



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 291 945**

51 Int. Cl.:
C08F 255/02 (2006.01)
C08J 3/22 (2006.01)
D01F 8/04 (2006.01)
A61L 15/16 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Número de solicitud europea: **04778035 .8**
86 Fecha de presentación : **09.07.2004**
87 Número de publicación de la solicitud: **1646667**
87 Fecha de publicación de la solicitud: **19.04.2006**

54 Título: **Método para la fabricación de una poliolefina funcionalizada, poliolefina funcionalizada, fibra bicomponente, no tejido y producto higiénico de absorción.**

30 Prioridad: **11.07.2003 US 486526 P**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
01.03.2008

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
01.03.2008

73 Titular/es: **DOW GLOBAL TECHNOLOGIES Inc.**
Washington Street, 1790 Building
Midland, Michigan 48674, US

72 Inventor/es: **Allgeuer, Thomas, T. y**
Katzer, Karin

74 Agente: **Elzaburu Márquez, Alberto**

ES 2 291 945 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).

ES 2 291 945 T3

DESCRIPCIÓN

Método para la fabricación de una poliolefina funcionalizada, poliolefina funcionalizada, fibra bicomponente, no tejido y producto higiénico de absorción.

5

La presente invención se refiere a un procedimiento para la fabricación de una poliolefina funcionalizada, mediante el injerto de radicales libres de una poliolefina con un monómero, así como a una fibra bicomponente y a un no tejido que comprende la poliolefina funcionalizada.

10 El injerto de un monómero en una poliolefina es un proceso conocido en la técnica. El injerto se ha usado, generalmente, para producir poliolefinas que tienen útiles propiedades adhesivas.

15 Las poliolefinas injertadas y las mezclas que las comprenden son útiles, generalmente, para el revestimiento por extrusión de metales, películas de polímero, papel, madera y vidrio. Son útiles, también, como una capa adhesiva en estructuras multicapa, como en la elaboración de fibras bicomponente y en otras aplicaciones donde se desean comportamiento termoplástico, procesabilidad, tenacidad y/o adhesividad.

20 Las fibras que exhiben unas propiedades adhesivas y cohesivas realizadas han sido hechas de una mezcla de polímeros injertados con uno o más polímeros y se usan como fibras ligantes. Las mezclas pueden también ser extruidas como una funda sobre un núcleo de fibras de rendimiento para realzar las propiedades adhesivas de la fibra de rendimiento. En las fibras bicomponente de este tipo, las poliolefinas injertadas pueden ser usadas para proporcionar adherencia entre el núcleo y la funda de la fibra y/o entre la fibra bicomponente y las otras fibras naturales o sintéticas. Las fibras bicomponente han encontrado una aplicación particular en textiles no tejidos preparados a partir de fibras de rendimiento que de otro modo tenderían a separarse fácilmente en el textil.

25

De forma convencional, el injerto de una poliolefina se lleva a cabo en una poliolefina fundida mediante una reacción de injerto de radicales en presencia de un iniciador de radicales libres.

30 El documento US-A-4.599.385 describe un procedimiento para injertar copolímeros en los que ácido maleico o el anhídrido maleico se injerta en una cadena principal de poli(propileno-buteno).

El documento US-A-4.762.890 describe un procedimiento para injertar anhídrido maleico en polietileno en presencia de un peróxido como iniciador de radicales libres.

35 El polietileno experimenta reticulación en presencia de calor y cizalla. Se observa que la reticulación se incrementa en presencia de peróxido. Los productos obtenidos por procedimientos de injerto convencionales contienen una cantidad significativa de material polímero reticulado y de monómero libre. En muchas aplicaciones no es deseable una poliolefina injertada que contenga material polímero reticulado o monómero libre así obtenido por procedimientos convencionales.

40

En los procesos de hilado de fibras, el material polímero reticulado lleva a la rotura de las fibras. Para separar el material polímero reticulado en la línea de hilado se usa un filtro que tiene que ser cambiado frecuentemente. La productividad y velocidad de hilado del proceso de hilado de la fibra se reduce así de forma considerable. A mismo tiempo, una cantidad de más del 0,1 por ciento en peso de monómero libre en el polímero causa roturas de la fibra, creación de vapores y humo y un mayor trabajo de mantenimiento.

45

El documento US-A-6.331.595 describe un procedimiento propuesto para reducir la fracción reticulada en un producto obtenido por injerto de un monómero en una poliolefina en presencia de peróxido. Según dicho procedimiento, el peróxido se introduce revestido en un polímero portador.

50

El objeto del documento US-A-4.612.155 es obtener un producto uniforme en el injerto de monómeros en poliolefinas. Se describe un proceso continuo para el injerto de monómeros en homopolímeros de etileno o copolímeros de etileno y alfa-olefinas superiores de C₄-C₁₀ en presencia de un segundo polímero. El segundo polímero se selecciona de una amplia gama de polímeros.

