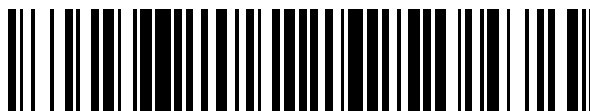


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 644 004**

51 Int. Cl.:

<b>C08J 9/00</b>	(2006.01)
<b>C08J 9/30</b>	(2006.01)
<b>A61L 15/42</b>	(2006.01)
<b>A47L 13/16</b>	(2006.01)
<b>A61F 13/53</b>	(2006.01)
<b>A61L 15/22</b>	(2006.01)
<b>C08J 5/04</b>	(2006.01)
<b>D04H 1/68</b>	(2012.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **28.08.2007 PCT/FR2007/001405**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **06.03.2008 WO08025898**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **28.08.2007 E 07823452 (3)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **04.10.2017 EP 2061832**

54 Título: **Material absorbente y su procedimiento de preparación**

30 Prioridad:

**29.08.2006 FR 0607576**

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

**27.11.2017**

73 Titular/es:

**MAPA (100.0%)  
420 rue d'Estienne d'Orves  
92705 Colombes Cedex, FR**

72 Inventor/es:

**GAROIS, NICOLAS;  
SONNTAG, PHILIPPE y  
CARNIOL, NATACHA**

74 Agente/Representante:

**UNGRÍA LÓPEZ, Javier**

ES 2 644 004 T3

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

## DESCRIPCIÓN

Material absorbente y su procedimiento de preparación

5 La invención se refiere a un novedoso material alveolar, a un procedimiento para su preparación y a sus usos, especialmente como material absorbente y, en particular, para la fabricación de esponjas y otros productos de uso doméstico.

10 En el campo del cuidado del hogar, se utilizan principalmente esponjas vegetales, a base de celulosa regenerada, y esponjas sintéticas que muy frecuentemente están compuestas por espumas de poliuretano de células abiertas.

15 Si las esponjas a base de celulosa regenerada muestran, de forma general, calidades muy satisfactorias, tanto en términos de capacidades de absorción como de retención de agua, capacidad de secado, ligereza, resiliencia, resistencia mecánica y resistencia al agua, a los detergentes y al calor, su fabricación supone, por el contrario, importantes problemas.

20 En efecto, estas esponjas se fabrican según procedimientos que consisten en transformar, en un primer momento, la celulosa en una pasta de viscosa, transformación que se lleva a cabo por tratamiento alcalino de la celulosa, disolución del álcali-celulosa así formada mediante sulfuro de carbono, y tratamiento del xantato de celulosa resultante con jabón de sosa. Después, tras la introducción en la pasta de viscosa así obtenida, de fibras de refuerzo (cáñamo, lino, algodón, ...), colorantes y cristales de sulfato de sodio, y conformación por moldeo o embutición, el conjunto se somete a un calentamiento que permite solidificar la viscosa, regenerar la celulosa por evaporación del sulfuro de carbono y fundir los cristales de sulfato de sodio que, cuando se eliminan, dejan en su lugar una miríada de alvéolos.

25 Asimismo, la aplicación de estos procedimientos a escala industrial, teniendo en cuenta la naturaleza tan corrosiva y tóxica de los productos utilizados, requiere instalaciones muy específicas y muy costosas, tanto en costes de inversión como en costes de funcionamiento, es muy contaminante a pesar de los equipos de descontaminación que requieren estas instalaciones, y de las medidas que se toman para limitar los perjuicios al medioambiente y esto, para rendimientos de producción relativamente bajos.

30 Las esponjas de espumas de poliuretano se obtienen mediante procedimientos de fabricación netamente menos complicados, que se basan en una reacción de condensación entre un poliol y un poliisocianato en fase acuosa, pero tienen el inconveniente de tener un carácter relativamente hidrófobo que se traduce en propiedades de mojabilidad, retención de agua y de secado muy insuficientes y que, a pesar de los numerosos tratamientos que se han propuesto en la técnica anterior para convertir las espumas de poliuretano en más hidrófilas.

35 Por otra parte, se ha propuesto en el documento US-A-4,559,243, realizar estructuras esponjosas que se presentan en forma de hojas de varios mm de espesor, depositando una espuma compuesta por una mezcla de un látex y de fibras hidrófilas del tipo de fibras de celulosa, de viscosa o incluso de poli(alcohol vinílico) en un soporte tal como un tejido, una tela no tejida o una hoja de plástico, y a continuación sometiendo el conjunto a operaciones de calentamiento para obtener la coagulación de la espuma y su estabilización en una estructura de celdilla abierta por secado y reticulación. Aunque la fabricación de estas estructuras está desprovista, análogamente a la de las esponjas de espumas de poliuretano, de los inconvenientes de los procedimientos de fabricación de las esponjas vegetales, sigue resultando que estas estructuras tienen poca capacidad absorbente, lo que limita considerablemente su interés.

40 Se conoce, del documento WO99/09877, materias esponjosas que comprenden una mezcla de fibras de celulosa y al menos un elastómero que muestra una estructura alveolar formada por alvéolos cuyo tamaño está comprendido entre 0,01 y 10 mm, una densidad comprendida entre 0,03 y 0,1, una capacidad de absorción de agua al menos igual al 750 %, y una capacidad de retención de agua después de un escurrido manual inferior al 100 %. Estas materias esponjosas se preparan según un procedimiento que consiste en mezclar fibras de celulosa y un elastómero en forma de látex, incorporar en la mezcla un agente adecuado para conferir al producto una estructura alveolar (hielo, agente espumante), conformación de esta mezcla, y aplicar un tratamiento adecuado para garantizar la reticulación del producto. Aunque la capacidad de absorción de agua de estas esponjas se considera por lo general satisfactoria, por el contrario, su capacidad de secado podría mejorarse más.

45 Además, las esponjas obtenidas según este procedimiento, al igual que el resto de las esponjas de la técnica anterior, tienen para el usuario una sensación áspera al tacto. Esta sensación desagradable es un inconveniente generalmente reconocido de las esponjas celulósicas. Aunque se admite, a falta de solución más satisfactoria, para las esponjas y otros productos de uso doméstico, se convierte en un obstáculo para el desarrollo de nuevas aplicaciones para los productos de estructura porosa de tipo celulósico.

60 Algunos productos comercializados se han diseñado para resolver este problema de sensación áspera al tacto: se trata de estructuras esponjosas que se presentan en forma de hojas de materiales tejidos o no tejidos de varios mm de espesor, en los que se han impreso microperforaciones mediante una punta aplicada perpendicularmente al

plano de la hoja. Tales productos se describen, por ejemplo, en la solicitud de patente US2005/0276956A1. Sin embargo, estos productos, aunque tienen un tacto agradable, tienen una capacidad de absorción muy limitada y baja capacidad de secado. Además, el procedimiento de microperforación solamente se aplica a estructuras de poco espesor, y no permite conseguir una estructura alveolar tridimensional.

Por tanto, el solicitante se ha fijado como objetivo suministrar materiales alveolares, basados en fibra de polímero hidrófilo, especialmente a base de celulosa, que muestran un tacto suave y agradable para el usuario, que se puedan producir con cualquier forma y especialmente como artículos de cualquier espesor. También ha investigado la obtención de productos que presenten todas las calidades necesarias para uso doméstico y, especialmente, una capacidad de absorber un gran volumen de agua y retener el agua así absorbida durante todo el tiempo en que no se desee eliminarlo de forma activa, una capacidad para liberar, sin embargo, esta agua bajo el efecto de un escurrido manual, una capacidad de secado elevada, y cuya fabricación sea sencilla de implementar, que no requiera inversiones industriales importantes, que no utilice ni productos corrosivos, ni productos tóxicos, esté desprovista de problemas ambientales y que se caracterice por rendimientos de producción económicamente interesantes.

