



19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 298 393**

51 Int. Cl.:

**D01F 1/10** (2006.01)

**D01F 6/04** (2006.01)

**D01F 6/06** (2006.01)

**D01F 6/46** (2006.01)

**C08G 65/332** (2006.01)

**C08L 71/02** (2006.01)

**C08L 23/02** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Número de solicitud europea: **02769467 .8**

86 Fecha de presentación : **07.05.2002**

87 Número de publicación de la solicitud: **1402091**

87 Fecha de publicación de la solicitud: **31.03.2004**

54 Título: **Aditivos hidrófilos.**

30 Prioridad: **16.05.2001 DE 101 23 863**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**16.05.2008**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**16.05.2008**

73 Titular/es: **Cognis IP Management GmbH**  
**Henkelstrasse 67**  
**40589 Düsseldorf, DE**

72 Inventor/es: **Wild, Christine;**  
**Mathis, Raymond;**  
**Birnbrich, Paul y**  
**Padurschel, Petra**

74 Agente: **Carvajal y Urquijo, Isabel**

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

Aditivos hidrófilos.

5 La presente invención se refiere a aditivos para el hidrofiliado interno permanente de materiales que contienen poliolefinas, preferentemente de fibras de polipropileno.

10 En numerosos casos, la superficie de productos de material sintético se debe dotar de efectos especiales, que no se desarrollan en absoluto, o bien apenas, durante le conformado por motivos técnicos, o bien se pueden generar sólo de modo desfavorable por motivos económicos. Tal efecto es, a modo de ejemplo, la mejora de la humectabilidad con líquidos polares, como agua -en este caso las aplicaciones técnicas se sitúan, a modo de ejemplo, en el campo de la obtención de artículos higiénicos.

15 En la obtención de artículos higiénicos como pañales o compresas, pero también de paños de limpieza o geovellones, se emplean materiales absorbentes para alojar líquidos acuosos. Para evitar el contacto directo con el material absorbente en el uso, y para aumentar la comodidad al uso, este material se reviste con un vellón fino, permeable al agua. Tales vellones se obtienen habitualmente a partir de fibras sintéticas, como fibras de poliolefina o poliéster, ya que estas fibras se pueden producir económicamente, presentan buenas propiedades mecánicas, y son aptas para carga térmica. Sin embargo, las fibras de poliolefina o poliéster no tratadas no son apropiadas para este fin de empleo, ya 20 que, debido a su superficie hidrófoba, no presentan una permeabilidad suficiente para líquidos acuosos.

25 En principio es posible conceder a las fibras las propiedades hidrófilas necesarias mediante revestimiento subsiguiente con preparaciones correspondientes (aditivos externos) o ya mediante adición de aditivos apropiados en la obtención de fibras, conceder a las mismas un acabado suficientemente hidrófilo (aditivos internos). Esto último se describe en la WO 95/10648, dándose a conocer en la misma diésteres de polietilenglicol con ácidos grasos, o bien sus derivados, como aditivos permanentes apropiados. En los ejemplos se describen como especialmente ventajosos productos de reacción de ácido oleico con polietilenglicol de peso molecular 400. Por la DE 100 155 54 no pre-publicada del solicitante son conocidos además productos de reacción especiales de dos partes de ácido láurico con polietilenglicoles, que son apropiados como aditivos internos para el hidrofiliado de fibras de poliolefina.

30 Tales aditivos se elaboran por regla general junto con un granulado de poliolefina para dar una mezcla previa (mezcla madre), que se añade entonces como tal al granulado polímero antes de la elaboración para dar fibras u otros productos finales, y a continuación se extrusiona. No obstante, por motivos de costes se desea poder añadir con dosificación tales aditivos directamente a la instalación de extrusión durante el proceso de extrusión. En el intento de emplear aditivos según el estado de la técnica mediante dosificación directa se presentan problemas con la estabilidad en frío de los aditivos. Los compuestos presentan puntos de opacidad en frío de más de 20°C. En el caso de empleo en una instalación de dosificación directa se llega, por lo tanto, a una cristalización de compuestos, y por consiguiente a una obturación de toberas.

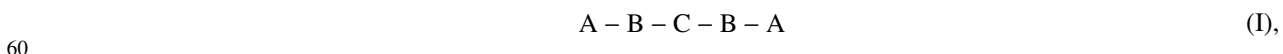
40 La EP-A-0 073 479 describe polímeros de óxido de alqueno con un peso molecular de 1.500 a 35.000, obtenidos mediante reacción de un diol con óxidos de alqueno con 8 a 22 átomos de carbono y óxidos de alqueno con 2 a 4 átomos de carbono, ascendiendo la fracción de óxido de alqueno con 8 a 22 átomos de carbono a un 20 - 80% en peso en el polímero.