55

En muchas aplicaciones, los niveles de injerto de los productos obtenidos mediante los procesos conocidos son insatisfactorios. En aplicaciones en fibras, por ejemplo, la unión entre núcleo de fibra y funda de fibra así como entre fibras individuales no es suficiente lo cual es particularmente desventajoso en la fabricación de no tejidos.

60 Un material no tejido que comprende fibras bicomponente se describe en el documento US-A-5.981.410. El comportamiento de no tejidos convencionales es a menudo insatisfactorio ya que una gran parte de las fibras no se une a ninguna otra fibra o dicho de otro modo no se mantiene en su lugar por medio de la estructura formada por la unión de otras fibras. Este material no tejido puede exhibir pobre resistencia a la abrasión y baja resistencia a la tracción.

65 Considerando las deficiencias de la técnica anterior, queda la ventaja de proporcionar un procedimiento para la fabricación de poliolefinas funcionalizadas por injerto que da como resultado un producto con una baja cantidad de material polímero reticulado y monómero libre.

ES 2 291 945 T3

También sigue siendo deseable proporcionar un procedimiento para la fabricación de poliolefinas funcionalizadas mediante injerto que den como resultando un producto con altos niveles de injerto.

Además, sigue siendo deseable proporcionar una fibra bicomponente que tenga mejoradas propiedades de adherencia entre funda de la fibra y núcleo de la fibra así como entre las fibras y que proporcione un material no tejido que tenga una gran resistencia a la tracción.

Según la presente invención, se proporciona un procedimiento para la fabricación de una poliolefina funcionalizada por injerto de radicales libres, de una poliolefina con un monómero en presencia de 0,5 a 25 por ciento en peso, basado en el peso total de poliolefina y monómero, de un polímero y/o copolímero de propileno cuyo polímero o copolímero de polipropileno tiene un iniciador de radicales libres distribuido en dicho lugar.

Debido al iniciador de radicales libres que es distribuido en el polímero y/o copolímero de propileno la reacción de injerto puede ser controlada mucho mejor. Se ha encontrado que la fracción reticulada y la fracción monómero libre de la poliolefina funcionalizada obtenida según la presente invención se reduce a menudo significativamente y, en algunas realizaciones, hasta una cantidad indetectable por extracción Soxhlett.

Además, sorprendentemente, se ha encontrado que el nivel de injerto de las poliolefinas funcionalizadas obtenidas según la presente invención puede incrementarse comparado con las poliolefinas funcionalizadas obtenidas por procedimientos más convencionales.

Debido a la reducida cantidad de fracción reticulada y de fracción de monómero libre en el producto polímero de la invención, las roturas de fibras se reducen durante el proceso de hilado y se logra una excelente estirabilidad de la fibra.

Por tanto, los problemas de atasco del filtro en la línea de hilado y el aumento de la presión en boquilla también se reducen. Esto permite un funcionamiento más estable antes de cambiar el paquete de la rejilla y disminuye el laborioso proceso de cambiar y limpiar el paquete de la rejilla.

Debido al mejorado proceso de hilado y al reducido mantenimiento del dispositivo de hilado, la productividad del proceso de hilado se incrementa mucho.

Cuando el polímero injertado se usa como un material de funda en una fibra bi- o multi-componente, el superior nivel de injerto da como resultado un excelente comportamiento de unión entre núcleo de fibra y funda y reduce la deslaminación núcleo/funda. Además, el comportamiento de unión entre las fibras individuales pueden ser mejorados enormemente.

Como resultado, cuando se usa en la producción de materiales no tejidos se reduce la generación de polvo. Además, se reduce el residuo resultante del proceso de fabricación de no tejidos y se simplifica el mantenimiento del dispositivo de producción. Esto tiene el efecto de mejorar la eficiencia del proceso de fabricación. Además, la resistencia a la tracción y la resistencia a la abrasión de los no tejidos obtenidos se realza dando como resultado un producto de calidad superior.

Las Figuras 1 y 2 ilustran los resultados que pueden obtenerse usando la presente invención:

siendo la Figura 1 imágenes microscópicas que muestran los efectos de la unión; y

demostrando la Figura 2 el efecto de polímero injertado sobre la resistencia de la unión;

Ejemplos de materiales poliolefinas para ser injertados que pueden emplearse en la práctica de la presente invención incluyen homopolímeros de etileno y copolímeros de etileno con una o más α -olefinas de C_4 - C_{10} .

