

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 741 150**

51 Int. Cl.:

|                   |           |
|-------------------|-----------|
| <b>D01F 6/06</b>  | (2006.01) |
| <b>D01F 6/30</b>  | (2006.01) |
| <b>D01F 8/06</b>  | (2006.01) |
| <b>B32B 5/02</b>  | (2006.01) |
| <b>B32B 27/32</b> | (2006.01) |
| <b>D04H 3/16</b>  | (2006.01) |

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **19.02.2009 PCT/EP2009/051948**

87 Fecha y número de publicación internacional: **27.08.2009 WO09103749**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **19.02.2009 E 09712446 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **22.05.2019 EP 2245221**

54 Título: **Fibras y no tejidos con propiedades mecánicas mejoradas**

30 Prioridad:

**19.02.2008 US 29628 P**  
**29.04.2008 EP 08155380**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**10.02.2020**

73 Titular/es:

**TOTAL RESEARCH & TECHNOLOGY FELUY**  
**(100.0%)**  
**Zone Industrielle C**  
**7181 Seneffe, BE**

72 Inventor/es:

**BIESER, JOHN;**  
**PAVY, GUILLAUME;**  
**HAUBRUGE, HUGUES;**  
**STANDAERT, ALAIN y**  
**WHEAT, RUSTY**

74 Agente/Representante:

**CARPINTERO LÓPEZ, Mario**

ES 2 741 150 T3

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

**DESCRIPCIÓN**

Fibras y no tejidos con propiedades mecánicas mejoradas

**Campo de la invención**

5 La presente invención se refiere a fibras, en particular a fibras de hilado por filamentos fusionados entre sí, que tienen propiedades mejoradas, en particular propiedades mecánicas mejoradas. En particular, la presente invención se refiere a fibras que comprenden un polipropileno de metaloceno que tiene una distribución más amplia de peso molecular. La presente invención se refiere además a no tejidos que comprenden tales fibras y a un procedimiento para producir tales fibras y no tejidos. Las fibras y los no tejidos de la presente invención se caracterizan por propiedades mejoradas, en particular, propiedades mecánicas mejoradas, en comparación con las fibras y no tejidos de la técnica anterior.

**El problema técnico y la técnica anterior**

La combinación de propiedades mecánicas y físicas junto con una buena procesabilidad ha hecho del polipropileno el material de elección para un gran número de aplicaciones de fibras y no tejidos, tal como para la industria de la construcción y agrícola, artículos sanitarios y médicos, alfombras, textiles.

15 Los polipropilenos pueden, por ejemplo, producirse por polimerización de propileno en presencia de un catalizador Ziegler-Natta, es decir, catalizadores de coordinación de metal transición, específicamente catalizadores que contienen haluro de titanio. Tales catalizadores en general también contienen donantes de electrones internos. Los denominados polipropilenos de Ziegler-Natta dan propiedades aceptables en fibras y no tejidos. Sin embargo, para algunas aplicaciones, tal como hilado por filamentos fusionados entre sí o soplado en fundido, requieren modificaciones adicionales, por ejemplo, por reducción de la viscosidad para reducir la distribución de peso molecular.

Más recientemente, se han vuelto disponibles polipropilenos producidos por sistemas catalíticos basados en metaloceno, denominados con frecuencia polipropilenos de metaloceno. Los polipropilenos de metaloceno, debido a su distribución de peso molecular intrínsecamente estrecha ( $M_w/M_n$ ) de aproximadamente 2, se pueden utilizar en, por ejemplo, hilado por filamentos fusionados entre sí sin modificaciones post-reactor adicionales y además dan propiedades mecánicas mejoradas en las fibras y no tejidos.

Por ejemplo, el documento US 5.726.103 desvela telas compuestas que comprenden una capa de no tejido soplado en fundido y una capa de no tejido de filamentos sellados, al menos una de estas capas está hecha de un polipropileno de metaloceno con  $M_w/M_n \leq 5$  y una tacticidad de propileno mayor que 90 por ciento de pentadas en mmmm. El polipropileno de metaloceno puede ser un copolímero que comprende propileno y de aproximadamente 0,2 % en moles a aproximadamente 6% en moles de al menos un comonomero seleccionado del grupo que consiste en 2 a 20 átomos de carbono. El punto de fusión de estos copolímeros de polipropileno está en el intervalo de 100°C a 145°C.

El documento EP-A-1 279 754 desvela fibras estiradas que comprenden un copolímero isotáctico de propileno y de 0,2% en moles a 10% en moles de al menos una alfa-olefina, dicho copolímero isotáctico se produce en presencia de un sistema catalítico basado en metaloceno. Las fibras se preparan mediante el estiramiento de una preforma unión en fundido a una velocidad de estiramiento menor que 2000 m/min y una relación de estiramiento de al menos 1,5. Las fibras se caracterizan además por una tenacidad de 3,5 g por denier o más.

Sin embargo, ninguno de los documentos de la técnica anterior tiene en cuenta el hecho de que la distribución del peso molecular del polipropileno de metaloceno influye en las propiedades y en particular las propiedades mecánicas de las fibras y no tejidos hilados producidos con tales polipropilenos de metaloceno.

40 Es por tanto un objeto de la presente invención proporcionar fibras y no tejidos que se caracterizan por propiedades mejoradas, en particular propiedades mecánicas.

Es un objeto adicional de la presente invención proporcionar fibras y no tejidos que se caracterizan por propiedades mejoradas, en particular, propiedades mecánicas, y buena procesabilidad.

**Breve descripción de la presente invención**

45 Los inventores han descubierto que al menos uno de los objetivos anteriores se puede cumplir cuando el polipropileno que se utiliza para hacer las fibras y no tejidos es un polipropileno de metaloceno que tiene una distribución de peso molecular que es más amplia que la de polipropileno de metaloceno convencional.

Por consiguiente, la presente invención proporciona fibras que comprenden un polipropileno de metaloceno, en las que el polipropileno de metaloceno tiene una distribución de peso molecular  $M_w/M_n$  de al menos 3,0, y el porcentaje de 2,1-insersiones como se especifica en la reivindicación 1.

La presente invención proporciona, además, no tejidos y artículos de higiene fabricados con tales fibras.

La presente invención también proporciona un procedimiento para la producción de un no tejido de filamentos fusionados que comprende las etapas de

- (a) proporcionar una mezcla que comprende un polipropileno de metaloceno,
- (b) alimentar la mezcla de la etapa (a) a un extrusor,
- 5 (c) posteriormente extruir en fundido la mezcla para obtener una corriente de polímero fundido,
- (d) extruir la corriente de polímero fundido de la etapa (c) a partir de una serie de capilares finos, normalmente circulares, de una hilera, obteniendo así filamentos de polímero fundido, y
- (e) posteriormente reducir rápidamente el diámetro de los filamentos obtenidos en la etapa anterior hasta un diámetro final,
- 10 en el que el polipropileno de metaloceno tiene una distribución de peso molecular  $M_w/M_n$  de al menos 3,0, y el porcentaje de 2,1-inserciones como se especifica en la reivindicación 9.