Este objeto se consigue, de acuerdo con la presente invención, mediante un material alveolar que comprenden una mezcla de fibras de polímero hidrófilo, especialmente de celulosa y de al menos un elastómero, caracterizada por que presenta una estructura alveolar formada por alvéolos cuyo tamaño está comprendido entre 0,2  $\mu\text{m}$  y 10 mm, al menos el 1 % de los alvéolos, en volumen con respecto al volumen alveolar total, tienen un tamaño comprendido entre 0,2  $\mu\text{m}$  y 10  $\mu\text{m}$ .

Ventajosamente, el material de la invención responde a al menos una, y preferentemente a varias, de las siguientes características:

Está provisto de una densidad comprendida entre 0,01 y 0,1, preferentemente entre 0,02 y 0,06.

Tiene una capacidad de absorción de agua al menos igual al 800 %.

Tiene una capacidad de retención de agua tras un escurrido manual inferior al 100 %.

En el sentido de la presente invención, se entiende por "capacidad de absorción de agua", la relación expresada como porcentaje entre la masa de agua que puede absorber el material alveolar cuando está completamente sumergida en un volumen de agua y la masa seca de este material alveolar, y por "capacidad de retención de agua tras escurrido manual", la relación, también expresada en porcentaje, entre la masa de agua retenida en el material alveolar una vez que este se ha escurrido manualmente y la masa seca de dicho material alveolar.

Las fibras de polímero hidrófilo son preferentemente fibras de celulosa, pero también se pueden seleccionar entre fibras de derivados de celulosa, como por ejemplo acetato de celulosa, hidroxipropilmetil celulosa, viscosa, u otros polímeros naturales o sintéticos en la forma de fibras como polisacáridos, poli(metacrilato de metileno). Las fibras de celulosa de utilidad de acuerdo con la invención son todas las fibras de celulosa natural como fibras celulósicas de madera o fibras de industria papelera (fibras resinosas o de planifolios, blanqueadas o no), fibras de algodón, lino, cáñamo, yute, sisal o también fibras regeneradas de trapos.

Pueden ser fibras largas (es decir fibras que midan más de 1 cm de longitud), fibras cortas (de longitud inferior a 3 mm) o fibras de longitud intermedia (entre 3 mm y 1 cm de longitud) o también descomponerse a partir de una mezcla de fibras de diferentes longitudes. De este modo, por ejemplo, se han obtenido excelentes resultados utilizando tanto fibras celulósicas largas, preparadas por recorte de hojas de borra de algodón en trozos de varios cm de lado, solas o asociadas con fibras celulósicas cortas tales como las comercializado con el nombre ARBOCELL<sup>®</sup> por la empresa RETTENMAIER & SOHNE y que miden aproximadamente 900  $\mu\text{m}$  de longitud, o bien fibras celulósicas de longitud intermedia, igualmente preparadas por recorte de hojas de borra de algodón, pero en trozos de longitud notablemente comprendida entre 8 mm y 1 cm.

Por otra parte, independientemente de su longitud, las fibras de polímeros hidrófilos, especialmente las fibras celulósicas de utilidad en la invención se pueden haber sometido ventajosamente con anterioridad a un tratamiento destinado a favorecer su enmarañado en el seno del elastómero y, por ello, su adhesión con respecto a este elastómero. Un tratamiento de ese tipo puede consistir, por ejemplo, en una fibrilación, es decir, una molturación mecánica que tiene por efecto liberar las fibrillas en la superficie de estas fibras, lo que les permite unirse unas a otras, o con una exposición a los ultravioletas que, mediante la inducción de sitios reactivos en la superficie de las fibras, permite una unión química de estas fibras. Como ejemplo de fibras celulósicas que han experimentado una fibrilación comercialmente disponibles, se pueden citar las fibras comercializadas con el nombre comercial LYOCELL<sup>®</sup> por la sociedad COURTAULDS CHEMICALS.

Dicho de otra manera, las fibras de los polímeros hidrófilos utilizados en la invención pueden ser una mezcla de fibras de diferentes tipos, diferentes longitudes, y todas estas fibras o solamente una parte de estas fibras pueden haberse sometido a tratamiento.

Preferentemente, la mezcla será una mezcla de fibras cortas y de fibras largas.

El elastómero de utilidad de acuerdo con la invención puede, en cuanto al mismo, seleccionarse entre muchos numerosos elastómeros, siempre que estos elastómeros sean compatibles con el polímero hidrófilo, y especialmente la celulosa, y no tengan, por tanto, un carácter hidrófobo marcado.

De este modo, el elastómero se seleccionará ventajosamente entre los cauchos de polibutadieno, copolímeros de butadieno - estireno, copolímeros de butadieno - acrilonitrilo, cauchos de nitrilo, cauchos de nitrilo - butadieno (NBR), copolímeros y terpolímeros de etileno y de propileno, copolímeros en secuencia de estireno-butadieno o de estireno-isopreno, copolímeros en secuencia de estireno-etileno-butileno-estireno, elastómeros termoplásticos derivados de poliolefinas (tales como SANTOPRENE<sup>®</sup> de la empresa AES o VEGAPRENE<sup>®</sup> de la empresa HUTCHINSON), los copolímeros de octeno y de etileno (tales como los comercializados por la empresa DU PONT DOW con el nombre comercial ENGAGE<sup>®</sup>), los copolímeros de etilacrilato y otros acrilatos como los terpolímeros de acrilato, de etileno y de ácido acrílico (tales como los comercializados por las empresas DU PONT DE NEMOURS y EXXON, respectivamente con las referencias VAMAC<sup>®</sup> y ATX<sup>®</sup> 325) o los terpolímeros de acrilato, de acrilonitrilo y de estireno (como SUNIGUM<sup>®</sup> de la empresa GOODYEAR), policloroprenos, polietilenos clorados, y sus mezclas.

Por otra parte, en lo que respecta a los elastómeros poliolefinicos anteriormente mencionados y, especialmente, los cauchos de polibutadieno, butadieno-estireno y butadieno-acrilonitrilo, el uso de los derivados carboxilados de estos elastómeros que ha considerado especialmente ventajosa por su capacidad para formar, mediante enlaces iónicos entre las funciones carboxilo en presencia de metales divalentes o trivalentes tales como cinc, calcio o aluminio, una red que contribuye a transmitir al material alveolar de la invención una cohesión satisfactoria.

De acuerdo con la invención, el material alveolar puede comprender, además de las fibras de polímero hidrófilo (en particular de fibras de celulosa), fibras sintéticas adecuadas para tener un papel de refuerzo en el elastómero y que permiten bien de aumentar adicionalmente la cohesión de este material alveolar y, por ello, su resistencia mecánica cuando esta es necesaria, o bien reducir la cantidad de elastómero necesaria para obtener una cohesión adecuada y rebajar de esta forma el precio natural de dicho material.

Como ejemplo de fibras sintéticas que pueden ser adecuadas, se pueden citar las fibras de poliamida, fibras de poliéster, fibras de polietileno, fibras de polipropileno, fibras de poliacrilonitrilo y fibras de poli(alcohol vinílico), entendiéndose que, independientemente de las características químicas de las fibras seleccionadas, se utilizarán preferentemente fibras que tengan a la vez una tenacidad suficiente para que puedan mantener su papel de fibras de refuerzo y lo suficientemente ligeras para evitar que rigidicen el material alveolar finalmente obtenido. En cualquier caso, cuando dichas fibras de refuerzo están presentes en el material alveolar, representan ventajosamente como máximo un 20 % y, preferentemente, entre 5 y 15 % en masa de la masa total de las fibras presentes en este material.

El material alveolar de acuerdo con la invención puede, análogamente, de manera ventajosa, comprender uno o varios polímeros adecuados para servir como agentes de interfase entre las fibras de polímero hidrófilo, especialmente las fibras celulósicas (y, opcionalmente, las fibras sintéticas) y el elastómero, y para favorecer de esta forma su adhesión mutua. Para ello, este polímero o polímeros tendrán, preferentemente, propiedades más hidrófilas que las del elastómero.