El monómero a ser injertado en la poliolefina es preferiblemente un compuesto etilénicamente insaturado que comprende un grupo carbonilo que está conjugado con un doble enlace de compuesto etilénicamente insaturado. Representativos de compuestos de este tipo son los ácidos carboxílicos, anhídridos, ésteres y sus sales, tanto metálicas como no metálicas. Preferiblemente, el monómero orgánico olefinicamente insaturado se caracteriza por al menos una insaturación etilénica conjugada con un grupo carbonilo. Monómeros preferidos son ácido maleico, ácido fumárico, ácido acrílico, ácido metacrílico, ácido itacónico, ácido crotónico, ácido alfa-metil-crotónico y ácido cinámico y su anhídrido, éster y derivados de las sales así como N-vinil-pirrolidona. El monómero es lo más preferiblemente seleccionado del grupo del ácido maleico, anhídrido maleico, ácido acrílico y metacrilato de glicidilo. Sin embargo, según este procedimiento también pueden usarse otros monómeros como los vinil-siloxanos.

El iniciador de radicales libres usado en la práctica de la presente invención es preferiblemente un peróxido. Ejemplos de peróxidos útiles incluyen peróxidos de diacilo aromáticos, peróxidos de diacilo alifáticos, peróxidos ácidos dibásicos, peróxidos de cetona, peroxi-ésteres de alquilo, hidroperóxidos de alquilo, peróxidos de alquilo y de dialquilo, como peróxido de diacetilo, 2,5-bis(t-butilperoxi)-2,5-dimetilhexano o 2,5-dimetil-2,5-di(t-butilperoxi)-hexano-3.

ES 2 291 945 T3

Preferiblemente, el polímero de propileno empleado en la práctica de la presente invención es un homopolímero de propileno o un copolímero de propileno y una α -olefina de C_4 - C_{10} .

En una realización preferida, el proceso de injerto comprende las siguientes etapas:

fundir una poliolefina, preferiblemente en un aparato de extrusión, más preferiblemente en una extrusora de doble tornillo co-rotatorios, mediante calentamiento y cizalla (la poliolefina puede ser alimentada en forma de gránulos al tambor de la extrusora);

añadir al fundido de polímero un polímero y/o un copolímero de propileno que tenga un iniciador de radicales libres distribuido en dicho lugar y un monómero para ser injertado, preferiblemente en una sección de la extrusora presurizada rellena con poliolefina, y

mantener esta mezcla en condiciones suficientes para injertar la poliolefina.

Aunque las condiciones de reacción dependerán de varios factores, incluida la poliolefina específica que ha de ser injertada, el monómero que es injertado en la poliolefina, el polipropileno y el iniciador de radicales libres, la reacción de injerto se realiza, preferiblemente, a una temperatura desde 190°C a 210°C durante un tiempo de 30 a 110 segundos.

Después de la reacción, el producto de reacción puede ser desvolatilizado, preferiblemente en una o más secciones de descompresión de la extrusora.

En la práctica de la presente invención, el iniciador de radicales libres es distribuido, preferiblemente, de forma homogénea en el polímero y/o copolímero de propileno. Debido a la distribución homogénea, el polímero y/o copolímero de propileno y el iniciador de radicales libres se ponen en contacto simultáneamente con la poliolefina que va a ser injertada. Aunque no esté vinculado por la teoría, se cree que la homogénea distribución del peróxido conduce a una reacción más uniforme con una reducida fracción reticulada. Además, ajustando los modelos de distribución específica de iniciador de radicales libres en el polímero y/o copolímero de propileno, puede obtenerse un producto que tenga propiedades diferentes. De hecho, la distribución del iniciador de radicales libres puede ser establecida para ayudar a obtener un polímero injertado de las propiedades deseadas.

La cantidad de polímero de propileno e iniciador de radicales libres usados en la reacción de injerto dependerá de diversos factores, incluida la poliolefina específica que es injertada, las condiciones de injerto y la cantidad deseada de injerto. En general, el polímero de polipropileno se usa en el intervalo de 0,5 a 25, preferiblemente de 1 a 10, por ciento en peso donde el tanto por ciento en peso se basa en el peso total de poliolefina y monómero. La cantidad de iniciador de radicales libres es, generalmente, de 100 a 20.000, preferiblemente de 500 a 10.000 partes por millón basada en el peso total de poliolefina y monómero.

La invención se emplea, preferiblemente, para obtener una poliolefina funcionalizada que tenga un nivel de injerto de 0,1 a 4, preferiblemente de 0,2 a 3, por ciento. El índice de fluidez de la poliolefina funcionalizada oscila preferiblemente desde 0,1 a 500 g/10 min, preferiblemente desde 0,2 a 400 g/10 min.

La poliolefina funcionalizada obtenida puede ser usada como adhesivo en estructuras multicapa como en cables, tubos, laminillas o películas. El término "adhesivo" abarca cualquier función del producto de la presente invención junto con adherencia, por ejemplo un activador de la adherencia.

Las poliolefinas funcionalizadas obtenidas se usan en fibras. Los procesos de hilado de la fibra son bien conocidos en la técnica e involucran la extrusión de fibras o de filamentos, enfriamiento y estiramiento. El hilado de la fibra puede ser realizado usando un proceso de hilado en fusión convencional (también conocido como "proceso de hilado largo"), siendo realizados el hilado y el estirado en dos etapas separadas. Alternativamente, puede usarse un "proceso de hilado corto", que es una operación de una etapa.