45 La WO-A-01/75199 describe aditivos para el hidrofiliado permanente de materiales que contienen poliolefinas, en especial fibras de polipropileno. A tal efecto se emplean productos de reacción de 1 parte de polietilenglicol con 2 partes de ácidos grasos con 10 a 12 átomos de carbono o sus derivados.

50 Por lo tanto, la tarea de la presente invención consistía en poner a disposición aditivos para el hidrofiliado permanente de fibras de poliolefinas que no presentaran los inconvenientes mostrados anteriormente. Estos aditivos deben ser aptos para conceder a las fibras, o bien productos, hidrofilia suficiente, que se mantenga también en el caso de carga, a modo de ejemplo humectación con agua múltiple, reiterada, como se presenta en procesos de lavado.

55 Se descubrió que determinados ésteres oligómeros presentan las propiedades requeridas.

Un primer objeto de la presente invención se refiere a aditivos de hidrofilia internos para fibras sintéticas que contienen poliolefinas, siguiendo los aditivos la fórmula general (I)



60 en la que A significa respectivamente un resto R-COO, representando R un resto alquilo saturado, ramificado o no ramificado, con 7 a 21 átomos de carbono, significando B respectivamente un grupo  $(C_nH_{2n}O)_k$ , representando n números enteros de 2 a 4, y pudiendo presentar k los valores de 1 a 15, y representando C un resto alqueno lineal o ramificado del grupo  $CH_2-CH(CH_3)$ ,  $CH_2-CH_2-CH_2$  o  $(CH_2)_4$ . El índice k se refiere en este caso al grupo aislado B, y 65 no indica el número total de grupos B en la molécula. El índice k varía debido a los diferentes grados de alcoxilado de moléculas aisladas ocasionados técnicamente, y por lo tanto, puede ser también un número impar.

## ES 2 298 393 T3

Los compuestos de la fórmula general (I) se obtienen, a modo de ejemplo, mediante reacción de dioles, por ejemplo polialquilenglicoles y alcóxidos, así como con ácidos grasos saturados. En este caso, por una parte deben estar presentes dioles correspondientes que forman el componente C de los aditivos según la invención, como también óxido de etileno, propileno y/o butileno, que forman los grupos B en los compuestos según la invención. Los grupos hidroxilo libres de alcóxidos se terminan con ácidos grasos saturados con 8 a 22 átomos de carbono.

Los dioles se seleccionan a partir del grupo 1,2 propanodiol, 1,3-propanodiol y 1,4-butanodiol. En principio se pueden emplear todas las mezclas de dioles, habiéndose mostrado ventajoso seleccionar sólo un diol para la reacción. En dependencia del diol con el que se inició el procedimiento de síntesis se obtienen compuestos de la fórmula (I) con grupos C diferentes. Correspondientemente, este grupo divalente es un grupo  $\text{CH}_2\text{-CH}_2$ ,  $\text{CH}_2\text{-CH}(\text{CH}_3)$ ,  $\text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2$  o  $(\text{CH}_2)_4$ .

Los alcóxidos son seleccionados a partir del grupo del óxido de etileno, óxido de propileno y óxido de butileno, siendo posible también cualquier mezcla en este caso. Si se hace reaccionar alcóxidos de diferentes tipos, el alcoxiado se puede efectuar tanto en bloques, como también de manera aleatoria. El número de unidades alcóxido en los compuestos de la fórmula (I) oscila en el intervalo de un total de 2 a 30, de modo que k puede adoptar respectivamente el valor 1 a 15. Son preferentes aquellos compuestos de la fórmula (I) en la que k representa respectivamente los números 2 a 15, y en especial 4 a 10, y de modo muy especialmente preferente 10 ó 5. Además son preferentes aquellos compuestos de la fórmula (I) que contienen también unidades de óxido de etileno como grupo B, preferentemente sólo unidades óxido de etileno. No obstante, también se pueden emplear aquellos compuestos que contienen sólo grupos óxido de propileno. Además son preferentes alcóxidos mixtos, preferentemente también grupos óxido de etileno y óxido de propileno. En estos casos, el número de grupos óxido de etileno será al menos igual que el número de grupos óxido de propileno (PO), y preferentemente estará presente un exceso de grupos óxido de etileno (EO). En este caso son preferentes proporciones EO : PO de 5 : 1 a 2 : 1.