Además, se proporciona un procedimiento para la producción de fibras y filamentos de múltiples componentes, dicho procedimiento comprende las etapas de

- (a1) proporcionar una primera mezcla que comprende un polipropileno de metaloceno,
- 15 (a2) proporcionar al menos otra mezcla que comprende un polímero termoplástico,
- (b1) alimentar cada una de las mezclas de las etapas (a1) y (a2) a un extrusor separado,
- (c1) consecutivamente extruir en fundido las mezclas para obtener una corriente de polímero fundido para cada mezcla,
- 20 (d1) coextruir las corrientes de polímero fundido de la etapa (c1) a partir de una serie de capilares finos de una hilera, obteniendo así filamentos de múltiples componentes de polímero fundido, y
- (e) posteriormente reducir rápidamente el diámetro de los filamentos obtenidos en la etapa anterior hasta un diámetro final,

en el que el polipropileno de metaloceno tiene una distribución de peso molecular  $M_w/M_n$  de al menos 3,0, y el porcentaje de 2,1-inserciones como se especifica en la reivindicación 10.

- 25 La presente invención proporciona además un procedimiento para la producción de no tejidos y laminados que utilizan las fibras de la presente invención.

### Descripción detallada de la presente invención

Para los propósitos de la presente invención los términos "fibra" y "filamento" se pueden usar indistintamente.

- 30 Las fibras de polipropileno de la presente invención se producen mediante procedimientos bien conocidos por los expertos en la técnica. El polipropileno se funde en una extrusora, en general se pasa a través de una bomba de fusión para asegurar una velocidad de alimentación constante y luego se extruye a través de una serie de capilares finos de una hilera. Las fibras aún fundidas se enfrían simultáneamente por aire, se estiran a un diámetro final y se recogen.

Opcionalmente, las fibras así obtenidas se pueden someter a una etapa de estiramiento adicional. Estas, por ejemplo, se recogen en una bobinadora u otros medios de recogida adecuados.

- 35 Para los fines de la presente invención, sin embargo, se prefiere que las fibras estén hiladas, es decir, que no se lleve a cabo ninguna etapa de estiramiento adicional con las fibras.

- 40 Los no tejidos de la presente invención pueden producirse mediante cualquier procedimiento adecuado. Los procedimientos preferidos son el procedimiento de hilado por filamentos fusionados entre sí y el procedimiento de soplado en fundido. De estos, el procedimiento de hilado por filamentos fusionados entre sí es el más preferido. En el procedimiento de hilado por filamentos fusionados entre sí, así como el procedimiento de soplado en fundido, las fibras extruidas se estiran sólo en el estado fundido. Para los fines de la presente invención, las fibras comprendidas en un no tejido de filamentos fusionados o un no tejido soplado en fundido por lo tanto pueden considerarse fibras de hilado por filamentos fusionados entre sí.

- 45 En el procedimiento de hilado por filamentos fusionados entre sí se funde polipropileno en una extrusora, en primer se pasa en primer lugar a través de una bomba de fusión para asegurar una velocidad de alimentación constante y luego se extruye a partir de una serie de capilares finos, normalmente circulares, de una hilera, obteniendo de este modo filamentos. La formación de filamentos se puede hacer mediante el uso de una sola hilera con un gran número de orificios, generalmente varios miles, o mediante el uso de varias hileras más pequeñas con un número

correspondientemente inferior de orificios por hilera. Después de salir de la hilera, los filamentos aún fundidos se inactivan mediante una corriente de aire. Después, el diámetro de los filamentos se reduce rápidamente por un flujo de aire a alta velocidad. Las velocidades del aire en esta etapa de reducción pueden oscilar hasta varios miles de metros por minuto.

- 5 Independientemente del procedimiento utilizado para la producción de las fibras o no tejidos, la extrusión en fundido se realiza preferentemente a una temperatura de fusión en el intervalo de 230°C a 260°C.

Después del estiramiento de los filamentos se recogen sobre un soporte, por ejemplo, una tela metálica de conformación o una cinta de conformación porosa, formando así primero una banda no unida, que se pasa luego a través de rodillos de compactación y, finalmente, a través de una etapa de unión. La unión de la tela puede conseguirse por termoadhesión, hidroenmarañado, punzonado por agujas, o unión química.

En el procedimiento de soplado en fundido el polipropileno se funde en una extrusora, en general en primer lugar se pasa a través de una bomba de fusión para asegurar una velocidad de alimentación constante y luego a través de los capilares de una matriz de soplado en fundido especial. Por lo general, las matrices sopladas en fundido tienen una sola línea de capilares usualmente circulares a través de los cuales pasa el polímero fundido. Después de salir de la matriz, los filamentos aún fundidos se ponen en contacto con aire caliente a alta velocidad, que estira rápidamente las fibras y, en combinación con el aire fresco, solidifica los filamentos. A continuación, el no tejido se forma mediante el depósito de los filamentos directamente sobre una tela metálica de conformación o una cinta de conformación porosa.

Las fibras de la presente invención pueden ser fibras de múltiples componentes. Preferentemente, son fibras de dos componentes. Las fibras de dos componentes o múltiples componentes son conocidas en muchas configuraciones diferentes, tal como, por ejemplo, configuraciones de lado a lado, vaina-núcleo, islas en el mar, tarta o a rayas. Las fibras de dos componentes o múltiples componentes pueden estar formadas por la coextrusión de al menos dos componentes diferentes en una fibra o filamento. Esto se realiza mediante la alimentación de los diferentes componentes a un número correspondiente de las extrusoras y la combinación de las diferentes masas fundidas en una sola fibra o filamento. La fibra o filamento resultante tiene al menos dos fases poliméricas esencialmente continuas diferentes. Tales fibras, su producción, así como su formación de un no tejido, son bien conocidas para los expertos en la técnica y se describen por ejemplo en F. Fourné, Synthetische Fasern, Carl Hanser Verlag, 1995, capítulo 5.2 o en B.C. Goswami et al., Textile Yarns, John Wiley & Sons, 1977, p. 371 - 376.

Los materiales compuestos pueden formarse a partir de dos o más no tejidos, de los cuales al menos uno está fabricado de acuerdo con la presente invención. En particular, los materiales compuestos comprenden una capa de no tejido de filamentos fusionados(S) de acuerdo con la presente invención o una capa de no tejido soplado en fundido (M) de acuerdo con la presente invención. Los materiales compuestos de acuerdo con la presente invención pueden ser, por ejemplo, SS, SSS, SMS, SMMSS o cualquier otra combinación de capas de no tejidos de hilado por filamentos fusionados entre sí o soplados en fundido.

Una primer no tejido o material compuesto, dicho primer no tejido o material compuesto de acuerdo con la presente invención, y una película se pueden combinar para formar un laminado. La película es preferentemente una película de poliolefina. El laminado se forma al unir la primera tela no tejida o material compuesto y la película y laminarlos el uno al otro, por ejemplo, pasándolos a través de un par de rodillos de laminación. Los laminados pueden incluir además un segundo no tejido o material compuesto, que puede estar, pero no necesariamente, de acuerdo con la presente invención, en la cara de la película opuesta a la de la primera tela no tejida o material compuesto. En una realización preferida, la película del laminado es una película de poliolefina respirable, que resulta en un laminado con propiedades respirables.

