



19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 320 158**

51 Int. Cl.:  
**D21H 21/22** (2006.01)  
**D21H 21/52** (2006.01)  
**D21H 21/24** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **05853117 .9**  
96 Fecha de presentación : **02.12.2005**  
97 Número de publicación de la solicitud: **1817459**  
97 Fecha de publicación de la solicitud: **15.08.2007**

54 Título: **Estructuras fibrosas que comprenden un aditivo en forma de nanopartículas.**

30 Prioridad: **02.12.2004 US 1891**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**19.05.2009**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**19.05.2009**

73 Titular/es: **The Procter and Gamble Company**  
**One Procter & Gamble Plaza**  
**Cincinnati, Ohio 45202, US**

72 Inventor/es: **Vinson, Kenneth, Douglas y**  
**Prodoehl, Michael, Scott**

74 Agente: **Elzaburu Márquez, Alberto**

ES 2 320 158 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

Estructuras fibrosas que comprenden un aditivo en forma de nanopartículas.

### 5 **Campo de la invención**

Las presente invención se refiere a un método para producir estructuras fibrosas que comprenden un aditivo en forma de nanopartícula. La presente invención se refiere a estructuras fibrosas acabadas que comprenden un aditivo sólido en forma de nanopartícula y/o productos higiénicos de papel tisú que comprenden dichas estructuras fibrosas acabadas.

### 10 **Antecedentes de la invención**

Las estructuras fibrosas, especialmente las estructuras fibrosas acabadas hilachosas suaves de baja densidad y/o productos higiénicos de papel tisú que comprenden dichas estructuras fibrosas acabadas, por ejemplo, papel higiénico y/o toallitas de papel y/o tejido facial, que comprenden aditivos son bien conocidos en la técnica.

De forma tradicional, se han incorporado aditivos en estructuras fibrosas mediante adición de aditivos a las suspensiones acuosas fibrosas antes de conformar las estructuras fibrosas.

20 Otros métodos conocidos para añadir aditivos a estructuras fibrosas incluyen el suministro de aditivos a las estructuras fibrosas mediante vehículos o portadores líquidos, especialmente acuosos. La patente EP 1 055 775 describe un método para tratar papel tisú utilizando un agente tratante basado en agua. La patente EP 0 950 391 describe una hoja cosmética que se puede preparar mediante pulverización, inmersión o recubrimiento de una hoja con una composición líquida que comprende un medio acuoso y al menos un polvo seleccionado de polímeros sintéticos y minerales naturales dispersados en el medio.

De forma alternativa, se han suministrado algunos aditivos a estructuras fibrosas en una etapa de poner en contacto, tal como imprimiendo los aditivos en las estructuras fibrosas mediante cilindros o rodillos, tales como rodillos de rotograbado, y/o aplicando con brocha los aditivos sobre las estructuras fibrosas y/o transfiriendo los aditivos desde alambres y/o correas/tejidos durante el proceso de elaboración de papel.

Con todos los procesos del estado de la técnica descritos anteriormente, existen problemas, tanto en los productos como en los procesos. En particular, el proceso de aplicar con brocha asocia de forma débil el aditivo a la estructura fibrosa de manera que el valor de deshilachado promedio de dicha estructura fibrosa es extremadamente alto y no fácilmente aceptable por los consumidores.

Además, los aditivos añadidos a estructuras fibrosas del estado de la técnica son relativamente grandes en cuanto a su tamaño de partículas promedio.

40 Por tanto, se precisa una estructura fibrosa, especialmente una estructura fibrosa acabada y/o producto higiénico de papel tisú que comprenda dicha estructura fibrosa acabada, tal como papel higiénico y/o toallita de papel, en donde la estructura fibrosa comprenda una fibra y un aditivo en forma de nanopartícula.

### **Sumario de la invención**

45 La presente invención cubre las necesidades descritas anteriormente al proporcionar un método para producir una estructura fibrosa que comprende un aditivo en forma de nanopartícula.

En un ejemplo de la presente invención, se proporciona una estructura fibrosa acabada que comprende un aditivo sólido en forma de nanopartícula producida mediante el método.

En otro ejemplo de la presente invención, se proporciona un producto higiénico de papel tisú monocapa o multicapa que comprende una estructura fibrosa acabada según la presente invención.

55 Por tanto, la presente invención proporciona estructuras fibrosas, especialmente estructuras fibrosas acabadas que comprenden un aditivo en forma de nanopartícula y/o productos higiénicos de papel tisú que comprenden dichas estructuras fibrosas acabadas.

### **Breve descripción de los dibujos**

60 La Fig. 1 es una representación en perspectiva esquemática de un ejemplo de una estructura fibrosa producida según la presente invención;

la Fig. 2 es un corte transversal de la estructura fibrosa de la Fig. 1 tomado a lo largo de la línea 2-2;

65 la Fig. 3 es una representación en perspectiva esquemática de un ejemplo de un producto higiénico de papel tisú multicapa según la presente invención con una vista transversal parcial para exponer el punto de contacto entre las capas del producto de tejido higiénico multicapa;

la Fig. 4 es un corte transversal del producto higiénico de papel tisú multicapa de la Fig. 3 tomado a lo largo de la línea 4-4; y

la Fig. 5 es un ejemplo alternativo de un corte transversal de la Fig. 4.

## Descripción detallada de la invención

### Definiciones

En la presente memoria, “aditivo” significa un material que está presente en y/o sobre una estructura fibrosa a niveles bajos. Por ejemplo, un aditivo es un material que está presente en y/o sobre una estructura fibrosa a niveles de menos de 50% y/o menos de 45% y/o menos de 40% y/o menos de 30% y/o menos de 20% y/o menos de 10% y/o menos de 5% y/o menos de 3% y/o menos de 1% y/o menos de 0,5% a aproximadamente 0%, en peso de la estructura fibrosa.

En la presente memoria, “aditivo en forma de nanopartícula” significa un aditivo que presenta un tamaño de partículas promedio de menos de aproximadamente  $1\ \mu\text{m}$  y/o menos de aproximadamente  $0,9\ \mu\text{m}$  (900 nm) y/o menos de aproximadamente  $0,5\ \mu\text{m}$  (500 nm) y/o menos de aproximadamente  $0,4\ \mu\text{m}$  (400 nm) y/o de aproximadamente  $1\ \mu\text{m}$  a aproximadamente  $0,005$  (5 nm) y/o de aproximadamente 900 nm a aproximadamente 100 nm y/o de aproximadamente 800 nm a aproximadamente 200 nm.

En la presente memoria, “aditivo sólido” significa un aditivo que es capaz de ser aplicado a una superficie de una estructura fibrosa en una forma sólida. En otras palabras, el aditivo sólido de la presente invención puede ser administrado directamente a una superficie de una estructura fibrosa sin que esté presente una fase líquida, es decir, sin fundir el aditivo sólido y sin suspender el aditivo sólido en un vehículo o portador líquido. Como tal, el aditivo sólido de la presente invención no requiere un vehículo o portador líquido o en estado líquido para ser suministrado a una superficie de una estructura fibrosa. El aditivo sólido de la presente invención puede ser suministrado mediante un gas o combinaciones de gases. Para los fines de la presente invención, el suministro de un aditivo, líquido y/o sólido, a una suspensión acuosa de fibras utilizada para producir una estructura fibrosa no está abarcado por esta expresión. No obstante, un aditivo de este tipo puede estar presente en una estructura fibrosa acabada siempre que la estructura fibrosa acabada comprenda también un aditivo sólido según se define en la presente memoria. Además, un aditivo, líquido y/o sólido, suministrado a una estructura fibrosa mediante un vehículo líquido, tal como una emulsión de látex, puede estar presente en una estructura fibrosa acabada siempre que la estructura fibrosa acabada también comprenda un aditivo sólido según se define en la presente memoria. Además, un aditivo, líquido y/o sólido, suministrado a una estructura fibrosa mediante fusión, tal como un adhesivo de fusión en caliente, puede estar presente en una estructura fibrosa acabada siempre que la estructura fibrosa acabada comprenda también un aditivo sólido según se define en la presente memoria. De forma más simplificada, un aditivo sólido es un aditivo que cuando se coloca en un recipiente, no adopta la forma del recipiente.

En la presente memoria, “densidad” o “densidad aparente” significa la masa por unidad de volumen de un material. Para las estructuras fibrosas, la densidad o densidad aparente se puede calcular dividiendo el peso por unidad de superficie de una muestra de estructura fibrosa por el espesor de la muestra de estructura fibrosa, incorporando en el cálculo las conversiones apropiadas. La densidad y/o densidad aparente utilizadas en la presente memoria tienen la unidad de  $\text{g}/\text{cm}^3$ . La densidad de un material, tal como un aditivo sólido según la presente invención, se determina según el método de ensayo de densidad descrito en la presente memoria. De nuevo, la unidad de densidad de un material utilizada en la presente memoria es  $\text{g}/\text{cm}^3$ .