Los ácidos grasos saturados apropiados que pueden formar el grupo A de los compuestos según la invención son seleccionados preferentemente a partir del grupo ácido octanoico, ácido nonanoico, ácido decanoico, ácido undecanoico, ácido dodecanoico, ácido tridecanoico, ácido tetradecanoico, ácido pentadecanoico, ácido hexadecanoico, ácido heptadecanoico y ácido octadecanoico, así como ácido nonadecanoico, ácido eicosanoico y ácido heneicosanoico, así como ácido docosanoico. Son preferentes aquellos compuestos de la fórmula (I), en la que R representa un resto alquilo saturado con 9 a 13, o bien 9 a 11 átomos de carbono. Son muy especialmente preferentes compuestos de la fórmula (I) que se basan en ácido decanoico ( $\text{C}_{10}$ ) y ácido undecanoico ( $\text{C}_{11}$ ).

El empleo de ácidos insaturados es igualmente posible, pero los compuestos de la fórmula (I) cuyos restos presentan funcionalidades insaturadas, muestran una estabilidad a la oxidación insuficiente.

Para superar los problemas expuestos inicialmente, los compuestos de la fórmula (I) presentarán preferentemente un punto de opacidad en frío de menos de  $20^\circ\text{C}$ . El punto de opacidad en frío en el sentido de la presente solicitud se determina según DIN EN 23015 como sigue: un vaso de precipitados con termómetro de refrigeración y producto a analizar se coloca en una disolución refrigerante (etilenglicol/agua aproximadamente 1 : 1, aproximadamente  $-20^\circ\text{C}$  del congelador), y se enfría hasta que se establece una turbidez claramente visible. A continuación se determina con el termómetro a temperatura ambiente ( $21^\circ\text{C}$ ) la temperatura a la que el producto es completamente claro de nuevo.

En este caso son preferentes aquellos compuestos de la fórmula (I) cuyo punto de opacidad en frío es más reducido que  $12^\circ\text{C}$ , preferentemente menor que  $10^\circ\text{C}$ , y en especial menos que  $6^\circ\text{C}$ . Con ventaja especial se seleccionan compuestos de la fórmula (I) cuyo punto de opacidad en frío es menor que  $5^\circ\text{C}$ , y en especial menor que  $3^\circ\text{C}$ .

Los compuestos preferentes que son apropiados como aditivos en el sentido de la presente invención obedecen a la fórmula (I), en la que R representa un resto alquilo lineal con 9 átomos de carbono, k tiene respectivamente el valor 5, n representa 2, y C representa un resto  $\text{CH}_2\text{-CH}(\text{CH}_3)$ , o en la que R representa un resto alquilo lineal con 11 átomos de carbono, k tiene el valor 5, n representa 2 y C representa un resto  $\text{CH}_2\text{-CH}_2(\text{CH}_3)$ . Un aditivo preferente de la fórmula (I) presenta como parte C un resto dietilenglicol, como grupos B están contenidas 5 a 7 partes de EO y 2 a 4 partes de PO, y el resto R representa respectivamente un resto ácido láurico.

Los aditivos según la invención se pueden emplear por separado o en mezclas entre sí. Además se pueden añadir otros aditivos conocidos por el estado de la técnica para la extrusión, o bien obtención de polímeros.

En el ámbito de la invención se emplean los aditivos en materiales que contienen poliolefinas, preferentemente fibras, materiales planos, como vellones, láminas, y espumas, para el hidrofiliado permanente.

Los aditivos según la invención se emplean preferentemente en vellones, o bien espumas. En este caso se debe entender por espumas, como es habitual generalmente en el mundo técnico, materiales sintéticos que se pueden cargar con aditivos debido a cavidades internas presentes. En este caso, la carga será posible de manera sencilla mezclándose la espuma de material sintético según la invención, que representa un material soporte poroso, con al menos un aditivo, mezclándose con éste a una temperatura situada por debajo del punto de fusión de los polímeros base, que se emplearon para la obtención de la espuma de material sintético, pero por encima del punto de fusión del aditivo; en este caso, el aditivo fluye en las cavidades internas de la espuma de material sintético, es decir, la espuma de material sintético absorbe los aditivos líquidos casi como una esponja debido a su estructura especial.