Para la presente invención es esencial que el polipropileno sea un polipropileno de metaloceno, es decir, que se produzca por un sistema catalítico basado en metaloceno. La polimerización de propileno y uno o más comonómeros se realiza con uno o más sistemas catalíticos a base de metaloceno que comprende uno o más metalocenos, un soporte y un agente de activación. Tales sistemas catalíticos están disponibles comercialmente y por lo tanto son conocidos por los expertos en la técnica.

Además, es esencial que el polipropileno de metaloceno utilizado en la presente invención tenga una distribución de peso molecular (MWD), caracterizada por la relación  $M_w/M_n$ , es decir, la relación de peso molecular promedio en peso  $M_w$  sobre el peso molecular promedio en número  $M_n$ , de al menos 3,0, preferentemente de al menos 3,5 y lo más preferentemente de al menos 4,0. Preferentemente la distribución de peso molecular,  $M_w/M_n$ , es como máximo 7,0, preferentemente como máximo 6,5 y lo más preferentemente como máximo 6,0. Los pesos moleculares se pueden determinar por cromatografía de exclusión por tamaño (SEC) tal como se describe en los ejemplos.

El polipropileno de metaloceno utilizado en la presente invención puede ser un homopolímero o un copolímero de propileno y uno o más comonómeros. En el caso de un copolímero, los comonómeros son preferentemente etileno o una alfa-olefina  $C_4 - C_{10}$ , tal como buteno-1, penteno-1, hexeno-1, octeno-1, 4-metilpenteno-1. Los comonómeros preferidos son etileno y buteno-1, siendo etileno el más preferido. Preferentemente, el contenido de comonómero está en el intervalo de 0,1% en peso a 5,0% en peso, preferentemente en el intervalo de 0,2% en peso a 4,5% en peso y

más preferentemente en el intervalo de 0,5% en peso a 4,0% en peso, con respecto a la cantidad total de polipropileno de metaloceno.

El componente de metaloceno utilizado para preparar el polipropileno de metaloceno puede ser cualquier metaloceno puenteado conocido en la técnica. Preferentemente es un metaloceno representado por la siguiente fórmula general.



en la que

el puente R<sup>1</sup> es - (CR<sup>10</sup>R<sup>11</sup>)<sub>p</sub>- o- (SiR<sup>10</sup>R<sup>11</sup>)<sub>p</sub>- con p = 1 o 2, preferentemente es (SiR<sup>10</sup>R<sup>11</sup>) -;

M es un metal seleccionado de Ti, Zr y Hf, preferentemente es Zr;

10 X<sup>1</sup> y X<sup>2</sup> se seleccionan independientemente del grupo que consiste en halógeno, hidrógeno, alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>10</sub>, arilo C<sub>6</sub>-C<sub>15</sub>, alquilarilo con alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>10</sub> y arilo C<sub>6</sub>-C<sub>15</sub>;

R<sup>2</sup>, R<sup>3</sup>, R<sup>4</sup>, R<sup>5</sup>, R<sup>6</sup>, R<sup>7</sup>, R<sup>8</sup>, R<sup>9</sup>, R<sup>10</sup> y R<sup>11</sup> se seleccionan cada uno independientemente del grupo que consiste en hidrógeno, alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>10</sub>, cicloalquilo C<sub>5</sub>-C<sub>7</sub>, arilo C<sub>6</sub>-C<sub>15</sub>, alquilarilo con alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>10</sub> y arilo C<sub>6</sub>-C<sub>15</sub>, o dos cualesquiera R contiguos pueden formar un anillo C<sub>4</sub>-C<sub>10</sub> cíclico saturado o no saturado; cada R<sup>2</sup>, R<sup>3</sup>, R<sup>4</sup>, R<sup>5</sup>, R<sup>6</sup>, R<sup>7</sup>, R<sup>8</sup>, R<sup>9</sup>, R<sup>10</sup> y R<sup>11</sup> a su vez puede estar sustituido de la misma manera.

15 Los componentes de metaloceno preferidos están representados por la fórmula general (I), en la que el puente R<sup>1</sup> es SiR<sup>10</sup>R<sup>11</sup>;

M es Zr;

X<sup>1</sup> y X<sup>2</sup> se seleccionan independientemente del grupo que consiste en halógeno, hidrógeno y alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>10</sub>; y

20 (C<sub>5</sub>R<sup>2</sup>R<sup>3</sup>R<sup>4</sup>R<sup>5</sup>) y C<sub>5</sub>R<sup>6</sup>R<sup>7</sup>R<sup>8</sup>R<sup>9</sup>) son indenilo de la fórmula general C<sub>9</sub>R<sup>12</sup>R<sup>13</sup>R<sup>14</sup>R<sup>15</sup>R<sup>16</sup>R<sup>17</sup>R<sup>18</sup>R<sup>19</sup>, en la que R<sup>12</sup>, R<sup>13</sup>, R<sup>14</sup>, R<sup>15</sup>, R<sup>16</sup>, R<sup>17</sup>, R<sup>18</sup> y R<sup>19</sup> se seleccionan cada uno independientemente del grupo que consiste en hidrógeno, alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>10</sub>, cicloalquilo C<sub>5</sub>-C<sub>7</sub>, arilo C<sub>6</sub>-C<sub>15</sub>, y alquilarilo con alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>10</sub> y arilo C<sub>6</sub>-C<sub>15</sub>, o dos cualesquiera R contiguos pueden formar un anillo C<sub>4</sub>-C<sub>10</sub> cíclico saturado o no saturado;

R<sup>10</sup> y R<sup>11</sup> se seleccionan cada uno independientemente del grupo que consiste en alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>10</sub>, cicloalquilo C<sub>5</sub>-C<sub>7</sub>, y arilo C<sub>6</sub>-C<sub>15</sub>, o R<sup>10</sup> y R<sup>11</sup> pueden formar un anillo C<sub>4</sub>-C<sub>10</sub> cíclico saturado o no saturado; y

25 cada R<sup>10</sup>, R<sup>11</sup>, R<sup>12</sup>, R<sup>13</sup>, R<sup>14</sup>, R<sup>15</sup>, R<sup>16</sup>, R<sup>17</sup>, R<sup>18</sup> y R<sup>19</sup> a su vez puede estar sustituido de la misma manera.

Los metalocenos particularmente adecuados son aquellos que tienen simetría C<sub>2</sub>.