En la presente memoria, el “tamaño de partículas promedio” o la “media del tamaño de las partículas” de un material, tal como un aditivo sólido según la presente invención, se determina según el método de ensayo del tamaño de partículas promedio descrito en la presente memoria. La unidad utilizada en la presente memoria para el tamaño de partículas promedio es  $\mu\text{m}$ .

La “esfericidad”, simbolizada como “ $\Phi_s$ ”, es un término que en la presente memoria se refiere a la forma de un aditivo sólido. La esfericidad se define como:

$$\Phi_s = \frac{6V_p}{D_p S_p}$$

en donde:  $D_p$  equivale al diámetro esférico de un aditivo sólido,  $S_p$  es la superficie específica del aditivo sólido y  $V_p$  es el volumen del aditivo sólido. El diámetro esférico equivalente se define como el diámetro de una esfera que tiene el mismo volumen que el aditivo sólido.  $D_p$  se aproxima estrechamente mediante el tamaño nominal basado en análisis granulométrico por tamizado o análisis microscópico. Los expertos en la técnica reconocerán que la superficie específica se puede determinar fácilmente mediante mediciones de adsorción o a partir de la caída de presión en un lecho de aditivo sólidos. La esfericidad varía entre 0 y 1. Un aditivo sólido perfectamente esférico presenta una esfericidad de 1; las desviaciones de esfera perfecta, por ejemplo, materiales laminares tales como mica, arcilla o talco, poseen esfericidad mucho menor.

## ES 2 320 158 T3

En la presente memoria, “fibra” significa un material en forma de partículas alargadas que tienen una longitud aparente mucho mayor que su diámetro aparente, es decir, una relación entre longitud y diámetro de al menos aproximadamente 10. Una fibra puede ser un aditivo sólido. Son comunes las fibras que tienen una sección transversal no circular; se puede considerar que el “diámetro” en este caso es el diámetro de un círculo que tiene área de sección transversal igual al área de sección transversal de la fibra. Más específicamente, en la presente memoria “fibra” se refiere a fibras para elaborar papel. La presente invención contempla el uso de una variedad de fibras para elaborar papel, tales como, por ejemplo, fibras naturales o fibras sintéticas, o cualquier otra fibra adecuada y cualquier combinación de las mismas.

Fibras naturales para elaborar papel útiles en la presente invención incluyen fibras animales, fibras minerales, fibras vegetales y mezclas de las mismas. Fibras animales se pueden seleccionar, por ejemplo, del grupo que consiste en: lana, seda y mezclas de las mismas. Fibras vegetales se pueden derivar, por ejemplo, de una planta seleccionada del grupo que consiste en: madera, algodón, linters de algodón, lino, sisal, abacá, cáñamo, hesperaloe, yute, bambú, bagazo, kudzu, maíz, sorgo, calabaza, agave, lufa y mezclas de las mismas.

Las fibras de madera, a menudo denominadas pastas de madera, incluyen pastas químicas tales como pastas de kraft (sulfato) y al sulfito, así como pastas mecánicas y semiquímicas incluyendo, por ejemplo, pasta mecánica de desfibrador, pasta termomecánica, pasta químico-mecánica (CMP), pasta químico-termomecánica (CTMP), pasta al sulfito semiquímica neutra (NSCS). Se pueden preferir las pastas químicas, no obstante, pues transmiten una sensación táctil de suavidad superior a las hojas de papel tisú hechas a partir de las mismas. Se pueden utilizar pastas derivadas de árboles de hoja caduca (a continuación, denominados también “madera dura”) y de árboles coníferos (a continuación, denominados también “madera blanda”). Las fibras de madera dura y de madera blanda pueden estar mezcladas o, de forma alternativa, depositadas en capas para obtener una banda estratificada y/o laminada. Las patentes US-4.300.981 y US-3.994.771 describen laminado de fibras de madera dura y madera blanda. También se pueden aplicar a la presente invención fibras derivadas de papel reciclado, que puede contener cualquiera o todas las categorías anteriores así como otros materiales no fibrosos tales como cargas y adhesivos utilizados para facilitar la elaboración de papel original.

Las fibras de pasta de madera pueden ser cortas (típicas de fibras de madera dura) o largas (típicas de fibras de madera blanda). Ejemplos no limitativos de fibras cortas incluyen fibras derivadas de fuentes de fibra seleccionadas del grupo que consiste en acacia, eucalipto, arce, roble, álamo temblón, abedul, álamo, aliso, fresno, cerezo, olmo, nogal americano, álamo blanco, árbol del caucho, nogal, robinia, sicomoro, haya, catalpa, sasafrás, gmelina, albizia, Anthocephalus y magnolia. Ejemplos no limitativos de fibras largas incluyen fibras derivadas de pino, abeto, tamarack, tsuga oriental, ciprés y cedro. Se pueden preferir las fibras de madera blanda derivadas de procesos kraft y originadas en climas más nortefños. Estas fibras se denominan a menudo pastas kraft de madera blanda (NSK).

Las fibras sintéticas se pueden seleccionar del grupo que consiste en: fibras hiladas en húmedo, fibras hiladas en seco, fibras hiladas fundidas (incluyendo fundidas por soplado), fibras de pasta sintética y mezclas de las mismas. Las fibras sintéticas pueden comprender, por ejemplo, celulosa (a menudo denominada “rayón”); derivados de celulosa tales como ésteres, éter o derivados nitrosos; poliolefinas (incluyendo polietileno y polipropileno); poliésteres (incluyendo poli(tereftalato de etileno)); poliamidas (a menudo denominadas “nylon”); acrílicos; carbohidratos poliméricos no celulósicos (tales como almidón, quitina y derivados de quitina tales como quitosana), y mezclas de los mismos.

Los términos “longitud de fibra”, “longitud de fibra promedio” y “longitud de fibra media ponderal” se utilizan de forma intercambiable en la presente memoria y todos están previstos para representar la “longitud de fibra promedio ponderada por longitud” según se determina, por ejemplo, mediante un analizador de fibras Kajaani FiberLab comercializado por Metso Automation, Kajaani Finlandia. Las instrucciones suministradas con la unidad detallan la fórmula utilizada para llegar a este promedio. El método recomendado para medir la longitud de fibra utilizando este instrumento es prácticamente el mismo que el detallado por el fabricante del FiberLab en su manual de operación. Las consistencias recomendadas para cargar el FiberLab son algo menores que las recomendadas por el fabricante pues así se consigue una operación más fiable. Las aportaciones de fibra corta, según se define en la presente memoria, deben ser diluidas al 0,02-0,04% antes de cargar el instrumento. Las aportaciones de fibra larga, según se define en la presente memoria, deben ser diluidas al 0,15%-0,30%. De forma alternativa, la longitud de fibra se puede determinar enviando las fibras cortas a un laboratorio independiente, tal como Integrated Paper Services, Appleton, Wisconsin.

Ejemplos no limitativos de fibras adecuadas utilizadas en la presente invención incluyen fibras que presentan una longitud de fibra promedio de menos de aproximadamente 5 mm y/o menos de aproximadamente 3 mm y/o menos de aproximadamente 1,2 mm y/o menos de aproximadamente 1,0 mm y/o de aproximadamente 0,4 mm a aproximadamente 5 mm y/o de aproximadamente 0,5 mm a aproximadamente 3 mm y/o de aproximadamente 0,5 mm a aproximadamente 1,2 mm y/o de aproximadamente 0,6 mm a aproximadamente 1,0 mm.

En la presente memoria, “estructura fibrosa” significa una estructura que comprende una o más fibras. Ejemplos no limitativos de procesos para elaborar estructuras fibrosas incluyen procesos conocidos para elaborar papel mediante tendido en húmedo y procesos para elaborar papel mediante tendido al aire. Estos procesos incluyen de forma típica etapas de preparar una composición de fibras, a menudo denominada suspensión acuosa de fibras en procesos de tendido en húmedo, tanto húmedas como secas, y después depositar una pluralidad de fibras sobre un alambre o correa de conformación de manera que se forme una estructura fibrosa embrionaria, secar y/o ligar las fibras entre sí de manera que se forme una estructura fibrosa y/o procesar de forma adicional la estructura fibrosa de manera que se forme una estructura fibrosa acabada. Por ejemplo, en procesos para elaborar papel típicos, la estructura fibrosa acabada es la

## ES 2 320 158 T3

estructura fibrosa que se enrolla sobre el carrete al final de la elaboración de papel, pero antes de ser convertida en un producto higiénico de papel tisú. Los expertos en la técnica podrán apreciar que el papel fino, tal como papel para escribir y/u otro papel que no es adecuado de forma típica para su uso en productos higiénicos de papel tisú, puede ser excluido del ámbito de la presente invención, especialmente porque el valor de deshilachado típico de tal papel “fino” es inferior a 1. En un ejemplo, la estructura fibrosa es una estructura fibrosa tendida en húmedo.