La poliolefina funcionalizada obtenida según la presente invención es particularmente útil para fibras bicomponente. Las fibras bicomponente pueden ser fabricadas poniendo en contacto en condiciones de unir térmicamente un componente núcleo que comprende un polímero termoplástico, principalmente escogido por sus propiedades o comportamiento mecánico, y un componente funda que comprende una poliolefina funcionalizada obtenida por el procedimiento anteriormente descrito. Las fibras bicomponente pueden ser fabricadas coextruyendo el componente núcleo y el componente funda usando técnicas bien conocidas en la técnica. La fibra resultante puede tener cualquier configuración en sección transversal, por ejemplo una configuración funda/núcleo o en paralelo, simétrica o asimétrica. Las fibras producidas pueden ser usadas para aplicaciones de la fibra soplada en fusión, de fusión entre sí, o cortada.

En general, y como se ha mencionado, el componente núcleo se selecciona, principalmente, basado en sus propiedades o comportamiento mecánico. Por ejemplo, el componente núcleo puede ser escogido para proporcionar rigidez a la fibra bicomponente. En la mayoría de las aplicaciones, el material del núcleo comprende, preferiblemente, un poliéster como tereftalato de polietileno o tereftalato de polibutileno, una poliolefina como polipropileno o una poliamida como nilón.

ES 2 291 945 T3

El componente de la funda constituye, generalmente, al menos una parte de la superficie de la fibra bicomponente. Las poliolefinas funcionalizadas obtenidas según el procedimiento de la presente invención pueden usarse como el componente de la funda, bien individualmente o como un componente en una mezcla con un polímero olefínico no injertado. Cuando se usa en combinación con un polímero no injertado, el polímero funcionalizado se usa, preferiblemente, en una cantidad desde 1 a 30, más preferiblemente de 2 a 25, por ciento en peso basado en el peso total de la mezcla.

Las fibras bicomponente según la presente invención pueden ser usadas en el proceso de fabricación de no tejidos, generalmente como las fibras denominadas ligantes. Cuando se usan como fibra ligante, una mezcla de fibras que comprende fibras ligantes y una o más fibras naturales y/o sintéticas como poliéster, celulosas de poliamidas, celulosas modificadas, lana o similares se unen térmicamente para preparar el no tejido.

El no tejido puede usarse en filtros, membranas, películas y productos higiénicos absorbentes como pañales desechables, productos para la higiene femenina y para la incontinencia en adultos. Además de las fibras bicomponente según la presente invención, el núcleo absorbente de los productos absorbentes puede comprender fibras naturales como las fibras de pulpa de pelusa de celulosa, fibras sintéticas basadas, por ejemplo, en poliolefina y/o poliéster, y un polímero superabsorbente (SAP).

Las fibras bicomponente pueden emplearse también en procesos textiles convencionales como el cardado, el apretado y la tejeduría. Los textiles tejidos que comprenden las fibras bicomponente de la presente invención pueden también ser termotratados para alterar las propiedades del textil resultante.

Los siguientes ejemplos se presentan para ilustrar la invención y no debe considerarse que limiten su alcance. A menos que se indique lo contrario, todos los porcentajes y las partes están indicados en peso.

Ejemplo 1

Injerto de anhídrido de ácido maleico (MAH) en un polímero

En un Coperion Krupp Werner/Pfleiderer ZSK 25, a una velocidad de tornillo de 150/min y a una temperatura de 180°C, se injertaron noventa y ocho partes de un polímero como el especificado antes, 2 partes de anhídrido de ácido maleico (MAH), 2 partes de una mezcla madre de polipropileno/peróxido (disponible como PEROX PP 5, de Colux (Germany), con un contenido de 5 por ciento en peso de 2,5-dimetileno-2,5-di(ter-butil-peroxi)hexano basado en el peso de la mezcla madre total) y 0,1 partes de un estabilizante (Irganox 1010 disponible de Ciba).

En el proceso de injerto se usaron los siguientes polímeros

Polímero A: Un polietileno lineal de baja densidad elaborado con un catalizador de geometría forzada (Affinity* XU 58200.03 disponible de The Dow Chemical Company): 0,913 g/cm³; un índice de flujo en la fusión (MFI) a 190°C, 2,16 kg: 30.

Polímero B: Un polietileno lineal de densidad baja a media (ASPUN* 6806A disponible de The Dow Chemical Company): 0,930 g/cm³; MFI a 190°C, 2,16 kg: 105.

Polímero C: Un polímero de alta densidad (fase gaseosa): 0,951 g/cm³ con un índice de flujo en la fusión a 190°C de 2,16 kg: 40 (disponible como DMDA 8940, disponible de The Dow Chemical Company).

Polímero D: Un polímero de alta densidad (fase gaseosa): 0,952 g/cm³; MFI a 190°C, 2,16 kg: 80 (disponible como DMDA 8980, disponible de The Dow Chemical Company).