Los ejemplos de metalocenos particularmente adecuados son:

dicloruro de dimetilsilandiil-bis(ciclopentadienil)circonio,

dicloruro de dimetilsilandiil-bis(2-metil-ciclopentadienil)circonio,

30 dicloruro de dimetilsilandiil-bis(3-metil-ciclopentadienil)circonio,

dicloruro de dimetilsilandiil-bis(3-terc-butil-ciclopentadienil)circonio,

dicloruro de dimetilsilandiil-bis(3-terc-butil-5-metil-ciclopentadienil)circonio,

dicloruro de dimetilsilandiil-bis(2,4-dimetil-ciclopentadienil)circonio,

dicloruro de dimetilsilandiil-bis(indenil)circonio,

35 dicloruro de dimetilsilandiil-bis(2-metil-indenil)circonio,

dicloruro de dimetilsilandiil-bis(3-metil-indenil)circonio,

dicloruro de dimetilsilandiil-bis(3-terc-butil-indenil)circonio,

dicloruro de dimetilsilandiil-bis(4,7-dimetil-indenil)circonio,

dicloruro de dimetilsilandiil-bis(tetrahidroindenil)circonio,

40 dicloruro de dimetilsilandiil-bis(bencindenil)circonio,

dicloruro de dimetilsilandiil-bis(3,3'-2-metil-bencindenil)circonio,

dicloruro de dimetilsilandil-bis(4-fenil-indenil)circonio,

dicloruro de etilen-bis(indenil)circonio,

dicloruro de etilen-bis(tetrahidroindenil)circonio,

dicloruro de isopropiliden-(3-terc-butil-5-metil-ciclopentadienil)(fluorenil)circonio.

- 5 El metaloceno puede estar soportado de acuerdo con cualquier procedimiento conocido en la técnica. En el caso de que esté soportado, el soporte utilizado en la presente invención puede ser cualquier sólido orgánico o inorgánico, particularmente soportes porosos tal como talco, óxidos inorgánicos, y material de soporte resinoso tal como poliolefina. Preferentemente, el material de soporte es un óxido inorgánico en su forma finamente dividida.

10 La polimerización de propileno y uno o más comonómeros en presencia de un sistema catalítico basado en metaloceno puede llevarse a cabo de acuerdo con técnicas conocidas en uno o más reactores de polimerización. El polipropileno de metaloceno utilizado en la presente invención se produce preferentemente por polimerización en propileno líquido a temperaturas en el intervalo de 20°C a 100°C. Preferentemente, las temperaturas están en el intervalo de 60°C a 80°C. La presión puede ser atmosférica o superior. Preferentemente está entre 25 y 50 bar. El peso molecular de las cadenas de polímero, y, en consecuencia, el flujo de fusión del polipropileno de metaloceno, está regulado por la  
15 adición de hidrógeno al medio de polimerización.

Si bien polipropileno de metaloceno en general tiene una distribución de peso molecular  $M_w/M_n$  de aproximadamente 2, el polipropileno de metaloceno utilizado en la presente invención se caracteriza por una distribución más amplia de peso molecular como se indica anteriormente. Una distribución más amplia de peso molecular de este tipo puede producirse por la elección de un metaloceno como componente del sistema catalítico, a condición de que dicho  
20 metaloceno sea uno que produce naturalmente polipropileno con una mayor distribución de peso molecular. Los metalocenos adecuados pueden, por ejemplo, hallarse en L. Resconi et al., Chem. Rev., 2000, 100, (4), pp 1253-1346. Alternativamente, es posible utilizar una mezcla de dos metalocenos, cada uno caracterizado por tener una respuesta diferente a hidrógeno, por lo tanto, bajo las mismas condiciones de polimerización que producen polipropilenos de diferente peso molecular, lo que resulta en una distribución más amplia de peso molecular para el  
25 polipropileno global resultante. Además, y este es el procedimiento preferido, es posible producir un polipropileno de metaloceno tal que tenga una distribución de peso molecular más amplia por polimerización consecutiva de propileno y uno o más comonómeros opcionales en dos o más reactores de polimerización conectados en serie, cada uno con una concentración de hidrógeno diferente, a fin de producir polipropilenos de peso molecular diferentes en cada reactor, lo que resulta en una distribución más amplia de peso molecular para el polipropileno global producido en un  
30 sistema de reactores de polimerización conectados en serie. Si bien es evidente para los expertos en la técnica que pueden utilizarse dos, tres, cuatro o incluso cinco reactores de polimerización, se prefiere usar dos o tres reactores de polimerización, siendo dos la cantidad más preferida.

El polipropileno de metaloceno utilizado en la presente invención se caracteriza por un índice de flujo de fusión en el intervalo de 1 a 2000 dg/min (medido de acuerdo con ISO 1133, condición L, a 230°C bajo 2,16 kg). Cuando se utiliza  
35 para hilado de fibras del flujo de fusión del polipropileno de metaloceno está en el intervalo desde 5 dg/min a 40 dg/min. Cuando se utiliza en el procedimiento de hilado por filamentos fusionados entre sí el flujo de fusión del polipropileno de metaloceno es de al menos 10 dg/min, preferentemente al menos 12, 14, 16, 18 o 20 dg/min. Cuando se utiliza en el procedimiento de hilado por filamentos fusionados entre sí el flujo de fusión del polipropileno de metaloceno es como máximo 300 dg/min, preferentemente como máximo 200 dg/min, más preferentemente como máximo 150  
40 dg/min, incluso más preferentemente como máximo 100 de dg/min y lo más preferentemente como máximo 60 dg/min. Cuando se utiliza en el procedimiento de soplado en fundido el flujo en fundido del polipropileno de metaloceno es de al menos 100 dg/min, preferentemente al menos 150 dg/min, más preferentemente al menos 200 dg/min, incluso más preferentemente al menos 250 dg/min y lo más preferentemente al menos 300 dg/min. Cuando se utiliza en el procedimiento de soplado en fundido el flujo de fusión del polipropileno de metaloceno es como máximo 2000 dg/min,  
45 preferentemente como máximo 1800 dg/min, más preferentemente como máximo 1.600 dg/min, y más preferentemente como máximo 1400 dg/min.

Preferentemente, el polipropileno de metaloceno utilizado en la presente invención se caracteriza por una alta isotacticidad, para la que el contenido de pentadas en mmmm es una medida. El contenido de pentadas en mmmm es de al menos 90%, preferentemente al menos 95%, 96% o 97%. La isotacticidad se determina por análisis  $^{13}\text{C}$ -RMN como se describe en los ejemplos.  
50

Preferentemente, el polipropileno de metaloceno utilizado en la presente invención se caracteriza por una temperatura de fusión de al menos 135°C. Más preferentemente, se caracteriza por una temperatura de fusión de al menos 140°C, incluso más preferentemente de al menos 145°C y lo más preferentemente de al menos 147°C. La determinación de las temperaturas de fusión es bien conocida por los expertos en la técnica. Generalmente, con el fin de borrar la  
55 historia térmica de las muestras, primero se calientan a una temperatura por encima de la temperatura de fusión, por ejemplo, a 200°C, y se mantienen allí durante un tiempo determinado, por ejemplo, durante 3 minutos. Después del enfriamiento, las muestras se recalientan para la medición de la temperatura de fusión. Para la determinación de la temperatura de fusión y la velocidad de calentamiento y enfriamiento es de 20°C/min.

Además, es esencial para la presente invención que el polipropileno de metaloceno tenga el porcentaje de 2,1-inserciones en relación con el número total de moléculas de propileno en la cadena de polímero de al menos 0,5%, más preferentemente de al menos 0,6% y lo más preferentemente de al menos 0,7%. El polipropileno de metaloceno de la presente invención tiene el porcentaje de 2,1-inserciones en relación con el número total de moléculas de propileno en la cadena de polímero de como máximo 1,2%, más preferentemente como máximo 1,1%, y lo más preferentemente como máximo 1,0%. Se presenta en los ejemplos una descripción detallada sobre la forma de determinar el porcentaje de 2,1-inserciones.

