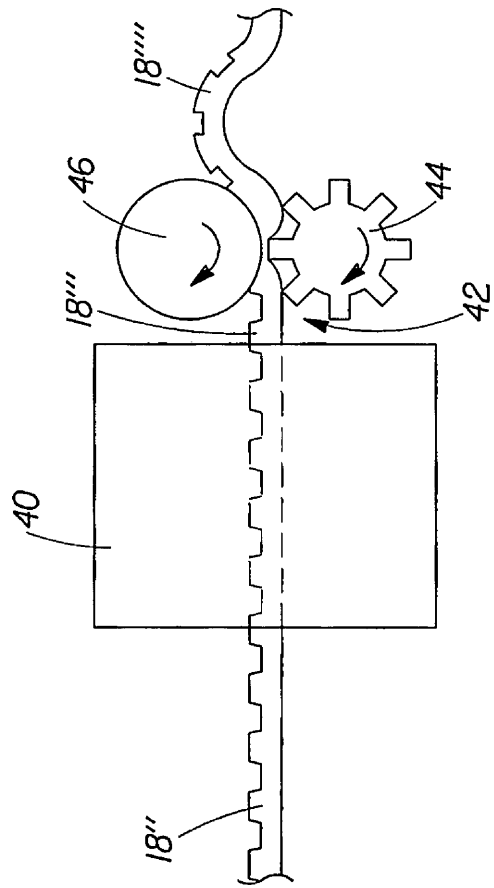


Fig. 6