Se prepararon y analizaron muestras de 25 kilogramos (kg) en términos de fracción reticulada, nivel de injerto y contenido en monómero libre. La fracción reticulada se determinó mediante extracción Soxhlett con xileno. Los resultados se dan en la Tabla 1. Como muestra de referencia, se usaron 2,16 kg de un polietileno de alta densidad con una densidad de 0,953 gramos por centímetro cúbico (g/cm³) y un índice de flujo en la fusión de 11 a 190°C.

* Marca registrada de The Dow Chemical Company

ES 2 291 945 T3

TABLA 1

	fracción reticulada, porcentaje en peso	Nivel de injerto, porcentaje en peso	MAH libre, porcentaje en peso	MA libre, porcentaje en peso
Testigo	13,5	1	0,025	0,025
Polímero C/MAH	0,0	0,9	0,03	0,04
Polímero A/MAH	0,0	1,38	<0,01	0,015
Polímero D/MAH	0,3	1,35	0,05	0,049
Polímero B/MAH	0,25	1,4	<0,01	0,0160

Como se muestra en la Tabla 1, la fracción reticulada de las muestras obtenida por el procedimiento de la presente invención era significativamente menor que el testigo polímero de alta densidad. De hecho, usando el ensayo descrito no se detectaba ninguna fracción reticulada para muestras de Polímero C (DMDA 8940/MAH) y Polímero A injertados. Además, se detectó un nivel de injerto de MAH significativamente mayor para XU 58200.03/MAH y DMDA 8980/MAH comparado con la muestra de referencia.

Ejemplo 2

Injerto de anhídrido de ácido maleico (MAH) en XU 58200.03 en condiciones de composición variables

En un dispositivo de mezclado de rotación rápida se premezclaron noventa y ocho partes de XU 58200.03, dos partes de anhídrido de ácido maleico (MAH) y dos partes de una mezcla madre de polipropileno/peróxido idéntica a la usada en el Ejemplo 1. La extrusión se realizó en una extrusora Theysohn TSK 30 de dos tornillos co-rotatorios con una relación longitud/diámetro de 40D en condiciones de injerto variables.

Se analizaron el nivel y la cantidad de injerto de la fracción insoluble (reticulada) en el producto en relación con los siguientes parámetros:

tiempo de estancia (t_v min, t_v max; evaluado añadiendo una mezcla madre de color)

temperatura de la masa (T_M) en la boquilla

velocidad de tornillo (n)

nivel de carga (M) de la extrusora

flujo de masa (m').

Los resultados se mostraron en la Tabla 2. La configuración del tornillo era comparable a la configuración del tornillo de ZSK 25 usado en el Ejemplo 1. Para las muestras 17 a 22 se usaron elementos de amasado adicionales.

ES 2 291 945 T3

TABLA 2

Muestra	T _M	n	t _v min.*	t _v max.**	M	m'	Nivel de injerto	Cantidad insoluble
Nº	/°C	/(1/min)	/s	/s	tanto por ciento	/kg/h	/tanto por ciento en peso	tanto por ciento en peso
1	190	100	45	85	50	20	0,95	0,00
2	190	100	45	85	60	25	1,38	0,61
3	190	100	45	85	80	40	1,18	0,00
4	190	100	45	85	85	n.d.***	n.d.***	n.d.***
5	190	200	30	65	50	22	0,99	7,90
6	190	200	30	65	60	29	0,95	6,58
7	190	200	30	65	80	41	1,27	3,47
8	190	200	30	65	85	41	1,18	2,75
9	210	100	43	80	53	22	1,32	8,69
10	210	100	43	80	61	26	1,19	4,36
11	210	100	43	80	80	30	0,71	1,96
12	210	100	43	80	85	n.d.***	n.d.***	n.d.***
13	210	200	31	65	50	22	0,80	0,00
14	210	200	31	65	60	30	0,87	0,00
15	210	200	31	65	80	42	1,02	0,00
16	210	200	31	65	85	n.d.***	n.d.***	n.d.***
17	190	100	52	104	50	17	1,58	0,32
18	190	100	52	104	60	22	1,34	1,07
19	190	100	52	104	80	30	1,05	1,90
20	190	200	34	76	50	20	1,15	2,18
21	190	200	34	76	60	29	1,12	2,30
22	190	200	34	76	80	42	1,03	4,83

donde: * t_v min: tiempo después del cual el primer polímero coloreado sale de la extrusora

** t_v max: tiempo después del cual el polímero volvió a ser incoloro de nuevo

*** no determinado

Como muestran los resultados de la Tabla 2, las condiciones de una reacción de injerto chocan con los resultados, con, por ejemplo, rendimiento óptimo, en términos de nivel de injerto y fracción reticulada, obtenidos con las condiciones de injerto de la muestra 17.