Preferentemente, el polipropileno de metaloceno utilizado en la presente invención comprende un agente de nucleación. Para los fines de la presente invención se define un agente de nucleación tal como un compuesto químico que eleva la temperatura de cristalización del polipropileno de metaloceno.

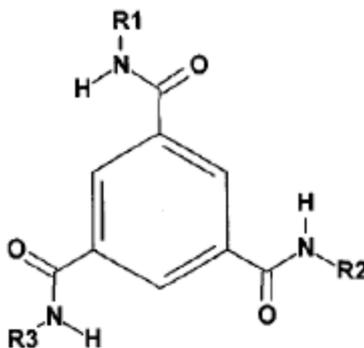
Los agentes de nucleación adecuados para uso en la presente invención se pueden seleccionar de cualquiera de los agentes de nucleación conocidos por los expertos en la técnica. Sin embargo, se prefiere que el agente de nucleación se seleccione del grupo que consiste en talco, sales de carboxilato, acetales de sorbitol, sales de ésteres de fosfato, tricarbamidias de benceno sustituidas y agentes de nucleación poliméricos, así como sus mezclas.

Los ejemplos de sales de carboxilato son sales de ácidos organocarboxílicos. Son ejemplos particulares benzoato de sodio y benzoato de litio. Las sales de ácido organocarboxílicos también pueden ser sales de ácidos organocarboxílicos alicíclicos, preferentemente sales de ácido organocarboxílico bicíclico y más preferentemente una sal de ácido biciclo[2.2.1]heptano dicarboxílico. Un agente de nucleación de este tipo se comercializa como HYPERFORM® HPN-68 por Milliken Chemical.

Son ejemplos de acetales de sorbitol dibenciliden sorbitol (DBS), bis(p-metil-dibenciliden sorbitol) (MDBS), bis bis(p-etil-dibenciliden sorbitol) y bis(3,4-dimetil-dibenciliden sorbitol) (DMDBS). Se prefiere Bis(3,4-dimetil-dibenciliden sorbitol) (DMDBS). Por ejemplo, pueden obtenerse de Milliken Chemical bajo los nombres comerciales de Millad 3905, Millad 3940 y Millad 3988.

Los ejemplos de sales de éster de fosfato son las sales de fosfato de 2,2'-metilen-bis-(4,6-di-terc-butilfenil)fosfato. Tales sales de éster de fosfato están, por ejemplo, disponibles como NA-11 o NA-21 de Asahi Denka.

Los ejemplos de tricarbamidias sustituidas son los de la fórmula general (I)



en la que R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup> y R<sup>3</sup>, independientemente uno de otro, se seleccionan de alquilos C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub>, cicloalquilos C<sub>5</sub>-C<sub>12</sub>, o fenilo, cada uno de los cuales puede a su vez estar sustituido con alquilos C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub>, cicloalquilos C<sub>5</sub>-C<sub>12</sub>, fenilo, hidroxilo, alquilamino C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub> o alquiloxi C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub>, etc. Los ejemplos de alquilos C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub> son metilo, etilo, n-propilo, n-butilo, iso-butilo, terc-butilo, n-pentilo, iso-pentilo, 1,1-dimetilpropilo, 1,2-dimetilpropilo, 3-metilbutilo, hexilo, heptilo, octilo o 1,1,3,3-tetrametilbutilo. Los ejemplos de cicloalquilo C<sub>5</sub>-C<sub>12</sub> son ciclopentilo, ciclohexilo, ciclooctilo, ciclododecilo, adamantilo, 2-metilciclohexilo, 3-metilciclohexilo o 2,3-dimetilciclohexilo. Tales agentes de nucleación se desvelan en el documento WO 03/102069 y por Blomenhofer et al. en *Macromolecules* 2005, 38, 3688-3695.

Los ejemplos de agentes de nucleación poliméricos son agentes de nucleación poliméricos que contienen compuestos de vinilo, que se desvelan por ejemplo en el documento EP-A1-0152701 y EP-A2-0368577. Los agentes de nucleación poliméricos que contienen compuestos de vinilo pueden estar física o químicamente mezclados con el copolímero aleatorio de metaloceno de propileno y uno o más comonómeros. En la mezcla física el agente de nucleación polimérico que contiene compuestos de vinilo se mezcla con el copolímero aleatorio de metaloceno de propileno y uno o más comonómeros en un extrusor o en un mezclador. En la mezcla química el copolímero aleatorio de metaloceno de propileno y uno o más comonómeros que comprenden el agente de nucleación polimérico que contiene compuestos de vinilo se produce en un procedimiento de polimerización que tiene al menos dos etapas, en una de las cuales se produce el agente de nucleación polimérico que contiene compuestos de vinilo. Los compuestos de vinilo preferidos son vinil cicloalcanos o vinil cicloalquenos que tienen al menos 6 átomos de carbono, tal como, por ejemplo, vinil ciclopentano, vinil-3-metil ciclopentano, vinil ciclohexano, vinil-2-metil ciclohexano, vinil-3-metil ciclohexano, vinil

norbornano, vinil ciclopenteno, vinil ciclohexeno, vinil-2-metil ciclohexeno. Los compuestos de vinilo más preferidos son vinil ciclopentano, vinil ciclohexano, vinil ciclopenteno y vinil ciclohexeno.

5 Otros ejemplos de agentes de nucleación poliméricos son poli-3-metil-1-buteno, polidimetilestireno, polisilanos y polialquilxilenos. Como se ha explicado para los agentes de nucleación poliméricos que contienen compuestos de vinilo, estos agentes de nucleación poliméricos se pueden introducir en el polipropileno de metaloceno, ya sea por mezcla química o por mezcla física.

También es posible utilizar polietileno de alta densidad, tal como, por ejemplo, Rigidex HD6070EA, disponible de INEOS Polyolefins, o un polipropileno que tiene un flujo de fusión fraccional, o un polipropileno que comprende una fracción de flujo de fusión fraccional.

10 Además, es posible utilizar mezclas de agentes de nucleación, tal como, por ejemplo, una mezcla de talco y una sal de éster de fosfato o una mezcla de talco y un agente de nucleación polimérico que contiene compuestos de vinilo.

15 El agente de nucleación puede introducirse en el polipropileno de metaloceno mediante la mezcla con un agente de nucleación, que está en forma pura o en forma de una partida madre, por ejemplo, mediante mezcla en seco o mezcla en fundido. Está dentro del alcance de la presente invención que el agente de nucleación pueda introducirse en el polipropileno de metaloceno mediante la mezcla con un polímero termoplástico nucleado, en el que dicho polímero termoplástico es diferente del polipropileno de metaloceno.

20 Si bien es evidente para los expertos en la técnica que la cantidad de agente de nucleación que se añade depende de su eficiencia de cristalización, para los fines de la presente invención, el agente de nucleación o la mezcla de agentes de nucleación - si están comprendidos - está presente en el polipropileno de metaloceno en una cantidad de al menos 50 ppm, preferentemente al menos 100 ppm. Está presente en una cantidad de como máximo 5000 ppm, preferentemente como máximo 4000 ppm, incluso más preferentemente como máximo 3000 ppm y lo más preferentemente como máximo 2000.