El “producto higiénico de papel tisú” comprende una o más estructuras fibrosas acabadas, convertidas o no, y es útil como utensilio limpiador para limpieza post-urinaria y post-deposición intestinal (papel higiénico), para descargas otorrinolaringológicas (tejido facial) y para usos limpiadores y absorbentes multifuncionales (toallitas absorbentes).

La expresión “peso por unidad de superficie” en la presente memoria es el peso por unidad de área de una muestra indicado en lbs/3.000 ft<sup>2</sup> o g/m<sup>2</sup>. El peso por unidad de superficie se mide preparando una o más muestras de un área determinada (m<sup>2</sup>) y midiendo la(s) muestra(s) de una estructura fibrosa según la presente invención y/o un producto higiénico de papel tisú que comprende dicha estructura fibrosa en una balanza de carga superior con una resolución mínima de 0,01 g. La balanza se protege de corrientes de aire y otras alteraciones mediante un elemento barrera. Los pesos se registran una vez que las lecturas en la balanza son constantes. Se calcula el peso promedio (g) y se mide el área promedia (m<sup>2</sup>) de las muestras. El peso por unidad de superficie (g/m<sup>2</sup>) se calcula dividiendo el peso promedio (g) entre el área promedia de las muestras (m<sup>2</sup>).

La expresión “dirección de la máquina” o “MD” en la presente memoria significa la dirección paralela al flujo de la estructura fibrosa a través de la máquina para elaborar papel y/o equipo para fabricar productos.

La expresión “dirección transversal a la máquina” o “CD” en la presente memoria significa la dirección perpendicular a la dirección de la máquina en el mismo plano de la estructura fibrosa y/o producto higiénico de papel tisú que comprende la estructura fibrosa.

La “resistencia a la tracción en seco” (o simplemente “resistencia a la tracción” en la presente memoria) de una estructura fibrosa y/o producto higiénico de papel tisú se mide de la siguiente manera. Se proporcionan tiras de 2,5 cm X 12,7 cm (una (1) pulgada por cinco (5) pulgadas) de estructura fibrosa y/o producto higiénico de papel tisú. Se coloca la tira en un modulómetro electrónico modelo 1122 comercializado por Instron Corp., Canton, Massachusetts, en una sala acondicionada a una temperatura de aproximadamente 28°C ± 2,2°C (73°F ± 4°F) y a una humedad relativa de 50% ± 10%. La velocidad de cruceta del modulómetro es aproximadamente 5,1 cm/min (2,0 pulgadas por minuto) y la longitud del calibre es de aproximadamente 10,2 cm (4,0 pulgadas). La resistencia a la tracción en seco se puede medir en cualquier dirección mediante este método. La “resistencia a la tracción en seco total” o “TDT” es el caso especial determinado por el total aritmético de las resistencias a la tracción MD y CD de las tiras.

El “estiramiento con carga máxima” (o simplemente “estiramiento”) en la presente memoria se determina mediante la siguiente fórmula:

$$\frac{\text{Longitud de estructura fibrosa}_{pL} - \text{Longitud de estructura fibrosa}_i}{\text{Longitud de estructura fibrosa}_i} \times 100$$

en donde:

Longitud de estructura fibrosa<sub>pL</sub> es la longitud de la estructura fibrosa con carga máxima;

Longitud de estructura fibrosa<sub>i</sub> es la longitud inicial de la estructura fibrosa antes del estiramiento;

Se observa la longitud de la estructura fibrosa<sub>pL</sub> y la longitud de la estructura fibrosa<sub>i</sub> mientras se realiza una medición de tracción como se ha indicado anteriormente. El modulómetro calcula el estiramiento con carga máxima. Básicamente, el modulómetro calcula los estiramientos mediante la fórmula anterior.

“Espesor” en la presente memoria significa el espesor macroscópico de una muestra. El espesor de una muestra de estructura fibrosa según la presente invención se determina cortando una muestra de la estructura fibrosa de manera que sea de mayor tamaño que una superficie de carga de pie de carga donde la superficie de carga del pie de carga tiene una superficie específica circular de aproximadamente 20,3 cm<sup>2</sup> (3,14 in<sup>2</sup>). La muestra se confina entre una superficie plana horizontal y la superficie de carga del pie de carga. La superficie de carga del pie de carga aplica una presión de confinamiento a la muestra de 1,45 kPa (15,5 g/cm<sup>2</sup> (aproximadamente 0,21 psi)). El calibre es el vacío resultante entre la superficie plana y la superficie de carga del pie de carga. Estas mediciones se pueden obtener en un comprobador de espesor electrónico VIR, modelo II, comercializado por Thwing-Albert Instrument Company, Philadelphia, PA. La medición del espesor se repite y registra al menos cinco (5) veces de manera que se pueda calcular un espesor promedio. El resultado se expresa en milímetros.

La “superficie de una estructura fibrosa acabada” en la presente memoria significa la parte de la estructura fibrosa acabada que está expuesta al entorno externo. En otras palabras, la superficie de una estructura fibrosa acabada es la parte de la estructura fibrosa acabada que no está completamente rodeada por otras partes de la estructura fibrosa acabada.

## ES 2 320 158 T3

El término “capa” o “capas” en la presente memoria significa una estructura fibrosa acabada individual que se va a disponer de forma opcional en una relación prácticamente contigua de cara a cara con otras capas, conformando un producto de estructura fibrosa acabada y/o producto higiénico de papel tisú de múltiples capas. También se contempla que una única estructura fibrosa puede formar eficazmente dos “capas” o múltiples “capas”, por ejemplo, estando plegada sobre sí misma.

Todos los porcentajes y relaciones se calculan en peso salvo que se indique lo contrario. Todos los porcentajes y relaciones se calculan con respecto a la composición total salvo que se indique lo contrario.

Salvo que se indique lo contrario, todos los niveles del componente o de la composición se refieren a un nivel activo de ese componente o composición excluidas las impurezas, por ejemplo, disolventes residuales o subproductos, que pueden estar presentes en las fuentes comerciales.

### *Estructuras fibrosas acabadas que comprenden un aditivo sólido*

Como muestra la Fig. 1, en un ejemplo de la presente invención, una estructura fibrosa (10) acabada comprende un componente (12) de fibra que comprende una fibra (14) y un componente (16) de aditivo que comprende un aditivo (18) sólido. El aditivo (18) sólido puede estar unido, de forma física y/o química, a una o más fibras (14).

La estructura fibrosa (10) acabada puede comprender una primera superficie (20) y una segunda superficie (22) opuesta a la primera superficie (20) como muestra la Fig. 2. El aditivo (18) sólido puede estar presente en una superficie de la estructura fibrosa acabada, tal como la primera superficie (20), a un nivel en peso superior que dentro de la estructura fibrosa (10) acabada, según el método de ensayo para determinar la concentración superficial de aditivo sólido.

Con fines de explicación y/o claridad, los aditivos (18) sólidos se muestran en una naturaleza dispersa, pero la concentración de aditivos (18) sólidos en la primera superficie (20) de la estructura fibrosa (10) acabada y/o la segunda superficie (22) de la estructura fibrosa (10) acabada puede ser tal que la totalidad de la superficie específica o casi la totalidad del área superficial de la primera superficie (20) y/o la segunda superficie (22) puede estar en contacto con los aditivos (18) sólidos.

Como muestra la Fig. 3, en un ejemplo de la presente invención, un producto (24) higiénico de papel tisú multicapa comprende una primera capa de una estructura fibrosa (26) acabada y una segunda capa de una estructura fibrosa (28) acabada. La primera capa (26) comprende una estructura fibrosa acabada según la presente invención, tal como se muestra y describe en las Fig. 1 y 2. Una superficie de la primera capa (26) que comprende el aditivo (18) sólido puede formar una superficie interior del producto (24) higiénico de papel tisú multicapa, como muestran las Fig. 3 y 4, o una superficie exterior del producto (24) higiénico de papel tisú multicapa, como muestra la Fig. 5. En un ejemplo, la segunda capa de una estructura fibrosa (28) acabada puede comprender una estructura fibrosa acabada según la presente invención. Su orientación dentro del producto (24) higiénico de papel tisú multicapa puede ser similar o diferente de la de la primera capa (26). Aunque las Fig. 3-5 ilustran solamente un producto higiénico de papel tisú multicapa de dos capas, el experto en la técnica apreciará que los productos higiénicos de papel tisú de tres capas y otros multicapa están abarcados por la presente invención.