ES 2 291 945 T3

Ejemplo 3

Capacidad de hilado de fibras bicomponente en relación con la composición del componente de la funda

5 Se evaluó la capacidad de hilado de las fibras bicomponente identificadas en la Tabla 3. En esta Tabla, los polímeros A, B, C y el Testigo fueron los mismos que los polímeros identificados de forma idéntica en el Ejemplo 1.

TABLA 3

Muestra nº	Polímero del núcleo	Polímero de la funda antes de injertar	Polímero injertado aplicado al polímero de la funda
1	PP	XU 61800.34	ninguno
2	PP	XU 61800.34	Testigo
3	PP	XU 61800.34	Polímero A/MAH
4	PP	XU 61800.34	Polímero C/MAH
5	PP	XU 61800.34	Polímero B/MAH

30 Como se ha observado en la Tabla 3, en todas las muestras de fibras bicomponente, el polímero del núcleo era polipropileno (polipropileno Inspire* designado H505-20Z disponible de The Dow Chemical Company con un caudal de flujo en la fusión de 20). La funda para todas las muestras era un polietileno lineal de baja densidad con una densidad de 0,953 g/cm³ y un índice de flujo en la fusión de 17 (190°C, 2,16 kg) disponible como Aspun* XU 61800.34 de The Dow Chemical Company injertado con el injertado con 10 por ciento en peso del polímero injertado basado en el peso total de la funda y polímero injertado.

35 El proceso de hilado de la fibra se realizó bajo los siguientes parámetros de hilado:

Hilado

40 hilera: 2 x 175 agujeros = 350 agujeros totales, 0,4 mm

objetivo denier de la fibra así hilada: 5,8 dpf (denier por filamento)

45 número de agujeros de la boquilla: 350 totales (dos paquetes de 175 agujeros)

intervalo entre agujeros de la boquilla: 0,4 mm

50 relación entre capas de bicomponente (funda/núcleo): 50/50

geometría de la fibra: redonda

relación de estirado en el hilado: 1:1,02.

55 Las condiciones de la hilado de la fibra de las fibras bicomponente se dan en la Tabla 4. Los componentes individuales y zonas listadas en la Tabla 4 son bien conocidos para una persona experta en la técnica.

60

65

ES 2 291 945 T3

TABLA 4

Condición	fibra bicomponente
Extrusora A (funda):	
Bomba medidora, rpm	15,0-16,0
Presión de la extrusora, kg/cm ²	77,33
Temperaturas, Zonas 1, 2, 3, 4 (°C)	200, 210, 215, 220
Extrusora B (Núcleo):	
Bomba medidora, rpm	15,0-16,0
Presión de la extrusora, kg/cm ²	77,33
Temperaturas, Zonas 1, 2, 3, 4 (°C)	215, 220, 230, 240
Temperatura de cabeza de giro (°C)	240
Bloque de la bomba A (°C)	240
Bloque de la bomba B (°C)	240
Temperatura del aire de enfriamiento (°C)	10-15
Velocidad de acabado del giro, rpm	20
Tipo/nivel de acabado	E1.0/5550
Velocidad del rodillo denier, m/min	490
Velocidad del rodillo de avance, m/min	493
Velocidad del rodillo de estirado nº 1, m/min	496
Velocidad del rodillo de estirado nº 2, m/min	500
Velocidad de la bobinadora, m/min	515
Temperatura de la estufa en el paquete (°C)	245
Producción (g/agujero/min)	0,37

Estirado

relación de estirado en el hilado: 4,38:1

objetivo denier del estirado: 1,5 dpf (denier por filamento)

longitud de corte de la fibra: 0,318 cm.

ES 2 291 945 T3

Las condiciones de estirado y rizado de las fibras bicomponente se dan en la Tabla 5. Los componentes individuales listados en la Tabla 5 son bien conocidos por una persona experta en la técnica.

5

TABLA 5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

condiciones de hilado:		condiciones de rizado:	
Rodillos de estirado nº 1, m/min	16,0	Rodillo de rizar, kg/cm ²	6
Temperatura, rodillo nº 1, (°C)	desconectado	Placa de mordaza, kg/cm ²	80-90
Temperatura, rodillo nº 2 (°C)	50	Charnela, kg/cm ²	Fijada
Temperatura, rodillo nº 3 (°C)	55	Vapor en el rizado	4-5
Temperatura, rodillo nº 4 (°C)	65	Temperatura de la secadora, °C	105
Temperatura, rodillo nº 5 (°C)	70	Tiempo de parada de la secadora	4,5
Cilindro estirador posterior	sí	Velocidad de ventilación de la secadora, Hz	25
Temperatura del baño María, °C	110	Nivel de lubricante, tanto por ciento	0,2-0,4