Como ejemplo de polímeros que se pueden utilizar, se pueden citar los alcoholes polivinílicos (ELVANOL<sup>®</sup> de la empresa DU PONT DE NEMOURS, GOHSENOL<sup>®</sup> de la empresa NIPPON GOSHEI, ...), las resinas melamina-formaldehído (CYREZ 963 E de la empresa CYTEC, RESIMENE s 3521 de la empresa MONSANTO, ...), las colas vinílicas o las colas de madera o también los poliuretanos. Cuando dichos polímeros están presentes en el material alveolar, pueden representar hasta 35 partes en masa por 100 partes en masa del elastómero.

El material alveolar puede comprender, además, uno o varios adyuvantes adecuadamente seleccionados, dependiendo de las propiedades que se desean transmitir, entre los adyuvantes utilizados habitualmente en la industria de los polímeros. De esta forma, puede contener cargas claras del tipo sílices, carbonatos, arcillas, tizas o caolines, plastificantes, colorantes o pigmentos, estabilizantes tales como antioxidantes, agentes antiultravioleta, antiozonantes, fungicidas, bactericidas, perfumes microencapsulados, así como agentes de aplicación adecuados para facilitar su fabricación tales como agentes espesantes, agentes tensioactivos, agentes de coagulación del látex o también agentes de reticulación, como se pondrá de manifiesto a continuación.

De acuerdo con una primera disposición preferida del material alveolar de acuerdo con la invención, la relación entre la masa total de fibras (fibras hidrófilas, especialmente fibras de celulosa y, opcionalmente, fibras sintéticas) y la masa de elastómero presentes en este material está comprendida entre 2 y 0,2 y, preferentemente, entre 1,5 y 0,3.

El material alveolar puede presentar alvéolos que tienen todos el mismo tamaño o prácticamente el mismo tamaño. Sin embargo, se prefiere que el tamaño de estos alvéolos sea heterogéneo y se reparta según una amplia distribución de manera que forme una red tridimensional de microcavidades y macrocavidades dentro del material alveolar, adecuado para favorecer la capacidad de absorción de agua de este material, así como su capacidad de

retención de agua antes del escurrido (de forma que esta agua no gotee por efecto de la gravedad), y para transmitirle, además, la ligereza necesaria para que su escurrido sea sencillo. Con respecto a los materiales planos microperforados, la existencia de esta red tridimensional de alvéolos permite obtener capacidades mucho mejores de secado y retención de agua.

5 De acuerdo con la presente invención, el material alveolar presenta una estructura formada por alvéolos cuyo tamaño está comprendido entre 0,2  $\mu\text{m}$  y 10  $\mu\text{m}$ , al menos el 1 % de los alvéolos, en volumen con respecto al volumen alveolar total, con un tamaño comprendido entre 0,2  $\mu\text{m}$  y 10  $\mu\text{m}$ .

10 Previamente, para aumentar adicionalmente su capacidad de absorción de agua, el material alveolar de la invención está provisto como mínimo en un 10 %, en volumen con respecto al volumen alveolar total, de alvéolos que tienen un tamaño comprendido entre 10  $\mu\text{m}$  y 50  $\mu\text{m}$ .

15 Con respecto a los materiales alveolares de la técnica anterior, el material de la invención tiene la particularidad de estar provisto de alvéolos de muy pequeño tamaño que le proporcionan una capacidad de retención de agua mejorada y de un tacto más agradable, especialmente más suave. Con respecto a los materiales planos microperforados, que tienen también un tacto agradable, los materiales alveolares de la invención tienen la ventaja de poderse fabricar con formatos y dimensiones muy variadas.

20 De este modo, es la presencia simultánea de alvéolos de muy pequeño tamaño y de alvéolos de tamaños mayores que le proporcionan sus cualidades al material alveolar de la invención.

25 Ventajosamente, material alveolar de acuerdo con la invención presenta una densidad comprendida entre 0,03 y 0,05 y una capacidad de absorción de agua comprendida entre 1000 y 1600 %. Preferentemente, presenta una tasa de escurrido inferior al 90 %. Ventajosamente, presenta una capacidad de secado mayor o igual al 65 %, ventajosamente mayor o igual al 70 %.

30 La capacidad de secado de un material se define por la cantidad de agua que absorbe tras el secado de una superficie mojada.

De acuerdo con otra disposición ventajosa más del material alveolar de acuerdo con la invención, presenta, además, una resistencia a la tracción al menos igual a 0,1 MPa.

35 De este modo, el material alveolar de acuerdo con la invención presenta numerosas ventajas: además de tener un elevado poder absorbente, puede retener el agua así absorbida durante todo el tiempo en que no se desee eliminarla de forma activa, pero liberándola bajo el efecto de un escurrido manual. Presenta, por otra parte, una capacidad de secado elevada. Tiene, además, una ligereza que facilita su manipulación, así como una resiliencia que le permite recuperar su forma inicial después de cada escurrido. Presenta, además, propiedades mecánicas y, especialmente, una resistencia al esfuerzo muy satisfactoria. Para terminar, ensayos de análisis sensorial han mostrado la superioridad del material alveolar de la invención en lo que respecta a suavidad al tacto.

40 El material alveolar de acuerdo con la invención, por este motivo, está especialmente bien adaptado a ser un componente de esponjas y, especialmente, de esponjas destinadas a la higiene personal o a la limpieza de superficies. Para ello, tiene un espesor comprendido, preferentemente, entre 1 y 15 cm, de forma especialmente preferida, entre 1,5 y 10 cm y de forma aún más preferida, entre 2 y 5 cm para facilitar el agarre con la mano de estas esponjas.

45 El material alveolar también se puede utilizar en la fabricación de esponjas planas, con un espesor comprendido generalmente de 1 mm a 5 mm. En estos casos, el procedimiento de fabricación del material alveolar se adapta para que el tamaño máximo de los alveolos sea preferentemente inferior o igual a 0,5 mm. Las esponjas planas fabricadas a partir del material alveolar de la invención tienen una suavidad comparable o mejor con respecto a la de las esponjas microperforadas de material tejido o no tejido de la técnica anterior, además, sus capacidades de absorción y de secado son muy superiores.

50 Las calidades al tacto de este material alveolar también permiten prever su uso en la fabricación de productos destinados a un contacto corporal, como por ejemplo, los productos de cuidado o de higiene corporal o de vestido. Entre los productos destinados a la higiene corporal, se pueden citar las esponjas destinadas al baño, en sustitución de las esponjas naturales; las esponjas de tratamiento o para desmaquillado, que se pueden comercializar en forma seca o preimpregnadas de un producto de tratamiento o de desmaquillado; los pañales para bebés y los artículos de higiene femenina; los apósitos; los artículos destinados a la absorción del sudor, especialmente para uso de deportistas, como las bandas, toallas de mano... Entre los productos para vestido, se pueden citar los trajes de espuma destinadas especialmente a la práctica de deportes náuticos.

55 Dependiendo de los aditivos que se incorporan a los materiales alveolares de la invención, se pueden prever aplicaciones de estos en otros campos técnicos, como por ejemplo en el ámbito de la impresión o de la construcción.

Análogamente, la presente invención tiene por objeto un procedimiento de fabricación de un material alveolar tal como se ha definido anteriormente, que se caracteriza por que comprende:

- 5 a) preparación de una dispersión acuosa, denominada A<sub>1</sub>, de fibras de al menos un polímero hidrófilo preferentemente de celulosa,
- b) preparación de una composición, denominada B<sub>1</sub>, de al menos un elastómero en la forma de un látex,
- c) adición de un agente de coagulación del látex a la dispersión A<sub>1</sub>,
- d) mezcla de la dispersión A<sub>1</sub> obtenida en la etapa c) y de la composición B<sub>1</sub>,
- e) eliminación del exceso de agente de coagulación;
- 10 f) opcionalmente, preparación de una dispersión acuosa, denominada A<sub>2</sub>, de fibras de al menos un polímero hidrófilo, siendo la dispersión A<sub>2</sub> idéntica o diferente de la dispersión acuosa A<sub>1</sub>, e incorporación de esta dispersión acuosa A<sub>2</sub> a la mezcla obtenida al finalizar la etapa e),
- g) preparación de una composición, denominada B<sub>2</sub>, de al menos un elastómero en la forma de un látex, siendo la composición B<sub>2</sub> idéntica o diferente de la composición B<sub>1</sub>, e incorporación de esta composición B<sub>2</sub> a la mezcla
- 15 obtenida en la etapa e) o en la etapa f), si se aplica una etapa f),
- h) aplicación de un tratamiento adecuado para transmitir una estructura alveolar a la mezcla obtenida en la etapa g);
- i) conformación de la mezcla obtenida en la etapa h),
- 20 j) aplicación al producto obtenido en la etapa i) de un tratamiento adecuado para garantizar la coagulación y la reticulación de dicho producto, y
- k) secado del producto obtenido en la etapa j).