El aditivo sólido puede estar presente en una superficie de una estructura fibrosa acabada en un diseño aleatorio o uniforme. Un aditivo sólido puede estar presente en una superficie de una estructura fibrosa acabada en un diseño aleatorio y un aditivo sólido diferente puede estar presente en la superficie en un diseño uniforme.

Tipos no limitativos de estructuras fibrosas acabadas según la presente invención incluyen estructuras fibrosas prensadas de fieltro de forma convencional, estructuras fibrosas densificadas con diseños y estructuras fibrosas no compactadas de elevado volumen. Las estructuras fibrosas puede ser de estructura homogénea o multilaminada (dos o tres o más capas) y los productos higiénicos de papel tisú hechos a partir de las mismas pueden ser de estructura monocapa o multicapa.

Las estructuras fibrosas acabadas y/o productos higiénicos de papel tisú de la presente invención pueden presentar un peso por unidad de superficie de entre aproximadamente 10 g/m<sup>2</sup> a aproximadamente 120 g/m<sup>2</sup> y/o de aproximadamente 14 g/m<sup>2</sup> a aproximadamente 80 g/m<sup>2</sup> y/o de aproximadamente 20 g/m<sup>2</sup> a aproximadamente 60 g/m<sup>2</sup>.

Las estructuras fibrosas acabadas y/o productos higiénicos de papel tisú de la presente invención pueden presentar una resistencia a la tracción en seco total superior a aproximadamente 59 g/cm (150 g/in) y/o de aproximadamente 78 g/cm (200 g/in) a aproximadamente 394 g/cm (1.000 g/in) y/o de aproximadamente 98 g/cm (250 g/in) a aproximadamente 335 g/cm (850 g/in).

La estructura fibrosa acabada y/o producto higiénico de papel tisú de la presente invención puede presentar una densidad de menos de aproximadamente 0,60 g/cm<sup>3</sup> y/o menos de aproximadamente 0,30 g/cm<sup>3</sup> y/o menos de aproximadamente 0,20 g/cm<sup>3</sup> y/o menos de aproximadamente 0,10 g/cm<sup>3</sup> y/o menos de aproximadamente 0,07 g/cm<sup>3</sup> y/o menos de aproximadamente 0,05 g/cm<sup>3</sup> y/o de aproximadamente 0,01 g/cm<sup>3</sup> a aproximadamente 0,20 g/cm<sup>3</sup> y/o de aproximadamente 0,02 g/cm<sup>3</sup> a aproximadamente 0,10 g/cm<sup>3</sup>.

## ES 2 320 158 T3

Las estructuras fibrosas acabadas y/o productos higiénicos de papel tisú de la presente invención pueden presentar un estiramiento con carga máxima de al menos aproximadamente 10% y/o al menos aproximadamente 15% y/o al menos aproximadamente 20% y/o de aproximadamente 10% a aproximadamente 70% y/o de aproximadamente 10% a aproximadamente 50% y/o de aproximadamente 15% a aproximadamente 40% y/o de aproximadamente 20% a aproximadamente 40%.

Los aditivos sólidos presentes en las estructuras fibrosas acabadas de la presente invención y/o productos higiénicos de papel tisú que comprenden dichas estructuras fibrosas acabadas pueden estar asociados con las estructuras fibrosas acabadas de tal manera que poco o ningún aditivo sólido se separa de las estructuras fibrosas acabadas como polvo.

En un ejemplo, la estructura fibrosa acabada de la presente invención es una estructura fibrosa densificada con diseño caracterizada por tener una región de elevado volumen de densidad de fibra relativamente baja y una serie de regiones densificadas de densidad de fibra relativamente alta. El campo de elevado volumen se caracteriza como un campo de regiones de almohada. Las zonas densificadas reciben el nombre de regiones de nudillo. Las regiones de nudillo presentan densidad superior a las regiones de almohada. Las zonas densificadas pueden estar separadas de forma discreta en el interior del campo de elevado volumen o pueden estar interconectadas, total o parcialmente, en el interior del campo de elevado volumen. De forma típica, de aproximadamente 8% a aproximadamente 65% de la superficie de estructura fibrosa comprende nudillos densificados, los nudillos pueden presentar una densidad relativa de al menos 125% de la densidad del campo de elevado volumen. Los procesos para elaborar estructuras fibrosas densificadas con diseño son bien conocidos en la técnica como ilustran las patentes US-3.301.746, US-3.974.025, US-4.191.609 y US-4.637.859.

La estructura fibrosa acabada puede presentar regiones de densidad superior en comparación con otras regiones del interior de la estructura fibrosa acabada y un aditivo sólido puede estar presente en las regiones de densidad superior a un nivel en peso superior al nivel de porcentaje en peso del aditivo sólido en las demás regiones de la estructura fibrosa acabada. Por ejemplo, el aditivo sólido puede estar presente en las regiones de nudillo de una estructura fibrosa acabada a un nivel de porcentaje en peso diferente que en las regiones de almohada de la estructura fibrosa acabada.

### *Aditivo sólido*

Ejemplos no limitativos de aditivos sólidos en forma de nanopartícula adecuados pueden seleccionarse del grupo que consiste en: cargas, tintas, tintes, medicinas, opacificantes, abrasivos, adhesivos, aditivos de resistencia en húmedo, aditivos de resistencia en seco, coadyuvantes de control de olores (tales como carbón activado y/o carbón vegetal y/o zeolitas), coadyuvantes para la absorberencia, lociones, suavizantes, partículas con reducida energía superficial, agentes modificadores de la fricción superficial, agentes antivirucidas, agentes de perfume, agentes para el cuidado de la piel, polímeros de carbohidrato, agentes antibacterianos, polímeros hidrófobos y mezclas de los mismos.

En un ejemplo, el aditivo sólido es un material hidroactivado. En otras palabras, el aditivo sólido cambia sus propiedades químicas y/o físicas al ser expuesto a un determinado nivel de un líquido, tal como agua.

En otro ejemplo, el aditivo sólido es un material activado térmicamente. En otras palabras, el aditivo sólido cambia sus propiedades químicas y/o físicas al ser expuesto a una temperatura determinada.

Ejemplos no limitativos de cargas incluyen arcillas y/o talco. Ejemplos no limitativos de arcillas adecuadas incluyen arcillas de tipo caolina, arcillas de tipo bentonita (p. ej., arcillas de tipo laponita comercializadas por Southern Clay) y mezclas de las mismas. Las arcillas pueden estar modificadas, tal como modificadas químicamente y/o modificadas físicamente, o pueden estar sin modificar.

Ejemplos no limitativos de opacificantes incluyen dióxido de titanio.

Ejemplos no limitativos de adhesivos, que también pueden funcionar como agentes de resistencia en seco y/o en húmedo, incluyen polímeros termoplásticos, ejemplos no limitativos de los cuales incluyen poliolefinas, poliésteres, poliamidas, poliuretanos y mezclas de los mismos y/o polímeros termoendurecibles, ejemplos no limitativos de los cuales incluyen poliésteres, poliuretanos, epoxi y mezclas de los mismos.

Ejemplos no limitativos de coadyuvantes para la absorberencia incluyen materiales superabsorbentes, ejemplos no limitativos de los cuales incluyen éteres de celulosa reticulada, poliácridatos y mezclas de los mismos.

Ejemplos no limitativos de partículas con reducida energía superficial incluyen partículas de polímero fluorocarbonado, partículas de polímero de silicona y mezclas de las mismas. En un ejemplo, la partícula de polímero fluorocarbonado comprende politetrafluoroetileno (PTFE). En un ejemplo, la partícula de polímero de silicona comprende polidimetilsiloxano.

Ejemplos no limitativos de polímeros hidrófobos incluyen poliuretanos aniónicos, catiónicos, no iónicos y de anfóteros, acrílicos de poliuretano, poliuretano-polivinilpirrolidonas, poliésteres, poliéster-poliuretanos, poliesteramidas, poliésteres de cadena grasa en donde la cadena grasa comprende al menos doce (12) átomos de carbono, resinas de poliamida, adipatos de etilenglicol, adipatos de polietilenglicol, productos de reacción de copolímeros aleatorios de óxido de alquileño y alcohol, politrietilenglicoles, polietilenglicoles y mezclas de los mismos.

## ES 2 320 158 T3

Ejemplos no limitativos de polímeros de carbohidrato incluyen almidón, derivados de almidón, celulosa, derivados de celulosa, guar, xantano, arabinogalactano, carragenato, quitina, derivados de quitina, quitosana, derivados de quitosana y mezclas de los mismos.