55

60

65

ES 2 291 945 T3

5	Rodillos de hilar nº 2, M/min	45	Denier/ filamento	1,5-1,7
	Temperatura, rodillo nº 1 (°C)	60	Longitud de la fibra	0,318 cm
10	Temperatura, rodillo nº 2 (°C)	60	Nivel de rizado/Ángulo	6-8/105-120
	Temperatura, rodillo nº 3 (°C)	65	Kilogramos producidos	11,34
15	Temperatura, rodillo nº 4 (°C)	70		
20	Temperatura, rodillo nº 5 (°C)	75		
25	Cilindro estirador posterior	si		
	Tubo de vapor	conectado		
30	Rodillos de hilar nº 3, M/min	70		
	Caja de tracción, kilogramos	35-40		
35	Rodillo tangencial, m/min agua/lubricante	22		

40 La relación de estirado se definió como la velocidad de rodillo de estirado nº 2 (constante a 500 metros por minuto (m/min) dividido entre la velocidad de rodillo denier (constante a 490 m/min), que es igual a 1:1,02. El hilado se llevó a cabo en la segunda etapa de la fabricación en la que los paquetes de filamento (total de 86 para las muestras; paquetes de hilado de 2 minutos) fueron hilados, rizados, secados y cortados para pruebas en lecho de aire. Se recogieron aproximadamente 11,34 kg de fibra cortada rizada de cada muestra.

45 Las muestras de fibras bicomponente según la Tabla 3 fueron evaluadas en términos de elongación, tenacidad, dpf de fibra cortada (denier por filamento), longitud de fibra cortada y procesabilidad en el proceso en lecho de aire. Los resultados se dan en la Tabla 6.

50 TABLA 6

55	Muestra nº	dpf	Tenacidad g/den	Elongación hasta rotura, tanto por ciento	Longitud de fibra cortada
60	1	1,58	3,03	80,0	0,122
	3	1,60	3,45	69,4	0,125
	4	1,59	3,68	62,0	0,125
65	5	1,48	3,40	87,0	0,125

ES 2 291 945 T3

La muestra nº 1 cuyo componente de funda no comprende un aditivo de funda muestra una tenacidad que era muy inferior a la medida para las fibras bicomponente según la presente invención.

Ejemplo 4

Pruebas en lecho de aire

Para evaluar la dispersión de las fibras ligantes de bicomponente en pruebas en lecho de aire, se prepararon las muestras descritas en la Tabla 3 que contenían pigmento naranja. Las pruebas que se conforman en lecho de aire se realizaron en una máquina de planta piloto en lecho de aire Dan-Web. Cada muestra de las fibras bicomponente se mezcló con 12 por ciento en peso de pulpa de pelusa de celulosa basada en el peso total de las fibras ligantes. El material no tejido se preparó con 100 gramos por metro cuadrado (g/m^2) de núcleos/almohadillas.

Después de la fabricación de núcleos/almohadillas en lecho de aire, los núcleos/almohadillas se calentaron en una prensa de platina durante hasta 30 segundos a 135°C , 149°C , 163°C y 177°C para evaluar la ventana de unión y unir las fibras ligantes a la pulpa de celulosa. Después de esta etapa, se cortaron diez probetas de tracción a partir de cada núcleo/almohadilla (y cada una de las anteriores composiciones de fibra) y se ensayaron en una máquina Instron a una velocidad de ensayo de 1,27 cm/min. Se midió la resistencia a la tracción en seco (o resistencia a la unión) de cada no tejido en lecho de aire de los anteriores ensayos. Además, se prepararon imágenes microscópicas para evaluar las características de unión de varias composiciones de fibras.

Evaluación de la ventana de unión

La evaluación de la ventana de unión de las fibras ligantes en el intervalo de 135°C a 177°C muestra que si, una temperatura de unión demasiado baja puede dar como resultado infraunión del no tejido en lecho de aire (baja resistencia a la tracción en seco), alternativamente, una temperatura de unión demasiado alta puede dar como resultado una sobreunión, lo que significa que la fibra ligante se funde completamente y pierde sus características.

Las imágenes microscópicas mostradas en la Fig. 1 presentan parte del análisis, incluidos ejemplos para infraunión y sobre-unión. En este ejemplo, la fibra bicomponente proporciona características de fusión a 135°C con buena unión observada a 149°C , y mostrándose sobre-unión a 163°C .

Evaluación de la resistencia a la tracción en seco

Para evaluar el comportamiento enlazante (resistencia a la tracción en seco o resistencia al enlace) del no tejido que comprende fibras bicomponente según la Tabla 3, se midió la resistencia a la tracción en un no tejido fabricado en lecho de aire unido a 149°C . Los resultados de esta evaluación se muestran en las Figuras 2 y 3. También se incluyeron en los análisis los datos recogidos en fibras ligantes Fibervision que se unieron y ensayaron en las mismas condiciones.

La Fig. 2 demuestra que la adición de un polímero injertado puede tener un efecto considerable en la resistencia de la unión del no tejido en lecho de aire. Específicamente, se mostraron significativas mejoras en términos de resistencia a la tracción en seco de las fibras bicomponente de la presente invención comparadas con la Muestra 1 y las fibras disponibles comercialmente suministradas por Fibervision.