25 Preferentemente, el polipropileno de metaloceno nucleado, es decir, el polipropileno de metaloceno que comprende un agente de nucleación, que se utiliza en la presente invención tiene una temperatura de cristalización que es al menos 3°C más alta que la temperatura de cristalización del polipropileno de metaloceno no nucleado respectivo. Más preferentemente, la temperatura de cristalización del polipropileno de metaloceno nucleado es al menos 4°C, 5°C, 6°C, 7°C, 8°C, 9°C o 10°C más alta que la temperatura de cristalización del polipropileno de metaloceno no nucleado respectivo.

30 Las fibras de la presente invención consisten en uno, dos o más componentes, a fin de formar fibras de uno, dos, o múltiples componentes, que pueden a su vez estar comprendidas en los no tejidos. Cada uno de los componentes puede a su vez comprender uno o más constituyentes, es decir, los componentes pueden ser mezclas. Dichos componentes se seleccionan a partir de polímeros termoplásticos, tal como polietileno, polipropileno Ziegler-Natta o polipropileno de metaloceno a condición de que al menos uno de los constituyentes comprenda un polipropileno de metaloceno como se requiere por la presente invención. El polipropileno de metaloceno está comprendido preferentemente en un componente que forma al menos parcialmente la superficie de las fibras de varios componentes y filamentos. Más preferentemente, el componente que comprende el polipropileno de metaloceno forma toda la superficie de las fibras y filamentos de múltiples componentes. Para el porcentaje de dicho polipropileno de metaloceno en un componente, se prefiere que dicho polipropileno de metaloceno esté comprendido en al menos 50% en peso de al menos uno de los componentes de las fibras y los filamentos de la presente invención, más preferentemente en al menos 60, 70, 80, 90, 95 o 99% en peso con base en el peso del componente respectivo.

Las fibras de polipropileno de la presente invención se pueden usar en alfombras, textiles tejidos y no tejidos.

Los no tejidos fabricados de acuerdo con la presente invención tienen preferentemente un peso base en el intervalo de 1 g/m<sup>2</sup> a 200 g/m<sup>2</sup>, más preferentemente en el intervalo de 5 g/m<sup>2</sup> a 100 g/m<sup>2</sup> y lo más preferentemente en el intervalo de 7 g/m<sup>2</sup> a 30 g/m<sup>2</sup>.

45 Los no tejidos de polipropileno de hilado por filamentos fusionados entre sí de la presente invención, así como los materiales compuestos o laminados que los comprenden, se pueden utilizar para productos de higiene y sanitarios, tal como, por ejemplo, pañales, productos de higiene femenina y productos para la incontinencia, productos para aplicaciones de construcción y agrícolas, gasas y ambos para uso médico, prendas de protección, batas de laboratorio, etc.

50 Los no tejidos de polipropileno soplado en fundido de la presente invención se pueden utilizar en aplicaciones de higiene, filtración y absorción, tal como pañales, productos de higiene femenina, productos para la incontinencia, vendas, ambos, máscaras, filtros, almohadillas de absorción, etc. Los no tejidos de soplado en fundido de polipropileno con frecuencia se utilizan en combinación con otros no tejidos, tal como, por ejemplo, no tejidos de hilado por filamentos fusionados entre sí para formar materiales compuestos, que a su vez pueden utilizarse en las aplicaciones citadas.

55

## Ejemplos

Procedimientos de prueba

El índice de flujo de fusión se midió de acuerdo con la norma ISO 1133, condición L, utilizando un peso de 2,16 kg y una temperatura de 230°C.

5 Los pesos moleculares se determinan mediante cromatografía de exclusión por tamaño (SEC) a alta temperatura (145°C). Una muestra de PP de 10 mg se disuelve a 160°C en 10 ml de triclorobenceno (grado técnico) durante 1 hora. Las condiciones analíticas para Alliance GPCV 2000 de Waters son:

- Volumen: +/- 400µl
- Temperatura del inyector: 140°C
- Columna y detector: 145°C
- 10 - Configuración de columna: 2 Shodex AT-806MS y 1 Styragel HT6E
- Caudal 1 ml/min
- Detector: Índice de refracción
- Calibración: patrones estrechos de poliestireno
- Cálculo: Basado en relación Mark-Houwink ( $\log(M_{PP}) = \log(M_{PS}) - 0,25323$ )

15 El análisis <sup>13</sup>C-RMN se realiza usando un espectrómetro RMN Bruker 400 MHz en condiciones tales que la intensidad de la señal en el espectro es directamente proporcional al número total de átomos de carbono de contribución en la muestra. Tales condiciones son bien conocidas para los expertos en la técnica e incluyen, por ejemplo, el tiempo de relajación suficiente, etc. En la práctica, la intensidad de una señal se obtiene a partir de su entero, es decir, el área correspondiente. Los datos se adquieren usando desacoplamiento de protones, 4000 barridos por espectro, un retardo de repetición de pulsos de 20 segundos y una anchura espectral de 26000 Hz. La muestra se prepara disolviendo una cantidad suficiente de polímero en 1,2,4-triclorobenceno (TCB, 99%, grado espectroscópico) a 130°C y agitación ocasional para homogeneizar la muestra, seguido de la adición de hexadeuterobenceno (C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>, Grado espectroscópico) y una cantidad menor de hexametildisiloxano (HMDS, 99,5+%), con HMDS que sirve como estándar interno. Para dar un ejemplo, aproximadamente 200 mg de polímero se disuelven en 2,0 ml de TCB, seguido de la adición de 0,5 ml de C<sub>6</sub>D<sub>6</sub> y 2 a 3 gotas de HMDS.

Después de la adquisición de datos los desplazamientos químicos se referencian a la señal de HMDS de estándar interno, a la que se asigna un valor de 2,03 ppm.

30 La isotacticidad se determina por análisis <sup>13</sup>C-RMN del polímero total. En la región espectral de los grupos metilo las señales correspondientes a las pentadas en mmmm, mmmr, mmrr y mrrm se asignan utilizando datos publicados, por ejemplo, A. Razavi, Macromol. Symp., vol. 89, páginas 345-367. Sólo las pentadas en mmmm, mmmr, mmrr y mrrm se toman en consideración debido a la intensidad débil de las señales correspondientes a las pentadas restantes. Para la señal relativa a la pentada en mmrr se realiza una corrección por su solapamiento con una señal de metilo relacionada con 2,1-inserciones. El porcentaje de pentadas en mmmm se calcula de acuerdo con

$$\% \text{ de mmmm} = \text{ÁREA}_{\text{mmmm}} / (\text{ÁREA}_{\text{mmmm}} + \text{ÁREA}_{\text{mmmr}} + \text{ÁREA}_{\text{mmrr}} + \text{ÁREA}_{\text{mrrm}}) \cdot 100$$

35 Determinación del porcentaje de 2,1-inserciones para un homopolímero de propileno de metaloceno: las señales correspondientes a las 2,1-inserciones están identificadas con la ayuda de datos publicados, por ejemplo, H.N. Cheng, J. Ewen, Makromol. Chem., Vol. 190 (1989), páginas 1931-1940. Una primera área, ÁREA1, se define como la superficie promedio de las señales correspondientes a 2,1-inserciones. Una segunda área, ÁREA2, se define como la superficie promedio de las señales correspondientes a 1,2-inserciones. La asignación de las señales relativas a las 40 1,2-inserciones es bien conocida para los expertos en la técnica y no necesita ser explicada adicionalmente. El porcentaje de 2,1-inserciones se calcula de acuerdo con

$$2,1\text{-inserciones (en \%)} = \text{ÁREA1} / (\text{ÁREA 1} + \text{ÁREA 2}) \cdot 100$$

con el porcentaje en 2,1-inserciones dado como el porcentaje molar de propileno 2,1-insertado con respecto al propileno total.