De este modo, en una primera realización del procedimiento de la invención, el procedimiento no incluye la etapa 25 opcional f) y la composición B<sub>2</sub> es idéntica a la composición B<sub>1</sub>.

En una segunda realización del procedimiento de la invención, el procedimiento no incluye la etapa opcional f), pero la composición B<sub>2</sub> es diferente de la composición B<sub>1</sub>.

En una tercera realización preferida del procedimiento de la invención, el procedimiento incluye la etapa opcional f) y la dispersión A<sub>1</sub> es una dispersión de fibras largas, la dispersión A<sub>2</sub> es una dispersión de fibras cortas y la 30 composición B<sub>2</sub> es idéntica a la composición B<sub>1</sub>.

En una cuarta realización del procedimiento de la invención, el procedimiento comprende la etapa opcional f), la dispersión A<sub>1</sub> es una dispersión diferente de la dispersión A<sub>2</sub>, y la composición B<sub>2</sub> es diferente de la composición B<sub>1</sub>. 35

Pero, en un quinto realización del procedimiento de la invención, el procedimiento incluye la etapa opcional f), y la dispersión A<sub>1</sub> es idéntica a la dispersión A<sub>2</sub>, las dos comprenden una mezcla de fibras cortas, y de fibras largas y 40 opcionalmente de fibras intermedias y la composición B<sub>2</sub> es idéntica a la composición B<sub>1</sub>.

En una sexta realización del procedimiento de la invención, el procedimiento comprende la etapa opcional f), la dispersión A<sub>1</sub> es idéntica a la dispersión A<sub>2</sub>, y la composición B<sub>2</sub> es diferente de la composición B<sub>1</sub>.

La dispersión A<sub>1</sub>, como opcionalmente la dispersión A<sub>2</sub>, puede incluir una mezcla de fibras de diferentes naturalezas, de diferentes longitudes, siendo lo fundamental que una parte al menos de estas fibras se trata con un agente de 45 coagulación de látex y mezclada con una composición de látex para coagulación.

En todos los casos, la dispersión de las fibras de polímero hidrófilo, y especialmente de celulosa, en la fase acuosa se puede llevar a cabo introduciendo las fibras en un mezclador previamente lleno de un volumen de agua convenientemente seleccionado y con una agitación mecánica adecuada (que, de forma general, será tanto más 50 intensa cuanto más largas sean las fibras de celulosa), y manteniendo esta agitación hasta la obtención de una pasta homogénea. Independientemente del tipo de mezclador (turbodispersor, mezclador orbital, agitador provisto de una paleta de desfloculación, ...) en el que se lleva a cabo esta dispersión, es ventajoso que este mezclador esté provisto de un sistema que permita evitar o, en todo caso, limitar el recalentamiento de la dispersión, como por 55 ejemplo, un sistema de refrigeración de las paredes.

Conviene destacar que, en el caso en que se desee que el material alveolar de la invención contenga, además de las fibras de polímero hidrófilo, fibras sintéticas, es claramente posible, de acuerdo con la primera realización preferida, añadir estas fibras sintéticas a las fibras de polímero hidrófilo, por ejemplo, dispersándolas conjuntamente con estas últimas en la fase acuosa. 60

Análogamente, si se desea utilizar uno o varios polímeros adecuados para servir como agentes de interfase entre las fibras y el elastómero y/o varios adyuvantes, estos se pueden incorporar bien en la dispersión de fibras de polímero hidrófilo, bien en el látex, o también en su mezcla como se ha obtenido en la etapa d) y/o en la etapa f).

En la realización del procedimiento de la invención, el agente de coagulación del látex es un ácido. En el caso de la etapa c) la adición de un agente de coagulación del látex a la dispersión A<sub>1</sub> es una acidificación de la dispersión A<sub>1</sub>, 65

hasta la obtención de un pH comprendido entre 1 y 4.

Este ácido puede ser una solución acuosa de un ácido débil, tanto orgánico como inorgánico. Se pueden citar, por ejemplo, el ácido acético, ácido fórmico, ácido oxálico, ácido succínico, ácido maleico, ácido fumárico, ácido cítrico, ácido ascórbico. De acuerdo con una variante de la invención, la etapa c) se puede llevar a cabo simultáneamente con la etapa a) dispersando las fibras de polímero hidrófilo a la vez que se procede a la acidificación.

En esta realización del procedimiento de la invención, la etapa e) de eliminación del exceso de agente de coagulación es ahora una etapa de neutralización de la mezcla obtenida en la etapa d).

Pero la coagulación del látex se puede obtener de forma conocida en la técnica según otros métodos, entre ellos, el método de coagulación por electrolito.

En este método de coagulación por electrolito, la composición de látex a coagular se introduce en una solución de electrolito, por lo general una solución de cloruro de calcio o de nitrato de calcio, a continuación se retira y se lava para eliminar las sales.

Se puede prever una coagulación térmica del látex sobre las fibras previamente calentadas.

En la realización preferida de la invención, en la que la coagulación del látex se obtiene mediante acidificación, la etapa de eliminación de sales mediante lavado se evita y se sustituye por una mera neutralización.

El látex de elastómero contiene, además del propio elastómero, y de forma conocida, los tensioactivos adecuados, catiónicos o aniónicos, para estabilizar el elastómero, uno o varios agentes plastificantes.

De este modo, la incorporación de la composición B<sub>1</sub> de látex se lleva a cabo por mezclado en las mismas condiciones que se han descrito anteriormente para la dispersión de las fibras de polímero hidrófilo. Cuando la dispersión acuosa de las fibras que contienen el agente de coagulación del látex se mezcla con la composición B<sub>1</sub> del látex de elastómero, esta mezcla induce la coagulación del látex.

A continuación, el látex coagulado se debe reticular. Bien el látex es autorreticulante, en cuyo caso, la presencia de un agente de reticulación no es necesaria, bien el látex no es autorreticulante y es necesario el agente de reticulación. Los agentes de reticulación del látex son bien conocidos del experto en la técnica e incluyen compuestos de azufre, peróxidos, etc.

El agente de reticulación, cuando es necesario, se añade al látex en proporciones comprendidas, preferentemente, entre 0,05 y 0,5 partes en masa por 100 partes de masa seca del elastómero presente en este látex

Con respecto a los procedimientos de la técnica anterior, el procedimiento de la invención se distingue especialmente en que la coagulación de una parte del látex se inicia antes de la formulación de la estructura alveolar, lo que permite obtener un reparto bimodal o trimodal de los tamaños de los alvéolos, es decir, por una parte alvéolos de tamaño muy pequeño y, por otra parte, alvéolos de tamaño mayor.

Preferentemente, la composición B<sub>1</sub> representa de 10 al 80 % en peso con respecto al peso total del látex introducido (composición B<sub>1</sub> + composición B<sub>2</sub>). En consecuencia, la composición B<sub>2</sub> representa de 20 al 90 % en peso con respecto al peso total del látex introducido.

En la realización preferida del procedimiento de la invención, en la que el agente de coagulación obtenido en la etapa c) es un ácido, la eliminación del exceso de ácido se lleva a cabo por tratamiento de la mezcla mediante una solución acuosa básica, tal como, por ejemplo, una solución acuosa de sosa, que se añade hasta la obtención de un pH neutro.