5 En un ejemplo, la densidad del aditivo sólido puede ser de menos de aproximadamente  $7 \text{ g/cm}^3$  y/o menos de aproximadamente  $5 \text{ g/cm}^3$  y/o menos de aproximadamente  $4 \text{ g/cm}^3$  y/o menos de aproximadamente  $3 \text{ g/cm}^3$  y/o menos de aproximadamente  $2 \text{ g/cm}^3$  y/o menos de aproximadamente  $1 \text{ g/cm}^3$  a aproximadamente  $0,001 \text{ g/cm}^3$  y/o a aproximadamente  $0,01 \text{ g/cm}^3$  y/o a aproximadamente  $0,1 \text{ g/cm}^3$  y/o a aproximadamente  $0,5 \text{ g/cm}^3$ .

10 En un ejemplo, el aditivo sólido presenta una esfericidad de menos de 1 y/o menos de aproximadamente 0,8 y/o menos de aproximadamente 0,6 y/o menos de aproximadamente 0,5 y/o menos de aproximadamente 0,3.

15 La estructura fibrosa acabada puede comprender dos o más aditivos sólidos diferentes. Tales aditivos sólidos diferentes pueden diferir entre sí por su composición química, relación dimensional, tamaño de partículas promedio, esfericidad y/o densidad. Al menos uno de los aditivos sólidos puede funcionar como un agente fluidizador para facilitar la fluidización y mejorar el suministro a la superficie de la estructura fibrosa de al menos uno de los demás aditivos sólidos.

20 La estructura fibrosa acabada puede comprender un aditivo sólido y un agente fluidizador, en donde el agente fluidizador presenta una densidad que es superior a la densidad del aditivo sólido sin el agente fluidizador.

25 La estructura fibrosa acabada puede comprender un aditivo sólido y un agente fluidizador, en donde el agente fluidizador presenta un tamaño de partículas promedio que es inferior al tamaño de partículas promedio del aditivo sólido sin el agente fluidizador.

La estructura fibrosa acabada puede comprender un aditivo sólido y un agente fluidizador, en donde el agente fluidizador presenta una esfericidad inferior a la esfericidad del aditivo sólido sin el agente fluidizador.

30 En un ejemplo, el aditivo sólido comprende un polímero de carbohidrato, tal como un almidón de aditivo sólido, y un mineral inorgánico, por ejemplo, arcilla de tipo caolina. Generalmente, la arcilla, tal como arcilla de tipo caolina, presenta un tamaño de partículas promedio menor, mayor densidad y una esfericidad menor que los polímeros de carbohidrato.

### 35 *Aditivos no sólidos*

Además de los aditivos sólidos, las estructuras fibrosas acabadas de la presente invención pueden comprender aditivos no sólidos adecuados que son conocidos en la técnica.

### 40 *Ejemplo de síntesis para elaborar una estructura fibrosa acabada*

El siguiente ejemplo ilustra la preparación de un producto higiénico de papel tisú que comprende una estructura fibrosa acabada según la presente invención en una máquina Fourdrinier para elaborar estructuras fibrosas de escala piloto.

45 Se elabora una suspensión acuosa de NSK de aproximadamente 3% de consistencia utilizando una repulpeadora convencional y se pasa a través de un tubo de alimentación hacia la caja de cabecera de la Fourdrinier.

50 Para transmitir resistencia en húmedo temporal a la estructura fibrosa acabada, se prepara una dispersión al 1% de aditivo de resistencia en húmedo temporal (p. ej., Parez®) y se añade al tubo de alimentación de NSK a una velocidad suficiente para suministrar 0,3% de aditivo de resistencia en húmedo temporal con respecto al peso en seco de las fibras de NSK. La absorción del aditivo de resistencia en húmedo temporal se mejora pasando la suspensión acuosa tratada a través de un mezclador en línea.

55 Se elabora una suspensión acuosa de fibras de eucalipto de aproximadamente 3% en peso, utilizando una repulpeadora convencional.

60 Las fibras de NSK se diluyen con agua blanca en la entrada de una bomba de cabeza de máquina hasta una consistencia de aproximadamente 0,15% con respecto al peso total de la suspensión acuosa de fibras de NSK. Las fibras de eucalipto, asimismo, se diluyen con agua blanca a la entrada de una bomba de cabeza de máquina hasta conseguir una consistencia de aproximadamente 0,15% con respecto al peso total de la suspensión acuosa de fibras de eucalipto. La suspensión acuosa de eucalipto y la suspensión acuosa de NSK son dirigidas a una caja de cabecera en niveles capaz de mantener las suspensiones acuosas como corrientes separadas hasta que son depositadas sobre un tejido conformador en la Fourdrinier.

65 La máquina para elaborar estructuras fibrosas tiene una caja de cabecera en niveles que tiene una cámara superior, una cámara central y una cámara inferior. La suspensión acuosa de fibras de eucalipto se bombea a través de las cámaras superior e inferior de la caja de cabecera y, de forma simultánea, la suspensión acuosa de fibras de NSK se bombea a través de la cámara central de la caja de cabecera y se suministra en relación superpuesta sobre el alambre

## ES 2 320 158 T3

de la Fourdrinier para formar sobre el mismo una banda embrionica de tres capas, donde aproximadamente el 70% está compuesto de las fibras de eucalipto y 30% está compuesto de las fibras de NSK. Esta combinación da lugar a una longitud de fibra promedio de aproximadamente 1,6 mm. La desecación ocurre a través del alambre de la Fourdrinier y está asistida por un deflector y cajas de vacío. El alambre de la Fourdrinier es de una configuración de tejido raso de 5 caladas que tiene 87 monofilamentos en dirección de la máquina y 76 monofilamentos en dirección transversal a la máquina por 2,5 cm (pulgadas), respectivamente. La velocidad del alambre de la Fourdrinier es aproximadamente 229 m/min (750 fpm) (pies por minuto).

La banda húmeda embrionica se transfiere desde el alambre de la Fourdrinier, a una consistencia de fibra de aproximadamente 15% en el punto de transferencia, a un tejido secador con diseño. La velocidad del tejido secador con diseño es la misma que la velocidad del alambre de la Fourdrinier. El tejido secador está diseñado para producir un tejido densificado con diseño con zonas desviadas de baja densidad discontinuas dispuestas en el interior de una red continua de zonas (nudillos) de alta densidad. Este tejido secador se forma moldeando una superficie de resina impermeable sobre un tejido de soporte de malla de fibras. El tejido de soporte es una malla de dos capas de 45 x 52 filamentos. El espesor del molde de resina es aproximadamente 0,30 mm (12 mils) por encima del tejido de soporte. Un proceso adecuado para elaborar el tejido secador con diseño se describe en la solicitud publicada US 2004/0084167 A1.

Después se lleva a cabo desecación mediante drenaje asistido con vacío hasta que la banda tiene una consistencia de fibras de aproximadamente 30%.

Mientras continúa en contacto con el tejido secador con diseño, la banda se seca previamente mediante secadores previos de insuflado de aire hasta conseguir una consistencia de fibras de aproximadamente 65% en peso.

Cuando la banda sale de los secadores de insuflado, se aplica aditivo sólido utilizando un aplicador electrostático VersaSpray 2 y controlador SureCoat de Nordson Corporation of Amherst, Ohio. El aditivo sólido en este ejemplo es una mezcla de 85% de almidón de maíz y 15% de caolina. El almidón de maíz es comercializado con el nombre International PFP por Pocahontas Food Products of Richmond VA. La caolina es comercializada con el nombre WP Dry por Imerys of Roswell, GA. El almidón y la caolina se mezclan completamente y se colocan en una tolva modelo HR-8-80 de Nordson Corporation. Se utiliza una cantidad mínima de presión de aire (de 0,003 MPa (1/2 psi) a 0,14 MPa (20 psi)) para fluidizar el aditivo sólido en la tolva.

Se introducen los ajustes de 95 kV y 50  $\mu$ A en el controlador SureCoat para configurar una carga de corona negativa en la punta del aplicador electrostático VersaSpray 2. Una bomba Venturi con 5 mm de diámetro de orificio transporta aditivo sólido de la tolva a la banda. La presión de aire de caudal de 0,14 MPa (20 psi) y la presión de aire de pulverizador de 0,10 MPa (15 psi) proporcionan aproximadamente 175 g/min de aditivo sólido a la salida de cada bomba Venturi. Se utilizan boquillas pulverizadoras en abanico con abertura de 2,5 mm X 13 mm para dirigir el flujo de aditivo sólido a la banda. Las boquillas están separadas en 7,62 cm (3") de la banda, de forma ortogonal al plano de la banda, y apuntan hacia el borde posterior de una ranura rectangular de 1,59 cm (5/8") en una caja de vacío colocada detrás del tejido secador con diseño. La pulverización plana de aditivo sólido se alinea de forma paralela a la dirección transversal de la banda. Se aplica un vacío de 0,03 MPa (10 pulgadas de Hg) a la caja de vacío. El vacío captura la mayoría del aditivo sólido que no permanece con la banda. A una retención de primera pasada de 50%, se aplican aproximadamente 4 g/m<sup>2</sup> de aditivos sólidos a los 21 g/m<sup>2</sup> de fibra.