45 La determinación del porcentaje de 2,1-inserciones para un copolímero aleatorio de metaloceno de propileno y etileno se determina por dos contribuciones:

- (i) el porcentaje de 2,1-inserciones como se define anteriormente para el homopolímero de propileno, y
- (ii) el porcentaje de 2,1-inserciones, en el que el propileno 2,1-insertado es contiguo a etileno,

por lo tanto, el porcentaje total de 2,1-inserciones corresponde a la suma de estas dos contribuciones. Las asignaciones de la señal para el caso (ii) se pueden realizar mediante el uso de espectros de referencia o por referencia a la literatura publicada.

5 El contenido de etileno de un copolímero aleatorio de metaloceno puede determinarse por <sup>13</sup>C-RMN como la suma de

(i) el porcentaje de etileno como se determinó siguiendo el procedimiento descrito por G.J. Ray et al. en *Macromolecules*, vol. 10, n° 4, 1977, p. 773-778, y

(ii) el porcentaje de etileno en el que el etileno es contiguo a propileno 2,1-insertado (véase arriba).

10 La tenacidad y el alargamiento de la fibra se midieron en un Lenzing Vibrodyn de acuerdo con la norma ISO 5079:1995 con una velocidad de prueba de 10 mm/min.

La resistencia a la tracción y el alargamiento de las telas no tejidas se midieron de acuerdo con la norma ISO 9073-3:1989.

15 Las temperaturas de fusión se midieron en un instrumento DSC 2690 de TA Instruments. Para borrar la historia térmica, las muestras se calentaron primero a 200°C y se mantuvieron a 200°C durante un período de 3 minutos. Las temperaturas de fusión informadas se determinaron luego con velocidades de calentamiento y enfriamiento de 20°C/min.

#### Polipropilenos

Se seleccionaron los polipropilenos de metaloceno PP1 a PP3 para ilustrar las ventajas de la presente invención, PP3 sirve como ejemplo comparativo.

20 PP1 y PP2 se produjeron en una línea piloto con dos reactores de bucle 150 l conectados en serie bajo condiciones de polimerización estándar usando un catalizador basado en metaloceno con un derivado de dicloruro de bis(indenil)circonio puenteado con diclodimetilsililo como componente de metaloceno. Se añadieron continuamente propileno y el hidrógeno a los dos reactores. Para obtener polipropilenos de metaloceno con una distribución de peso molecular más amplia que la normal, la concentración de hidrógeno en los dos reactores era diferente a fin de producir

25 polipropilenos de peso molecular diferente en cada reactor. El flujo de fusión diana en el primer reactor y el flujo de fusión final del polipropileno obtenido después del segundo reactor se indican en la Tabla 1. PP3 es un polipropileno de metaloceno comercial que se produce en una planta de producción de polipropileno comercial con dos reactores de bucle conectados en serie en condiciones de polimerización estándar usando un catalizador basado en metaloceno con un derivado de dicloruro de bis(indenil)circonio puenteado con diclodimetilsililo como componente de metaloceno.

30 PP3 se produce de tal manera que los índices de flujo de fusión de los polipropilenos producidos en cada reactor son idénticos y corresponden básicamente al índice de flujo de fusión final.

Tabla 1

|                          |        | PP1  | PP2  | PP3  |
|--------------------------|--------|------|------|------|
| MFI en el primer reactor | dg/min | 13   | 10   | 25   |
| MFI Final (gránulos)     | dg/min | 22,7 | 20,5 | 24,9 |

35 PP1 y PP2 son homopolímeros de acuerdo con la presente invención, es decir, tienen una distribución de peso molecular más amplia que el polipropileno de metaloceno estándar. PP3 es un homopolímero que tiene una distribución estrecha del peso molecular generalmente asociado con polipropileno de metaloceno. Se da una síntesis de las propiedades de PP1 a PP3 en la Tabla 2.

A todos los polipropilenos se aplicó aditivo con una cantidad suficiente de antioxidantes y barredores de ácido para reducir su degradación durante el procesamiento.

40 Tabla 2

|     |        | PP1  | PP2  | PP3  |
|-----|--------|------|------|------|
| MFI | dg/min | 22,7 | 20,5 | 24,9 |

|                 |     | PP1 | PP2 | PP3 |
|-----------------|-----|-----|-----|-----|
| GPC             |     |     |     |     |
| Mn              | kDa | 52  | 39  | 59  |
| Mw              | kDa | 176 | 199 | 165 |
| Mz              | kDa | 360 | 514 | 302 |
| D               |     | 3,4 | 5,1 | 2,8 |
| DSC             |     |     |     |     |
| T <sub>m</sub>  | ° C | 151 | 150 | 152 |
| RMN             |     |     |     |     |
| 2,1-inserciones | %   | 0,8 | 0,9 | 0,8 |

#### Hilado de fibras

- 5 Los polipropilenos PP1 a PP3 se hilaron en fibras en una línea piloto Busschaert equipada con dos matrices circulares de 112 orificios cada una de un diámetro de 0,5 mm. La temperatura de fusión se mantuvo a 250°C. El rendimiento por orificio se mantuvo constante a 0,5 g/orificio/min. La velocidad de recogida se mantuvo a 1300 m/min para PP1, PP2 y PP3. No se realizó etapa de estiramiento adicional. Las propiedades de las fibras de hilado por filamentos fusionados entre sí obtenidas se indican en la Tabla 3.

Tabla 3

|                          |        | Ejemplo 1 | Ejemplo 2 | Ejemplo comparativo 1 |
|--------------------------|--------|-----------|-----------|-----------------------|
| Polipropileno            |        | PP1       | PP2       | PP3                   |
| Título                   | dtex   | 3,8       | 3,8       | 3,8                   |
| Tenacidad en máx.        | cN/tex | 22,9      | 22,2      | 22,8                  |
| Alargamiento a la rotura | %      | 226       | 225       | 230                   |

- 10 Los resultados de hilado de fibras muestran que las fibras de hilado por filamentos fusionados entre sí hechas de acuerdo con la presente invención muestran propiedades que están en el mismo nivel que las producidas con los polipropilenos de metaloceno que tienen una distribución de peso molecular más estrecha y un porcentaje comparable de 2,1-inserciones.