La incorporación de la composición B<sub>2</sub> de látex se lleva a cabo por mezclado en las mismas condiciones que se han descrito anteriormente para la dispersión de las fibras de polímero hidrófilo.

El tratamiento adecuado para conferir una estructura alveolar al material puede consistir en la inyección de un gas que, cuando se introduce en la mezcla de fibras de polímero hidrófilo/látex/látex coagulado, va a generar dentro de esta mezcla una miríada de burbujas y transformarla en una espuma, o mediante batido. A continuación, la espuma se solidifica, lo que garantiza un mantenimiento de las burbujas que encierra. De esta forma, se obtiene una estructura alveolar, que está interconectada, y que se caracteriza ventajosamente por una distribución del tamaño de los alvéolos que incluye elementos alveolares de aproximadamente un micrómetro.

De manera preferida, el gas es aire, y se introduce en la mezcla de dispersión de fibras de polímero hidrófilo/látex/látex coagulado sometiendo dicha mezcla durante algunos minutos a una agitación mecánica intensa, ventajosamente comprendida entre 800 y 1200 rpm, y esto, por ejemplo, en un turbodispersador que, aquí igualmente, puede estar provisto de un sistema destinado a evitar o, en todo caso, limitar el recalentamiento de la

mezcla tal como un sistema de refrigeración de las paredes. Es también posible utilizar un gas diferente al aire, como por ejemplo, un gas inerte, para realizar esta operación de espumación.

5 Puesto que el valor de la velocidad a la que se lleva a cabo la agitación mecánica de la mezcla de dispersión de fibras de celulosa/látex/látex coagulado, y la duración de dicha agitación, regulan la densidad y el tamaño de los alvéolos del material alveolar obtenido finalmente -es decir, que estos serán más débiles si la agitación ha sido muy intensa y prolongada-, la velocidad y la duración de dicha agitación se seleccionarán, por tanto, ventajosamente, dependiendo de las propiedades que se desean transmitir al material alveolar de la invención.

10 Según la invención, el producto de estructura alveolar obtenido al finalizar la etapa h) se conforma dependiendo del uso final previsto. La conformación puede incluir una etapa de extrusión, por ejemplo, en forma de banda, o una etapa de moldeo.

15 Por ejemplo, de acuerdo con una variante del procedimiento de la invención, siendo el elastómero un elastómero reticulable, la conformación de la mezcla de fibras de celulosa/elastómero/elastómero coagulado se lleva a cabo mediante extrusión a una temperatura comprendida entre 60 y 80°C, a continuación, el producto extruido se calienta a una temperatura comprendida entre 120 y 180°C, directamente a la salida de la extrusora, por ejemplo, por paso por un túnel de microondas o por un tubo de vapor, para conseguir su expansión y su reticulación.

20 De acuerdo con otra variante de este procedimiento, siendo el elastómero un elastómero termoplástico, la conformación de la mezcla de fibras de celulosa/elastómero/elastómero coagulado se lleva a cabo mediante extrusión a una temperatura comprendida entre 140 y 180°C y la expansión del producto extruido se lleva a cabo espontáneamente a la salida de la boquilla.

25 De acuerdo con otra variante más de este procedimiento, siendo el elastómero un elastómero reticulable, la conformación de la mezcla de fibras de celulosa/elastómero/elastómero coagulado se lleva a cabo mediante un calandrado seguido por moldeo por compresión, que se realiza a una temperatura comprendida entre 120 y 150°C y permite una reticulación parcial del producto moldeado. Tras el desmoldado, este producto se calienta a una temperatura comprendida entre 150 y 200°C, por ejemplo, mediante una estufa o un autoclave de aire caliente, para obtener su expansión y conseguir su reticulación.

30 De acuerdo con otra variante más del procedimiento de la invención, que se aplica igualmente bien en el caso en que el elastómero es un elastómero reticulable que en el de que sea termoplástico, la conformación de la mezcla de fibras de celulosa/elastómero se lleva a cabo mediante rellenado parcial de un molde por inyección o transferencia, y posterior expansión de dicha mezcla y, opcionalmente, su reticulación simultánea en el molde para obtener el rellenado total de este último. Cuando el elastómero es un elastómero reticulable, el molde previamente se calienta, por ejemplo, a una temperatura comprendida entre 150 y 200°C.

35 La solidificación de la espuma, es decir, la coagulación y la reticulación del látex, se obtiene por un aumento en la temperatura de la espuma -es decir, en la práctica de calentamiento de este último.

40 Ventajosamente, la coagulación y la reticulación del látex se lleva a cabo poniendo el producto en forma de espuma a una temperatura al menos igual a 25°C y, preferentemente superior a 35°C, por ejemplo, en un túnel de microondas o de infrarrojos, un tubo de vapor, un autoclave de vapor vivo o de aire caliente, una estufa de aire ventilado o de aire caliente, un horno de alta frecuencia, y manteniendo dicha espuma a esta temperatura un tiempo suficiente para obtener la gelificación, es decir, en la práctica, una duración comprendida entre 1 y 5 horas dependiendo del espesor de la espuma y del tipo de látex, entre otros, y de la reticulación completa del látex.

45 De acuerdo con la invención, la coagulación y la reticulación del látex va seguida de una operación de calentamiento del producto obtenido destinado a secar y completar, si es necesario, la reticulación del látex. Esta operación de calentamiento se lleva a cabo sometiendo dicho producto, preferentemente, a una temperatura comprendida entre 100 y 200°C -utilizando aquí análogamente un dispositivo de calentamiento de tipo túnel de microondas o de infrarrojos, tubo de vapor, autoclave de vapor vivo o de aire caliente, estufa de aire ventilado o de aire caliente, horno de alta frecuencia o sucesivamente varios de estos dispositivos- y manteniéndolo a esta temperatura durante un periodo de tiempo comprendido entre 1 y 5 horas según el caso.

50 En la práctica, es posible e incluso ventajoso llevar a cabo la coagulación, la reticulación y el secado del producto en una sola etapa, y en un solo dispositivo de calentamiento, introduciendo directamente el producto en forma de espuma en este dispositivo precalentado a la temperatura seleccionada para el secado y la reticulación, realizándose entonces la coagulación durante el aumento de la temperatura de la espuma.

55 De acuerdo con el procedimiento de la invención, este comprende, además, la incorporación a la dispersión de fibras de celulosa, látex o su mezcla, según el caso:

60 - de un agente tensioactivo destinado a favorecer la transformación de la mezcla de dispersión de fibras de celulosa/látex, en una espuma; como ejemplos de agentes tensioactivos que han resultado ser especialmente



bien adecuados para la realización del procedimiento de acuerdo con la invención, se pueden citar los sulfosuccinatos tales como los comercializados por la empresa CYTEC con el nombre comercial de AEROSOL®; cuando se utiliza un agente tensioactivo de este tipo, preferentemente, se añade al látex en la etapa b), antes de que este último se mezcle con la dispersión de fibras de polímero hidrófilo y esto, en proporciones comprendidas entre 2 y 6 partes en masa por 100 partes de masa seca del elastómero presente en este látex;

- de un agente destinado a estabilizar la espuma, una vez está formada; un agente de ese tipo, especialmente, puede ser un agente espesante como un éter o un éster de celulosa (hidroxietilcelulosa, hidroxipropilmetilcelulosa, ...); por otra parte, este agente se incorpora ventajosamente en la dispersión de fibras de polímero hidrófilo, especialmente de celulosa, en proporciones comprendidas entre 0,5 y 4 partes en masa de la masa seca del elastómero presente en este látex.