La banda semiseca se transfiere entonces a la secadora Yankee y se adhiere a la superficie de la secadora Yankee con un secador crespado pulverizado. El adhesivo crespado es una dispersión acuosa con las sustancias activas que consisten en aproximadamente 22% de poli(alcohol vinílico), aproximadamente 11% de CREPETROL A3025 y aproximadamente 67% de CREPETROL R6390. CREPETROL A3025 y CREPETROL R6390 son comercializados por Hercules Incorporated of Wilmington, Del. El adhesivo crespado se suministra a la superficie de la Yankee a una velocidad de aproximadamente 0,15% de sólidos de adhesivo con respecto al peso seco de la banda. La consistencia de fibras aumenta a aproximadamente 97% antes de que la banda es crespada en seco desde la Yankee con una cuchilla limpiadora.

La cuchilla limpiadora tiene un ángulo de afilado de aproximadamente 25 grados y está colocada con respecto a la secadora Yankee para proporcionar un ángulo de impacto de aproximadamente 81 grados. La secadora Yankee se opera a una temperatura de aproximadamente 177°C (350°F) y una velocidad de aproximadamente 243,8 m/min (800 fpm). La estructura fibrosa acabada se enrolla en un rodillo utilizando un tambor de carrete accionado por superficie que tiene una velocidad superficial de aproximadamente 199,9 m/min (656 pies por minuto). La estructura fibrosa acabada puede ser posteriormente convertida en un producto higiénico de papel tisú de dos capas que tiene un peso por unidad de superficie de aproximadamente 50 g/m<sup>2</sup> en un caso con superficie recubierta con aditivo sólido orientada hacia fuera y en un segundo caso con superficie recubierta con aditivo sólido orientada hacia dentro. El valor de deshilachado promedio del producto higiénico de papel tisú elaborado por conversión con el aditivo sólido en la superficie exterior es aproximadamente 3. El valor de deshilachado del producto higiénico de papel tisú elaborado por conversión con el aditivo sólido en el interior es aproximadamente 6. Un producto higiénico de papel tisú elaborado de forma similar, omitiendo la etapa del aditivo sólido e igualando el peso por unidad de superficie aumentando el peso de NSK y eucalipto de forma proporcional, tienen un valor de deshilachado de aproximadamente 7.

## ES 2 320 158 T3

### *Métodos de ensayo*

#### *Método de ensayo para determinar la concentración superficial de aditivo sólido*

5 Cualquier método que compare cuantitativamente la concentración superficial del aditivo sólido y la concentración por debajo de esa superficie es satisfactorio para determinar si una estructura fibrosa cumple los requisitos de la presente invención. El método ideal examina una profundidad relativamente delgada de la estructura fibrosa que corresponde a la superficie objetivo y compara la concentración de aditivo sólido encontrada en esa profundidad con la concentración encontrada en la estructura fibrosa en una profundidad equivalente que se encuentra justo debajo de esta profundidad de superficie.

10 La puesta en práctica de este ideal conlleva dos problemas. El primero es que el análisis cuantitativo de concentración requiere determinar una relación entre aditivo sólido y material total. Según la sección que define la superficie se acerca a profundidad cero, la fracción se acerca a la forma indeterminada 0/0.

15 El segundo problema es que se reconoce que las estructuras fibrosas no tienen una superficie lisa. La superficie es una geometría fractal que significa que el contorno que sigue la superficie es cada vez más intrincado cuanto más pequeña sea la escala utilizada por el observador para examinarlo.

20 La definición y método de ejemplo siguientes resuelven estos problemas.

25 Para los fines de la presente invención, se puede considerar que una parte de la estructura fibrosa reside en la superficie de esa estructura si la estructura contiene un plano paralelo al centro de la estructura y el punto en cuestión secciona la estructura fibrosa en dos partes de manera que la masa de la parte del exterior a partir del plano orientada hacia la cara objetivo es relativamente pequeña en comparación con la cantidad de masa interior hacia el centro de la estructura.

30 Para estructuras fibrosas de contenido de fibra homogéneo, los inventores han descubierto que resulta adecuado que un plano de este tipo divida la estructura en un plano de superficie que tiene un porcentaje de masa de al menos aproximadamente 2,5% y como máximo aproximadamente 6,25% y un plano mayoritario que tiene un porcentaje de masa de al menos aproximadamente 93,75% y como máximo aproximadamente 97,5%.

35 Un ejemplo de método de ensayo es un método de cinta para extraer capas de fibras y aditivo sólido de una estructura fibrosa con el fin de identificar la estratificación del aditivo sólido. Para llevar a cabo este método, se selecciona una estructura fibrosa, de forma típica una hoja de papel, toalla o tejido, que esté limpia y exenta de pliegues, arrugas e imperfecciones.

40 Se determinan la cara objetivo, la cara opuesta y la dirección de la máquina de la hoja. La cara objetivo comprende la superficie de interés en cuanto que lleva de forma potencial el aditivo sólido dentro de los límites de la presente invención. La cara opuesta puede también contener aditivo sólido o no.

45 El tamaño de la muestra debería ser aproximadamente de 27,9 centímetros (11 pulgadas) a 35,56 centímetros (14 pulgadas) en la dirección transversal a la máquina para la longitud y de 5,08 centímetros (2 pulgadas) a 15,24 centímetros (6 pulgadas) en la dirección de la máquina para la anchura.

50 La muestra de la estructura fibrosa se coloca en una superficie plana con la cara objetivo hacia arriba. A continuación, retira de un rollo de cinta una tira de cinta de aproximadamente 2,5 centímetros (1 pulgada) de anchura. De forma típica, se utiliza una cinta transparente tal como cinta adhesiva de la marca Scotch®. En el caso de que el adhesivo de esta cinta interfiera con el análisis posterior, puede ser sustituida por cualquier cinta de características de adhesión similares.

55 La tira de cinta debería ser aproximadamente 10,16 centímetros (4 pulgadas) más larga que la muestra. Se retira la electricidad estática de la cinta frotando la superficie lisa de la cinta sobre o con una superficie húmeda suave o corriente de aire. Se aplica la cara pegajosa libre de electricidad estática de la cinta a la superficie superior de la muestra que se va a ensayar. Se centra la cinta en la dirección larga de la muestra y se baja sobre la hoja de un extremo a otro en un modo de puesta en contacto suave. Se evitan las bolsas de aire ocluido. La cinta no es presionada o tocada sobre la superficie. Esta cinta se etiqueta cara "OBJETIVO".

60 A continuación, se da la vuelta a la muestra junto con la cinta. Se pegan los extremos de la cinta sobre la superficie plana. Se aplica una segunda tira de cinta a la cara opuesta de la muestra pegada directamente sobre la primera tira de cinta. Esta cinta se etiqueta cara "OPUESTA".

65 A continuación, se utiliza un cortador de papel para recortar 0,317 centímetros (1/8 pulgadas) de cada borde de la muestra. Se hace rodar una pesa de 2.000 gramos a través de la longitud de la muestra de cinta sobre la superficie objetivo y la superficie opuesta, una vez por cada lado. No se ejerce presión sobre la pesa. La pesa se mueve a una velocidad lenta y uniforme sobre la superficie de la muestra.

## ES 2 320 158 T3

Posteriormente, se separan las dos cintas a un ángulo de aproximadamente 180° y a una velocidad moderada y uniforme. Las cintas no se arrancan ni retiran con tirón.

La cinta etiquetada cara “OPUESTA” puede ser desechada.

Se coloca la cinta de fibra dividida etiquetada cara “OBJETIVO” sobre una superficie plana con la superficie de fibra hacia arriba. Se pegan los extremos. Se aplica una tira de cinta de 2,54 centímetros (1 pulgada) como se ha hecho anteriormente. Se siguen las etapas identificadas anteriormente para dividir la fibra de 1/2 hoja en dos secciones de 1/4. De nuevo, se conserva la cinta etiquetada “OBJETIVO” y la otra cinta puede ser desechada. Se realiza otra separación para dividir el 1/4 de muestra en divisiones de 1/8. Finalmente, se realiza otra separación para dividir el 1/8 de muestra en separaciones de 1/16 seccionando la estructura fibrosa en capas de fibra (y potencialmente aditivo sólido) unidas a las cintas. Las divisiones se identifican a continuación en secuencia comenzando con la cara objetivo de la muestra, es decir, la cinta inicial se etiqueta núm. 1. La división de 1/16 tomada inmediatamente adyacente a la núm. 1, se etiqueta núm. 2. La cinta núm. 1 contiene la superficie de la muestra de estructura fibrosa original. La cinta núm. 2 es la sección de referencia de la estructura.