#### No tejidos de filamentos fusionados

- 15 Los polipropilenos PP1 a PP3 se utilizaron para producir no tejidos de filamentos fusionados sobre una amplia línea de 1,1 m de Reicofil 4 con un solo haz que tiene aproximadamente 6800 orificios por metro de longitud, los orificios tienen un diámetro de 0,6 mm. La velocidad de la línea se mantuvo a 300 m/min. Los no tejidos tenían un peso de tela de 12 g/m<sup>2</sup>. Los no tejidos se unieron térmicamente usando un rodillo grabado en relieve. Se presentan en la Tabla 4 condiciones de procesamiento adicionales. La temperatura de calandrado informada en la tabla 3 es la temperatura de unión a la que se obtuvieron los valores más altos para resistencia a la tracción máx. La temperatura de calandrado se midió en el rodillo de grabado en relieve usando un termopar de contacto. se Muestran en la tabla 5 las propiedades de los no tejidos obtenidos en estas condiciones, MD denota "dirección de la máquina" y CD "dirección transversal".
- 20

Tabla 4

|               |  | Ejemplo 3 | Ejemplo 4 | Ejemplo comparativo 2 |
|---------------|--|-----------|-----------|-----------------------|
| Polipropileno |  | PP1       | PP2       | PP3                   |

ES 2 741 150 T3

|   |                |      |      |      |
|---|----------------|------|------|------|
| Temperatura de fusión en la matriz                            | °C             | 250  | 250  | 250  |
| Rendimiento por orificio                                      | g/orificio/min | 0,41 | 0,41 | 0,41 |
| Presión de cabina   | Pa             | 8000 | 8000 | 8000 |
| Temperatura de calandrado para resistencia a la tracción máx. | °C             | 145  | 142  | 145  |

Tabla 5

|                                |        | Ejemplo 3 | Ejemplo 4 | Ejemplo comparativo 2 |
|--------------------------------|--------|-----------|-----------|-----------------------|
| Polipropileno                  |        | PP1       | PP2       | PP3                   |
| Título de filamento            | dtex   | 1,30      | 1,40      | 1,25                  |
| Resistencia a la tracción máx. |        |           |           |                       |
| MD                             | N/5 cm | 34,9      | 36,4      | 33,8                  |
| CD                             | N/5 cm | 18,8      | 19,8      | 17,9                  |
| Alargamiento                   |        |           |           |                       |
| MD                             | %      | 65        | 68        | 56                    |
| CD                             | %      | 59        | 66        | 57                    |

5 Los resultados de la Tabla 4 muestran que los no tejidos de filamentos fusionados de los Ejemplos 3 y 4 producidos con PP1 y PP2 de polipropilenos de metaloceno, que se caracterizan por una distribución de peso molecular más amplia  $M_w/M_n$ , y el porcentaje definido de 2,1-inserciones como se especifica en las reivindicaciones, muestran una mejora medible en la resistencia a la tracción de no tejidos, así como el alargamiento en comparación con un no tejido de filamentos fusionados del ejemplo comparativo 2.

10 Muy sorprendentemente también se ha encontrado que la mejora en las propiedades de los no tejidos se acompaña de un rendimiento de unión mejorado, como se ejemplifica por la misma temperatura de calandrado o incluso una inferior requerida para llegar a la resistencia a la tracción máxima.

**REIVINDICACIONES**

- 5 1. Fibras que comprenden un polipropileno de metaloceno, en las que el polipropileno de metaloceno tiene una distribución de peso molecular  $M_w/M_n$  de al menos 3,0, y en las que el porcentaje de 2,1-inserciones en relación con el número total de moléculas de propileno en la cadena del polímero es de al menos 0,5% a como máximo 1,2%.
2. Fibras de acuerdo con la reivindicación 1, en las que el polipropileno de metaloceno tiene una temperatura de fusión de al menos 135°C.
3. Fibras de acuerdo con la reivindicación 1 o la reivindicación 2, en las que las fibras son fibras hiladas.
- 10 4. Fibras de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en las que el polipropileno de metaloceno tiene una distribución de peso molecular  $M_w/M_n$  de al menos 3,5.
5. Fibras de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en las que el polipropileno de metaloceno tiene una distribución de peso molecular  $M_w/M_n$  de como máximo 7,0.
6. No tejido que comprende las fibras y filamentos de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5.
- 15 7. No tejido de acuerdo con la reivindicación 6, en el que el no tejido es un no tejido de filamentos fusionados entre sí.
8. Laminado que comprende el no tejido de la reivindicación 6 o la reivindicación 7.
9. Procedimiento de producción de un no tejido de filamentos fusionados entre sí que comprende las etapas de
  - (a) proporcionar una mezcla que comprende un polipropileno de metaloceno,
  - (b) alimentar la mezcla de la etapa (a) a un extrusor,
  - 20 (c) posteriormente extruir en fundido la mezcla para obtener una corriente de polímero fundido,
  - (d) extruir la corriente de polímero fundido de la etapa (c) a partir de una serie de capilares finos, normalmente circulares, de una hilera, obteniendo así filamentos de polímero fundido, y
  - (e) posteriormente reducir rápidamente el diámetro de los filamentos obtenidos en la etapa anterior hasta un diámetro final,
- 25 en el que el polipropileno de metaloceno tiene una distribución de peso molecular  $M_w/M_n$  de al menos 3,0, y en el que el porcentaje de 2,1-inserciones en relación con el número total de moléculas de propileno en la cadena del polímero es de al menos 0,5% a como máximo 1,2%
10. Procedimiento para la producción de fibras y filamentos multicomponente, dicho procedimiento comprende las etapas de
  - 30 (a1) proporcionar una primera mezcla que comprende un polipropileno de metaloceno,
  - (a2) proporcionar al menos otra mezcla que comprende un polímero termoplástico,
  - (b1) alimentar cada una de las mezclas de las etapas (a1) y (a2) a un extrusor separado,
  - (c1) consecutivamente extruir en fundido las mezclas para obtener una corriente de polímero fundido para cada mezcla,
  - 35 (d1) coextruir las corrientes de polímero fundido de la etapa (c1) a partir de una serie de capilares finos de una hilera, obteniendo así filamentos de múltiples componentes de polímero fundido, y
  - (e) posteriormente reducir rápidamente el diámetro de los filamentos obtenidos en la etapa anterior hasta un diámetro final,
- 40 en el que el polipropileno de metaloceno tiene una distribución de peso molecular  $M_w/M_n$  de al menos 3,0, y en el que el porcentaje de 2,1-inserciones en relación con el número total de moléculas de propileno en la cadena del polímero es de al menos 0,5% a como máximo 1,2%.
11. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 9 o la reivindicación 10, en el que la extrusión en fundido se realiza a una temperatura de fusión en el intervalo de 230°C a 260°C.
12. Procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 9 a 11, que comprende además las etapas de
  - 45 (f) recoger los filamentos obtenidos en la etapa (e) sobre un soporte, y

(g)posteriormente unir los filamentos reunidos para formar un no tejido fusionado.

**13.** Procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 9 a 12, que comprende además la etapa de

(h)laminar una película al no tejido fusionado obtenido en la etapa (g).

**14.** Procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 9 a 13, en el que el no tejido fusionado es un no tejido de filamentos fusionados entre sí.

**15.** Procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 9 a 14, en el que las fibras y los filamentos no se someten a una etapa de estiramiento adicional.