Como ejemplo, se han obtenido resultados excelentes preparando, de acuerdo con el procedimiento de la invención, materiales alveolares que tienen una relación entre la masa seca de las fibras de polímero hidrófilo (preferentemente celulosa) y la masa seca de elastómero de aproximadamente 0,5, mezclando una dispersión de las fibras de celulosa que presentan una concentración de fibras comprendida entre 8 y 15 % con un látex que tiene un contenido en elastómero seco de aproximadamente un 55 % en proporciones que permiten obtener, teniendo en cuenta los adyuvantes añadidos (sistema de reticulación y, opcionalmente, cargas, agentes tensioactivos, agentes espesantes, agentes de coagulación, ...), una relación entre la masa de materia seca y la masa de agua presentes en dicha mezcla de aproximadamente 0,3.

Independientemente de la realización del procedimiento de acuerdo con la invención, este procedimiento comprende, desde el momento que requiere el uso de un elastómero reticulable, la incorporación de un sistema de reticulación convenientemente seleccionado dependiendo de dicho elastómero y que puede comprender, además del agente de reticulación propiamente dicho (azufre, peróxidos), promotores y aceleradores de la reticulación, durante la preparación de la mezcla de fibras de polímero hidrófilo/elastómero, especialmente las etapas a), b), d), o f).

Análogamente, este procedimiento comprende, desde el momento en que utiliza, como agente de interfase entre las fibras celulósicas (y, opcionalmente, las fibras sintéticas) y el elastómero, un polímero cuya reticulación requiere la presencia de un sistema de reticulación específico -lo que puede ser el caso, por ejemplo, del poli(alcohol vinílico)- la adición de un sistema de reticulación de ese tipo, que puede, aquí también, comprender, no solamente un agente de reticulación propiamente dicho, sino también promotores y aceleradores de la reticulación.

Por otra parte, independientemente de la realización del procedimiento de acuerdo con la invención, este comprende, además, el recorte del material alveolar obtenido a las dimensiones y formas (bloques, placas, hojas, ...) adecuadas para los usos a los que está destinado.

La invención tiene por objeto cualquier artículo que comprende un material alveolar de acuerdo con la presente invención.

En particular, la presente invención tiene por objeto esponjas, caracterizadas por que comprenden un material alveolar tal como se ha definido anteriormente.

Estas esponjas, que pueden estar destinadas tanto a la higiene personal como a la limpieza de las superficies, tienen un espesor comprendido, preferentemente, entre 1 y 15 cm, de forma especialmente preferida, entre 1,5 y 10 cm y de forma aún más preferida, entre 2 y 5 cm para facilitar el agarre con la mano. También puede tratarse de esponjas planas, con un espesor comprendido generalmente de 1 mm a 5 mm.

La presente invención tiene, además, por objeto artículos de limpieza tales como escobas y rasquetas para el mantenimiento de las superficies (suelos, paredes, espejos, vidrios, ...) que comprende un material alveolar de acuerdo con la invención.

La presente invención tiene también por objeto los artículos de higiene corporal que comprenden el material alveolar de acuerdo con la invención: las esponjas destinadas al baño; las esponjas de tratamiento o para desmaquillado; los pañales para bebés y los artículos de higiene femenina; los apósitos; los artículos destinados a la absorción del sudor.

La presente invención se comprenderá mejor con ayuda del complemento de descripción siguiente, y que se refiere a los ejemplos de realización de materias esponjosas de acuerdo con la invención y a la demostración de sus propiedades y a las figuras anexas, en las que:

- la figura 1 representa el movimiento rotatorio a efectuar para llevar a cabo el ensayo de medida de la capacidad de secado de la esponja obtenida en el ejemplo 1,
- la figura 2 representa los movimientos rectilíneos a efectuar para llevar a cabo el ensayo de medida de la capacidad de secado de la esponja obtenida en el ejemplo 1.

Es evidente, sin embargo, que estos ejemplos se proporcionan solamente como ilustraciones del objeto de la invención de la que en forma alguna constituyen una limitación.

**Ejemplo 1: Fabricación de una esponja de acuerdo con la invención**

5

Se prepara una esponja a partir de los componentes siguientes:

	Componente	Porcentaje de principio activo (1)	Masas a dosificar (gramos)
Mezcla de látex	Látex NBR	55	1047,6
	Disulfuro de tetrametiluram	50	23,0
	Dibenzilditiocarbamato de cinc	45	25,6
	2-Mercaptobenzotiazol de cinc	50	23,0
	TiO <sub>2</sub>	50	345,7
	Colorante amarillo	19	3,0
	Colorante rubio	11,9	24,2
	<b>TOTAL mezcla de látex</b>		<b>1492,2</b>
Mezcla de fibra	Borra de algodón	11,5	576,2
	Agua		4434,0
	Metilhidroxipropilcelulosa	100	40,3
	Hidroxietilcelulosa	100	17,3
	Ácido acético	100	144,0
	<b>TOTAL</b>		<b>6704,1</b>
Agente neutralizante	Hidróxido de sodio	50	195,9

(1) en peso con respecto al peso de agua en la materia prima

10 Modo de operación

Se prepara la mezcla de látex añadiendo los ingredientes siguiendo el orden de la fórmula.

Se homogeneiza la mezcla de látex.

15

Se divide la cantidad de la mezcla de látex preparada en dos: mezcla 1 y mezcla 2 y se deja cada una de ellas en agitación.

20

Se introduce borra de algodón, metil hidroxipropilcelulosa, hidroxietilcelulosa y agua en el mezclador (mezclador de paletas con una capacidad de 50 litros) para la disgregación de las fibras: duración 5 minutos a 1050 revoluciones/min. La proporción de estos dos agentes reológicos puede variar ampliamente para obtener un diámetro promedio de las celdillas más o menos grandes conservando al mismo tiempo el tacto suave del producto final.

25

Se vierte a continuación en el mezclador el ácido acético, y después se homogeneiza durante 30 segundos a 600 revoluciones/min.

Se vierte a continuación la mezcla 1, después se homogeneiza durante un periodo de 30 segundos a 600 revoluciones/min.

30

Se añade a continuación el agente neutralizante y se homogeneiza durante 30 segundos a 300 revoluciones/min.

Se vierte a continuación la mezcla 2, después se homogeneiza durante 30 segundos a 600 revoluciones/min.

35

Se recoge el material obtenido y se introduce en la tolva del equipo de espumación continua (bomba: caudal de 5 a 45 litros/hora, cabezal de mezclado: capacidad de 0,3 litros con espolones cuadrados de 150x5 mm) para espumar el material.

5 Se introduce el material espumado en los moldes.

Se secan los moldes a 140°C, a continuación se vulcanizan a 160°C.

Se desmolda y se recortan trozos del tamaño de una esponja.

10

### **Ejemplo 2: Medidas de las propiedades de los materiales alveolares de la invención:**

Las propiedades de los materiales alveolares de acuerdo con la invención se evaluaron mediante la determinación de:

15

- su densidad,
- su capacidad de absorción de agua,
- su capacidad de retención de agua tras escurrido manual,
- su resistencia a la tracción,
- 20 - su poder de secado, y
- el tamaño de los alvéolos.

### **Métodos de las medidas utilizadas**

25

- 1) La densidad se determinó estableciendo la relación (d) entre la masa volumétrica de estos materiales esponjosos y la masa volumétrica del agua.
- 2) La capacidad de absorción de agua se determinó pesando el material esponjoso cuando está bien seco y después de su inmersión en un volumen de agua, y calculando la relación (A) según la fórmula:

$$A = \frac{\text{masa después de la inmersión en agua} - \text{masa seca}}{\text{masa seca}}$$

30

mientras que la capacidad de retención de agua tras escurrido manual se determinó pesando estos mismos materiales alveolares tras un escurrido manual intenso, y calculando la relación (R) según la fórmula:

$$R = \frac{\text{masa después de la inmersión en agua} - \text{masa después del escurrido manual}}{\text{masa seca}}$$

35

3) La resistencia a la tracción, por su parte, se determinó sometiendo probetas de tracción que medían entre 5 y 6 cm de longitud, 2,5 y 3,5 cm de anchura y entre 1,5 y 2,5 cm de espesor y preparadas por recorte de los materiales alveolares a ensayar, a tracción mediante un dinamómetro electrónico regulado a 300 mm/mn hasta la obtención de la rotura.