En resumen, si la concentración de aditivo sólido en la cinta núm. 1 es superior a la cinta núm. 2, entonces se dice que la estructura fibrosa tiene su máxima concentración de aditivo sólido en la superficie. La concentración en este caso se define como el peso de aditivo sólido dividido por el peso total de la sección de interés de la estructura fibrosa.

Dada la amplia variedad de aditivos sólidos y componentes de fibra incorporados en la presente invención, no es posible especificar una técnica de análisis cuantitativo única para determinar el peso de aditivo sólido que cubra toda la variedad. Los expertos en la técnica de química analítica reconocerán que es posible utilizar métodos analíticos de química en húmedo convencionales o análisis instrumental, por ejemplo, NMR o XRF. También es posible utilizar análisis por imágenes si los recuentos y tamaños de partículas pueden ser fácilmente convertidos en pesos. En todos los casos se debe tener cuidado para evitar que los componentes de la estructura fibrosa o la cinta interfieran en la determinación de aditivo sólido. Esto puede limitar el tipo de cinta que se puede utilizar si se encuentra una interferencia de este tipo o quizás se podría indicar una combinación de métodos.

### *Método de ensayo de densidad*

La densidad del aditivo o aditivos sólidos se mide utilizando un picnómetro Micromeritics' AccuPyc 1330, comercializado por Micromeritics Instrument Company of Norcross, Georgia.

Se pesa una taza de muestras adecuada. Se llenan 2/3 del volumen de la taza de muestras con la muestra de aditivo sólido que se va a ensayar. Se limpia el exterior y el borde interior de la taza de muestras de cualquier residuo de aditivo sólido. Se pesa la taza de muestras con la muestra de aditivo sólido y se anota su peso. Inmediatamente, se retira el tapón de la cámara de celdas del picnómetro AccuPyc, se coloca la taza de muestras en su interior y se vuelve a colocar el tapón de la cámara en una posición de apriete manual. Se ajusta la AccuPyc para que funcione del siguiente modo: se purga 10 veces con helio de calidad de investigación a una presión de llenado de purga de 0,13 MPa (19,5 psig). Se realiza un total de 10 ciclos, con una presión de llenado de ciclo de 0,13 MPa (19,5 psig) a una velocidad de equilibrado de 0,03 kPa/min (0,005 psig/min) y en una condición de precisión de ciclo sin uso. Se inicia el análisis introduciendo la ID de la muestra y el peso de la muestra en el picnómetro AccuPyc. La densidad resultante de la muestra de aditivo sólido se expresa en g/cm<sup>3</sup>.

### *Método de ensayo de tamaño de partículas promedio*

El tamaño de partículas promedio del aditivo o aditivos sólidos se mide utilizando un Horiba LA-910 comercializado por Horiba International Corporation of Irvine, California.

El experto en la técnica sabe que las condiciones de operación adecuadas y apropiadas del Horiba LA-910 se pueden encontrar realizando uno o más ciclos piloto en el Horiba LA-910 para la muestra de aditivo sólido. De forma visual, el experto en la técnica puede determinar si la muestra de aditivo sólido es bimodal o unimodal con respecto a su tamaño de partículas. Si la muestra de aditivo sólido contiene aglomerados, el experto en la técnica utilizará ultrasonidos para fraccionar los aglomerados antes de llevar a cabo el ensayo de tamaño de partículas promedio. Durante el ciclo o ciclos piloto, se puede determinar si la muestra de aditivo sólido es bimodal o unimodal. Durante los ciclos piloto, el experto en la técnica puede determinar la velocidad de circulación y agitación adecuada y, si el tamaño de partículas promedio de la muestra es inferior a 10 µm, puede obtener el índice de refracción relativo de la base de datos Horiba.

Para instrucciones de configuración y uso del software se sigue el manual del instrumento Horiba LA-910. El índice de refracción relativo para la muestra de aditivo sólido que se va a ensayar se obtiene de la base de datos de índices de refracción de Horiba.

Se introducen las condiciones de medición apropiadas en el instrumento: Velocidad de agitación y circulación - obtenida del ciclo o ciclos piloto; Muestreros 25; Distribución estándar; Tanque de dispersante B; Volumen de dispersante 200 ml; Volumen de dispersante por etapa 10 ml; Punto de dilución 10%; Tiempo de circulación de aclarado 10

## ES 2 320 158 T3

segundos; Repeticiones de aclarado 1; Volumen de aclarado 100 ml; Índice de refracción relativo; Límite inferior de intervalo bueno 88% y Límite superior de intervalo bueno 92%.

5 Se drena la celda del instrumento, se añaden 150 ml del dispersante a la celda y se circula, somete a ultrasonidos durante 2 minutos y agita. Si la celda parece limpia y la lectura de fondo parece plana, se ejecuta un ciclo en blanco pulsando "Blank". Se añade a la celda la muestra de aditivo sólido que se va a ensayar mientras el dispersante está bajo agitación y circulación. Se continua añadiendo la muestra de aditivo sólido lentamente hasta que el porcentaje de T del láser es  $90 \pm 2$  (aproximadamente 1 ml). Se deja la muestra circular por la celda durante 2 minutos. Una vez que la muestra ha circulado durante 2 minutos, se pulsa "Measure" para analizar la muestra. Una vez analizada la muestra, se imprimen el gráfico y la tabla. Se pulsa "Drain" para drenar la celda. Se aclara el sistema tres veces con agua desionizada utilizando agitación y tratamiento sónico durante 30 segundos cada vez. Para muestras posteriores, se repiten las etapas 2 - 10. La alineación del láser (cuatro triángulos) debería ser comprobada entre las muestras. Los resultados se indican del siguiente modo: 1) un histograma de resolución estándar para una distribución unimodal o un histograma de resolución fina para una distribución multimodal; y 2) el tamaño de partículas promedio (diámetro medio).

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

REIVINDICACIONES

- 5 1. Un método para producir una estructura fibrosa acabada que comprende un aditivo sólido en forma de nanopartícula, en donde el aditivo sólido está presente en una superficie de la estructura fibrosa acabada a un nivel en peso superior a dentro de la estructura fibrosa acabada, estando dicho método **caracterizado** porque comprende la etapa de aplicar el aditivo sólido en forma de nanopartícula en una forma sólida.
- 10 2. El método según la reivindicación 1, en donde el aditivo sólido en forma de nanopartícula está unido directamente a una fibra de la estructura fibrosa acabada.
3. El método según la reivindicación 1, en donde la estructura fibrosa acabada presenta una densidad de menos de 0,10 g/cm<sup>3</sup>.
- 15 4. El método según la reivindicación 1, en donde la estructura fibrosa acabada presenta un estiramiento con carga máxima de al menos 10%.
- 20 5. El método según la reivindicación 1, en donde el aditivo sólido en forma de nanopartícula se selecciona del grupo que consiste en: cargas, tintas, tintes, medicinas, opacificantes, abrasivos, adhesivos, coadyuvantes de resistencia en húmedo, coadyuvantes de resistencia en seco, coadyuvantes de control de olores, coadyuvantes para la absorbencia, lociones, suavizantes, partículas con reducida energía superficial, agentes modificadores de la fricción superficial, agentes antivirucidas, agentes de perfume, agentes para el cuidado de la piel, polímeros de carbohidrato, celulosa, derivados de celulosa, guar, xantano, arabinogalactano, carragenato, quitina, derivados de quitina, quitosana, derivados de quitosana, agentes antibacterianos, polímeros hidrófobos y mezclas de los mismos.
- 25 6. El método según la reivindicación 1, en donde el aditivo sólido en forma de nanopartícula es hidroactivado y/o activado térmicamente.
- 30 7. El método según la reivindicación 1, en donde el aditivo sólido en forma de nanopartícula presenta un tamaño de partículas promedio de menos de 900 nm.
8. El método según la reivindicación 1, en donde la estructura fibrosa acabada además comprende un agente fluidizante, en donde el agente fluidizante presenta una densidad que es superior a la densidad del aditivo sólido en forma de nanopartícula sin el agente fluidizante.
- 35 9. El método según la reivindicación 1, en donde la estructura fibrosa acabada además comprende un agente fluidizante, en donde el agente fluidizante presenta un tamaño de partículas promedio que es inferior al tamaño de partículas promedio del aditivo sólido en forma de nanopartícula sin el agente fluidizante.
- 40 10. El método según la reivindicación 1, en donde la estructura fibrosa acabada además comprende un agente fluidizante, en donde el agente fluidizante presenta una esfericidad que es inferior a la esfericidad del aditivo sólido en forma de nanopartícula sin el agente fluidizante.
- 45 11. El método según la reivindicación 1, en donde la estructura fibrosa acabada es una estructura fibrosa acabada laminada.