La cantidad de injerto tiene impacto sobre la resistencia a la tracción del material no tejido correspondiente. Específicamente, la resistencia a la tracción de la Muestra 1 era menor de 0,703 Kg por centímetro cuadrado mientras los materiales no tejidos preparados a partir del polímero injertado exhibían todos ellos una resistencia a la tracción promedio mayor que $3,16 \text{ kg/cm}^2$. La resistencia a la tracción promedio de la Muestra 2 era de $3,444 \text{ kg/cm}^2$, la Muestra 3 era de $3,515 \text{ kg/cm}^2$ y la de la Muestra 5 es de $3,726 \text{ kg/cm}^2$. La muestra nº 4 exhibe una resistencia a la tracción mayor que $4,921 \text{ kg/cm}^2$. Por eso, en este ejemplo, la más elevada resistencia a la tracción del no tejido se detectaba a una concentración de injerto de 0,9 por ciento en peso (muestra nº 4).

ES 2 291 945 T3

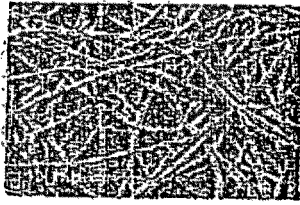
REIVINDICACIONES

- 5 1. Un procedimiento para la fabricación de una poliolefina funcionalizada mediante injerto de radicales libres de una poliolefina con un monómero en presencia de 0,5 a 25 por ciento en peso, basado en el peso total de poliolefina y monómero, de un polímero y/o copolímero de propileno cuyo polímero o copolímero de propileno comprende un iniciador de radicales libres distribuido en dicho lugar.
- 10 2. Un procedimiento según la reivindicación 1, en el que la poliolefina es un homopolímero de etileno.
3. Un procedimiento según la reivindicación 1, en el que la poliolefina es un copolímero de etileno/ α -olefina de C4-C10.
- 15 4. Un procedimiento según la reivindicación 1, en el que el polímero de propileno es un homopolímero de propileno.
5. Un procedimiento según la reivindicación 4, en el que el copolímero de propileno es un copolímero de etileno/ α -olefina de C4-C10.
- 20 6. Un procedimiento según la reivindicación 1, en el que el iniciador de radicales libres se distribuye homogéneamente en el polímero y/o copolímero de propileno.
7. Un procedimiento según la reivindicación 6, en el que el iniciador de radicales libres es un peróxido usado en una cantidad de entre 500 y 10.000 partes por millón en peso de poliolefina y monómero.
- 25 8. Un procedimiento según la reivindicación 1, en el que el monómero es un compuesto etilénicamente insaturado que comprende un grupo carbonilo que está conjugado con un doble enlace del compuesto etilénicamente insaturado.
9. Un procedimiento según la reivindicación 8, en el que el monómero es seleccionado del grupo del ácido maleico, anhídrido maleico, ácido acrílico y metacrilato de glicidilo.
- 30 10. Una poliolefina funcionalizada obtenida por el procedimiento según la reivindicación 1.
11. Una poliolefina funcionalizada según la reivindicación 10 que tiene un nivel de injerto de 0,1 a 4 por ciento en peso.
- 35 12. Una fibra bicomponente que comprende un componente núcleo y un componente funda, comprendiendo dicha componente funda una poliolefina funcionalizada de la reivindicación 10.
- 40 13. Una fibra bicomponente según la reivindicación 12, en la que el componente núcleo comprende un poliéster, una poliolefina y/o una poliamida.
14. La fibra bicomponente según la reivindicación 12, en la que el componente núcleo es seleccionado del grupo constituido por un poliéster, una poliolefina, una poliamida o combinaciones de las mismas.
- 45 15. Una fibra bicomponente según la reivindicación 13, en la que el componente funda comprende una mezcla de la poliolefina funcionalizada de la reivindicación 10.
16. Una fibra bicomponente según la reivindicación 15, comprendiendo la componente funda 1 a 30 por ciento en peso, basado en el peso total de la mezcla, de la poliolefina funcionalizada.
- 50 17. Un no tejido que comprende una poliolefina funcionalizada de la reivindicación 10.
18. Un no tejido que comprende una fibra bicomponente de la reivindicación 12.
- 55 19. Un producto absorbente higiénico que comprende el no tejido de la reivindicación 18.

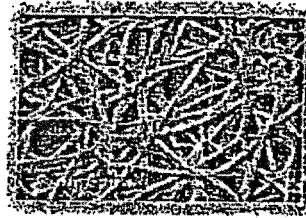
60

65

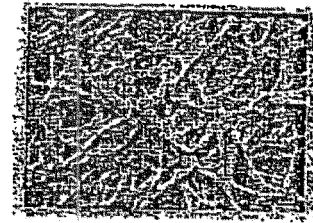
ES 2 291 945 T3



135°C



148,89°C



162,78°C
sobreunión