40

4) La capacidad de secado se evaluó mediante la existencia o no de trazas de agua sobre una superficie previamente mojada tras el secado de esta superficie con dichos materiales alveolares, de acuerdo con el método siguiente:

### **Procedimiento del ensayo de secado:**

Medida de la capacidad de secado de las esponjas:

I. Principio:

50

La Capacidad de secado (C) de una esponja se cuantifica por la medida de la cantidad de agua absorbida por la esponja, tras el secado de una superficie mojada.

II Material:

55

- Agua a 20 ± 2°C,
- Una balanza de precisión (con precisión del mg),
- Una esponja de forma paralelepípedica de dimensiones 100 mm x 100 mm x 20 mm,
- Un matraz de plástico (volumen = 51),

- Un espejo de formato 54 cm x 39 cm,
  - Una micropipeta de 5 ml,
  - Agua destilada,
  - Un estropajo hidrófobo de forma paralelepípedica de dimensiones 100 mm x 100 mm x 5 mm,
  - 5 - Una lavadora de ropa,
  - Un cronómetro,
  - Acetona,
  - Papel absorbente.
- 10 III Modo de operación:
- Lavas la esponja a analizar con la lavadora de ropa con el programa siguiente:
  - > Lavado (duración: 30 min, temperatura del agua: 10°C)
  - > Vaciado (sin pausa antes del vaciado, duración del vaciado: 20 s),
  - 15 - > Escurrido (duración: 20 s, velocidad final: 200 vueltas/min)
  - Al finalizar el programa, si al presionar la esponja, aparece espuma, volver a lavar la esponja con el mismo programa. Repetir esta operación hasta la desaparición de la espuma.
  - Sumergir la esponja en un recipiente con agua y presionar la esponja para rellenarla de agua.
  - Escurrir la esponja con la lavadora de ropa con el programa siguiente:
  - 20 - > duración del escurrido: 2 min, velocidad final del escurrido; 1000 vueltas/min.
  - Durante el tiempo de escurrido, desgrasar el espejo con papel secante impregnado con acetona;
  - Retirar la esponja de la lavadora de ropa y colocarla verticalmente sobre una superficie seca;
  - Dejar abierta la puerta de la lavadora de ropa grande.
  - Tarar el estropajo.
  - 25 - Verter, a lo largo del espejo, 3 ml de agua destilada mediante la micropipeta (es decir, 3 g de agua).
  - Repartir esta agua uniformemente mediante el estropajo.
  - Sacudir el estropajo bajo el espejo para eliminar las gotas posiblemente retenidas.
  - Pesar el estropajo. Sea M su masa en g. Esta masa se resta de los 3 gramos de agua vertidos sobre el espejo para conocer la masa de agua depositada sobre la superficie. Sea M1 esta masa en g.
  - 30 - Activar el cronómetro;
  - Secar el espejo con la esponja previamente tarada. El gesto debe ser, en primer lugar, un movimiento rotativo para pasar solamente una vez por el recorrido (duración: 10 s). A continuación, un movimiento simple de ida (con el mismo lado de la esponja inclinado aproximadamente 45°), de forma que se pase solamente una vez por el recorrido (duración: 8 s).
  - 35 - Detener el cronómetro (la duración indicada debe ser de  $18s \pm 1s$ ).
  - Pesar la esponja. Sea M2 la masa en g (no esperar la estabilización de la balanza para tomar el valor ya que el agua se evapora rápidamente de la esponja).
  - Secar el espejo con papel absorbente.
  - Desgrasar el espejo con papel secante impregnado con acetona.
  - 40 - La capacidad de secado de la esponja se expresa en % como:  $C = 100 \times M2/M1$ .
  - Repetir las operaciones de secado escurriendo la esponja con la lavadora de ropa con el programa anteriormente descrito, para obtener, finalmente, tres valores de C.
  - Hacer el promedio de los tres valores de C.
  - La Capacidad de secado de la esponja es igual a la media calculada  $\pm 5 \%$  aproximadamente.
  - 45
- 5) El tamaño de los alvéolos se deduce de las imágenes del microscopio electrónico de barrido (MEB) tomadas a 4 escalas diferentes. Se mide el diámetro d de los alvéolos en las cuatro series de imágenes.

**Ejemplo 3: Resultados de las mediciones de las propiedades de la esponja obtenida en el ejemplo 1.**

- 50 Se obtiene una densidad de aproximadamente 0,04 (para el producto final). Esta densidad se obtiene después de la regulación de los parámetros del equipo de espumación tales como la velocidad de la bomba, la velocidad del cabezal y de la inyección de aire. Cuanto menor sea la densidad del producto, más suave es el tacto.
- 55 El esfuerzo máximo a la rotura es de aproximadamente 0,1 MPa (en el sentido de la longitud y de la anchura) para los productos obtenidos.
- La absorción de agua es de aproximadamente 1300 %.
- 60 La capacidad de secado es de aproximadamente un 75 %.
- La mojabilidad es de 4 segundos.
- La tasa de escurrido es de aproximadamente un 85 %.
- 65

La distribución del tamaño de los alvéolos es la siguiente:

	d > 1000 $\mu\text{m}$ :	77 %
5	1000 $\mu\text{m}$ > d > 100 $\mu\text{m}$ :	17 %
	100 $\mu\text{m}$ > d > 10 $\mu\text{m}$ :	4 %
	10 $\mu\text{m}$ > d > 0,2 $\mu\text{m}$ :	2 %

10 Como comparación, una esponja realizada según el procedimiento descrito en el documento WO99/09877, ensayada en las mismas condiciones, tiene una capacidad de secado de aproximadamente un 65 %.

## REIVINDICACIONES

1. Procedimiento de preparación de un material alveolar que comprende una mezcla de fibras de polímero hidrófilo y de al menos un elastómero, **caracterizado por que** comprende:

- a) la preparación de una dispersión acuosa, denominada A<sub>1</sub>, de fibras de al menos un polímero hidrófilo, preferentemente de celulosa,
- b) la preparación de una composición, denominada B<sub>1</sub>, de al menos un elastómero en forma de un látex,
- c) la adición de un agente de coagulación del látex a la dispersión A<sub>1</sub>, pudiéndose realizar esta etapa c) simultáneamente junto con la etapa a),
- d) la mezcla de la dispersión A<sub>1</sub> obtenida en la etapa c) y de la composición B<sub>1</sub>; induciendo dicha mezcla la coagulación del látex,
- e) la eliminación del exceso de agente de coagulación introducido en la etapa c);
- f) opcionalmente, la preparación de una dispersión acuosa, denominada A<sub>2</sub>, de fibras de al menos un polímero hidrófilo, siendo la dispersión A<sub>2</sub> idéntica o diferente de la dispersión acuosa A<sub>1</sub>, y la incorporación de esta dispersión acuosa A<sub>2</sub> a la mezcla obtenida al finalizar la etapa e),
- g) la preparación de una composición, denominada B<sub>2</sub>, de al menos un elastómero en la forma de un látex, siendo la composición B<sub>2</sub> idéntica o diferente de la composición B<sub>1</sub>, y la incorporación de esta composición B<sub>2</sub> a la mezcla obtenida en la etapa e) o en la etapa f), si se aplica una etapa f),
- h) la inyección de un gas en la mezcla -dispersión de fibras de al menos un polímero hidrófilo/látex/látex coagulado- obtenido en la etapa g) o el batido de dicha mezcla, para conferir a dicha mezcla una estructura alveolar,
- i) la conformación, especialmente por extrusión o moldeo, de la mezcla obtenida en la etapa h),
- j) el calentamiento del producto obtenido en la etapa i) para la coagulación y la reticulación de dicho producto, y
- k) el secado del producto obtenido en la etapa j), pudiéndose realizar las etapas j) y k) en una sola etapa y en un solo dispositivo de calentamiento.

2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado por que** dichas fibras de al menos un polímero hidrófilo se han sometido a una fibrilación o se han expuesto a radiación ultravioleta.

3. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, **caracterizado por que** en la etapa c), el agente de coagulación es un ácido que se añade a la dispersión A<sub>1</sub> en una cantidad que permite obtener un pH entre 1 y 4, y **por que** la etapa e) es una etapa de neutralización de la mezcla obtenida al finalizar la etapa d).

4. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado por que** B<sub>1</sub> representa de 10 al 80 % en peso con respecto al peso total de látex introducido, y B<sub>2</sub> representa de 20 al 90 %, en peso con respecto al peso total del látex introducido.

5. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado por que** el gas inyectado en la etapa h), que consiste preferentemente en aire, se introduce en la mezcla de dispersión de las fibras de al menos un polímero hidrófilo/látex/látex coagulado sometiendo dicha mezcla durante algunos minutos a una agitación mecánica.

6. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, **caracterizado por que** la etapa j) se lleva a cabo introduciendo el producto obtenido en la etapa h) a una temperatura al menos igual a 25°C en un túnel de microondas o de infrarrojos, un tubo de vapor, un autoclave de vapor vivo o de aire caliente, una estufa de aire ventilado o de aire caliente, un horno de alta frecuencia, y manteniendo allí el producto durante un periodo comprendido entre 1 y 5 horas.

7. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, **caracterizado por que**, en la etapa k), el producto se somete a una operación de calentamiento sometiendo a dicho producto a una temperatura comprendida entre 100 y 200°C utilizando un dispositivo de calentamiento de tipo túnel de microondas o de infrarrojos, tubo de vapor, autoclave de vapor vivo o de aire caliente, estufa de aire ventilado o de aire caliente, horno de alta frecuencia o sucesivamente varios de estos dispositivos y manteniéndolo a esta temperatura durante un periodo de tiempo comprendido entre 1 y 5 horas.

8. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, **caracterizado por que** comprende la incorporación a la dispersión de fibras de celulosa, látex o su mezcla:

- de un agente tensioactivo destinado a favorecer la transformación de la mezcla de dispersión de fibras de celulosa/látex, en una espuma y, preferentemente, el agente tensioactivo se selecciona entre los sulfosuccinatos y se utiliza, en proporciones comprendidas entre 2 y 6 partes en masa por 100 partes de masa seca del elastómero presente en el látex;
- de un agente destinado a estabilizar la espuma, una vez está formada, y preferentemente, el agente destinado a estabilizar la espuma es un agente espesante tal como un éter o un éster de celulosa que se incorpora a la dispersión de fibras o de al menos un polímero hidrófilo de acuerdo con proporciones comprendidas entre 0,5 y 4

partes en masa de la masa seca del elastómero presente en el látex.

9. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, **caracterizado por que**:

- 5 - la relación entre la masa seca de las fibras de polímero hidrófilo y la masa seca de elastómero es de aproximadamente 0,5,  
 - la dispersión de fibras de celulosa muestra una concentración de fibras comprendida entre 8 y 15 %,  
 - el látex tiene un contenido en elastómero seco de aproximadamente un 55 %,
 10 - la relación entre la masa de materia seca y la masa de agua presentes en la mezcla es de aproximadamente 0,3.

10. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, **caracterizado por que** comprende la incorporación de un agente de reticulación durante la preparación de la mezcla de fibras de polímero hidrófilo/elastómero, especialmente en las etapas a), b), d), f) o g), y preferentemente el agente de reticulación se incorpora en proporciones comprendidas entre 0,05 y 0,5 partes por 100 partes del elastómero presente en el látex.

11. Material alveolar que comprende una mezcla de fibras de polímero hidrófilo y de al menos un elastómero, que se puede obtener mediante el procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, cuya estructura alveolar está formada por alvéolos cuyo tamaño está comprendido entre 0,2 µm y 10 mm, al menos el 1 % de los alvéolos, en volumen con respecto al volumen alveolar total, con un tamaño comprendido entre 0,2 µm y 10 µm.

12. Material alveolar de acuerdo con la reivindicación 11, en el que al menos el 10 % de los alvéolos, en volumen con respecto al volumen alveolar total, tienen un tamaño comprendido entre 10 µm y 50 µm.

13. Material alveolar de acuerdo con la reivindicación 11 o 12, **caracterizado por que** el polímero hidrófilo es celulosa.

14. Material alveolar de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 11 a 13, **caracterizado por que** presenta una o varias de las propiedades siguientes:

- una densidad comprendida entre 0,01 y 0,1, preferentemente entre 0,02 y 0,06, aún más preferentemente comprendida entre 0,03 y 0,05,  
 - una capacidad de absorción de agua al menos igual al 800 %, preferentemente comprendida entre 1000 y 1600 %,
 35 - una capacidad de retención de agua tras escurrido manual inferior al 100 %,  
 - una tasa de escurrido inferior al 90 %,  
 - una capacidad de secado mayor o igual al 65 %, - ventajosamente mayor o igual al 70 %,
 40 - una resistencia a la tracción al menos igual a 0,1 MPa.

15. Material alveolar de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 11 a 14, **caracterizado por que** el elastómero se selecciona entre los cauchos de polibutadieno, copolímeros de butadieno - estireno, copolímeros de butadieno - acrilonitrilo, cauchos de nitrilo, cauchos de nitrilo-butadieno, copolímeros y terpolímeros de etileno y de propileno, copolímeros en secuencia de estireno-butadieno, o de estireno-isopreno, copolímeros en secuencia de estireno-etileno-butileno-estireno, elastómeros termoplásticos derivados de poliolefinas, copolímeros de octeno y de etileno, copolímeros de etilacrilato, terpolímeros de acrilato, de etileno y de ácido acrílico, terpolímeros de acrilato, de acrilonitrilo y de estireno, policloroprenos, polietilenos clorados, y sus mezclas.

16. Material alveolar de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 11 a 15, **caracterizado por que** comprende fibras sintéticas seleccionadas entre: fibras de poliamida, fibras de poliéster, fibras de polietileno, fibra de polipropileno, fibras de poliacrilonitrilo y fibras de poli(alcohol vinílico).

17. Material alveolar de acuerdo con la reivindicación 16, **caracterizado por que** las fibras sintéticas representan como máximo un 20 % y, preferentemente, entre 5 y 15 % en masa, de la masa total de las fibras presentes.

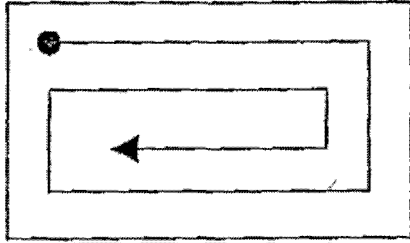
18. Material alveolar de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 11 a 17, **caracterizado por que** comprende hasta 35 partes en masa, por 100 partes en masa del elastómero, de uno o varios polímeros adecuados para servir como agentes de interfase entre las fibras y el elastómero y seleccionados entre los poli(alcoholes vinílicos), las resinas melamina-formaldehído, las colas vinílicas y los poliuretanos.

19. Material alveolar de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 11 a 18, **caracterizado por que** la relación entre la masa total de fibras y la masa de elastómero presentes en este material está comprendida entre 2 y 0,2 y, preferentemente, entre 1,5 y 0,3.

20. Artículo que comprende un material alveolar de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 11 a 19, que se selecciona entre: una esponja, un artículo de limpieza, un artículo de higiene corporal tal como: una esponja

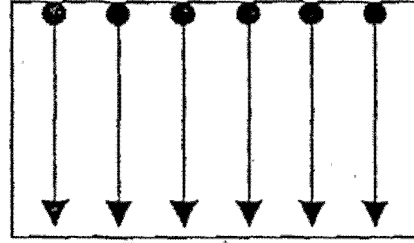
destinada al baño; una esponja de tratamiento o para desmaquillado; un pañal para bebés y un artículo de higiene femenina; un apósito; un artículo destinado a absorber el sudor.





Movimiento rotatorio

Figura 1



Movimientos rectilíneos

Figura 2