50

55

60

65

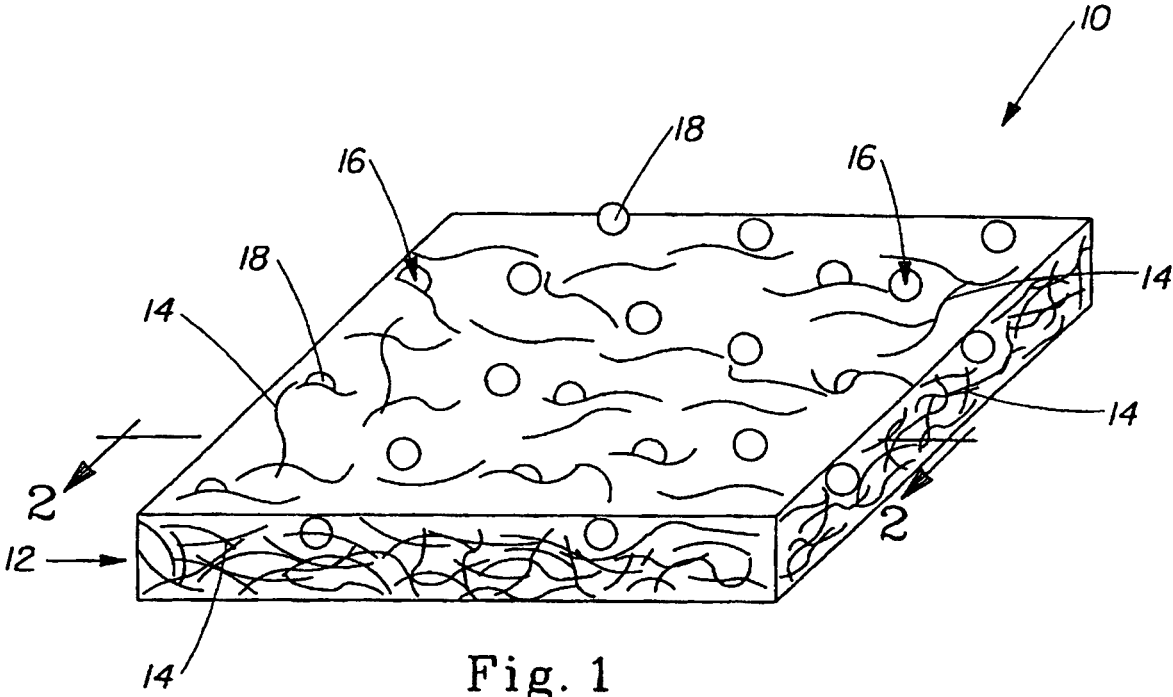


Fig. 1

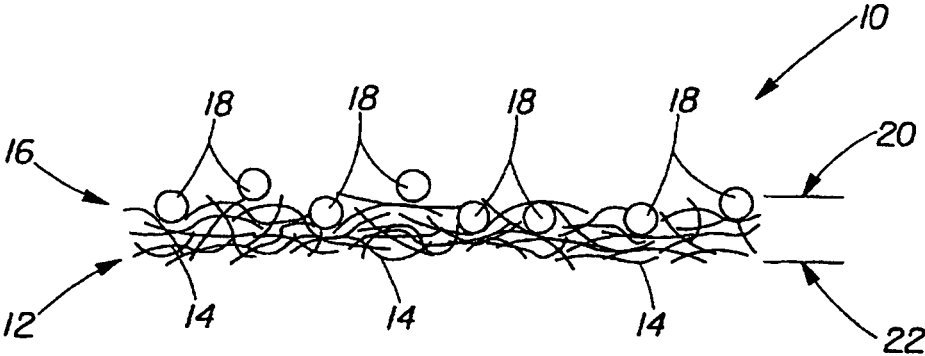


Fig. 2

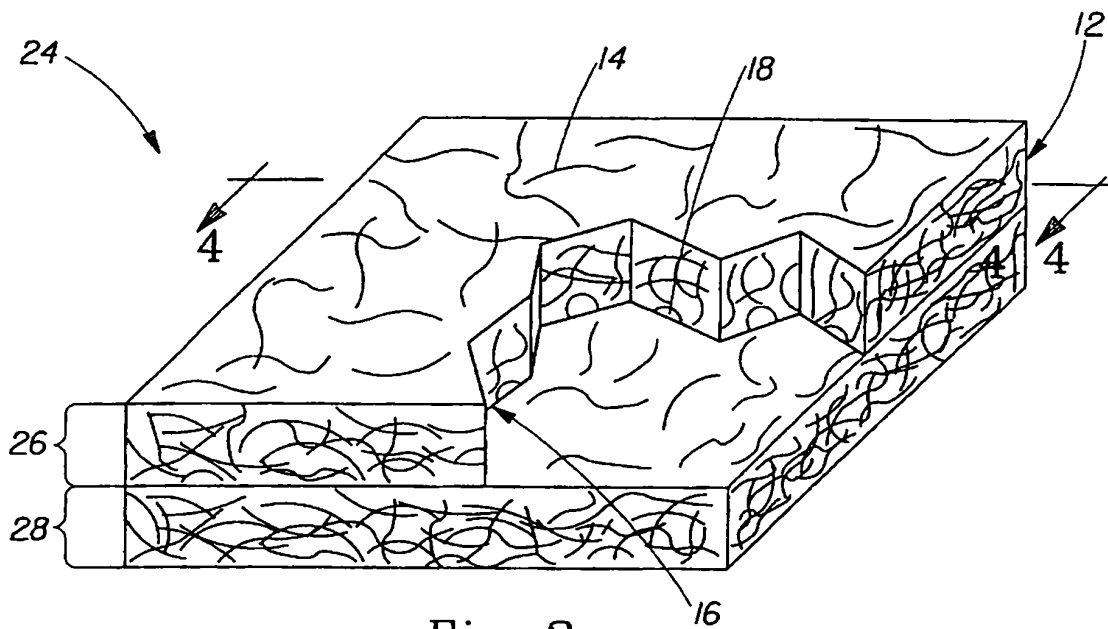


Fig. 3

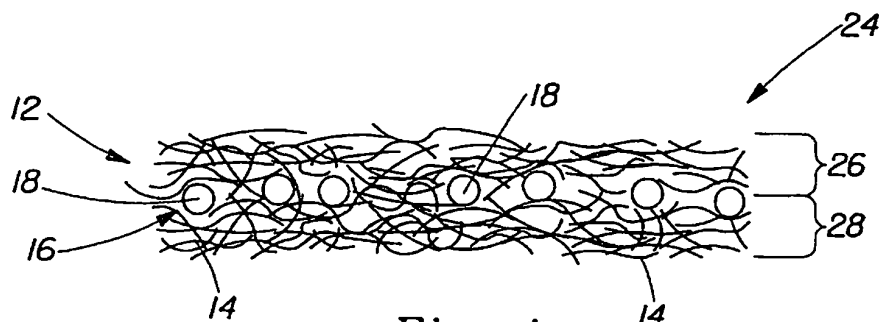


Fig. 4

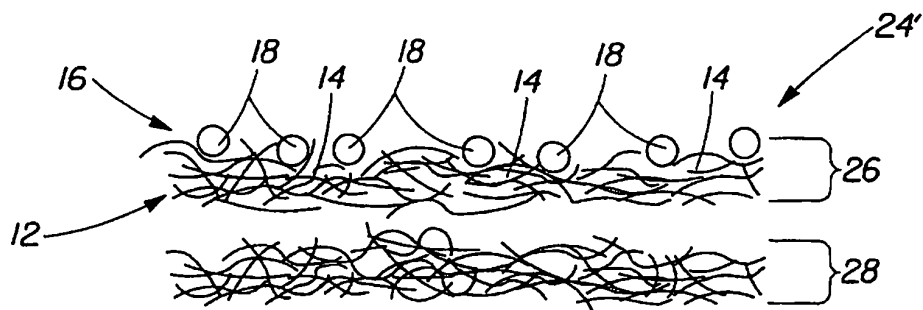


Fig. 5