Respecto al material que contiene poliolefinas son apropiados todos los tipos de polímeros y copolímeros conocidos actualmente a base de etileno, o bien propileno. También son apropiadas en principio mezclas de poliolefinas puras con copolímeros. Del mismo modo se pueden emplear los aditivos hidrófilos en mezclas de poliolefinas con otros polímeros sintéticos o naturales, por ejemplo celulosa o cáñamo, para conceder a las fibras de poliolefina propiedades hidrófilas de manera permanente.

En la siguiente relación se enumeran tipos de polímeros especialmente apropiados para la enseñanza según la invención: poli(etilenos), como HDPE (high density polyethylene), LDPE (low density polyethylene), VLDPE (very low density polyethylene), LLDPE (linear low density polyethylene), MDPE (medium density polyethylene), UHMPE (ultra high molecular polyethylene), VPE (polietileno reticulado), HPPE (high pressure polyethylene); poli(propilenos), como polipropileno isotáctico; polipropileno sindiotáctico; polipropileno obtenido mediante catálisis de metaloceno; polipropileno modificado a tenacidad elevada al impacto, copolímeros estadísticos a base de etileno y propileno, copolímeros en bloque a base de etileno y propileno; EPM (poli[etilen-co-propileno]); EPDM (poli[etilen-co-propileno-co-dieno no conjugado]).

Otros tipos de polímeros apropiados son: poli(estireno); poli(metilestireno); poli(oximetileno); copolímeros de alfa-olefina o cicloolefina catalizados con metaloceno, como copolímeros de norborneno-etileno; copolímeros que contienen al menos un 60% de etileno y/o estireno, y menos de un 40% de monómeros como acetato de vinilo, acrilato, metacrilato, ácido acrílico, acrilonitrilo, cloruro de vinilo. Son ejemplos de tales polímeros: poli(etilen-co-acrilato de etilo), poli(etilen-co-acetato de vinilo), poli(etilen-co-cloruro de vinilo), poli(estireno-co-acrilonitrilo). Además son apropiados copolímeros de injerto, así como mezclas de polímeros, es decir, mezclas de polímeros en las cuales están contenidos, entre otros, los polímeros citados anteriormente, a modo de ejemplos mezclas de polímeros a base de polietileno y polipropileno.

En el ámbito de la presente invención son especialmente preferentes homo- y copolímeros a base de etileno y propileno. En una forma de ejecución de la presente invención, de modo correspondiente, se emplea exclusivamente polietileno como poliolefina, en otra forma de ejecución se emplea exclusivamente polipropileno, en otra forma de ejecución se emplean copolímeros a base de etileno y propileno.

En una forma muy especialmente preferente de ejecución de la invención, los aditivos se emplean en fibras de polipropileno. Tales fibras presentan preferentemente un melt flow rate de más de 10 a 1500 dg/min (medida a 230°C y 2,16 kg de carga), pudiendo ser preferentes fibras, a modo de ejemplo, con 150 a 1200, o 20 a 25, o bien 400 a 1000 dg/min.

El empleo de compuestos de la fórmula (I) según la invención como aditivos internos en fibras que contienen poliolefina conduce a un hidrofiliado mejorado de las fibras, consiguiéndose simultáneamente una absorción de agua conveniente. Por lo tanto, las fibras con aditivos internos de tal tipo son apropiadas para una pluralidad de empleos técnicos, en especial en el sector de vellones higiénicos o para paños de limpieza.

Además se reivindica un procedimiento para la obtención de objetos que contienen completa o parcialmente poliolefinas, haciéndose reaccionar un granulado polímero, que contiene completa o parcialmente poliolefinas, con compuestos de la fórmula (I) en cantidades de un 0,1 a un 5% en peso, referido al granulado, y elaborándose a continuación de modo conocido en sí para dar fibras o láminas, preferentemente mediante extrusión.

Se ha mostrado ventajoso tratar de modo subsiguiente con agua las fibras o láminas extrusionadas y dotadas de aditivos. Este tratamiento subsiguiente se efectuará preferentemente de manera directa e inmediata tras la extrusión para conseguir un hidrofiliado óptimo. El tratamiento con agua se realiza preferentemente de modo que los productos extrusionados se ponen en contacto con agua de 80 a 90°C. Esto se puede efectuar mediante pulverizado, inmersión, o a través de rodillos de transferencia. También es apropiado un tratamiento de productos con vapor de agua, preferentemente vapor de agua sobrecalentado. A continuación se secan los productos tratados.

Los objetos, preferentemente fibras, o bien láminas, o materiales planos, como vellones de estas fibras, contienen los aditivos preferentemente en cantidades de un 0,1 a un 5% en peso, de modo preferente un 0,5 a un 5% en peso y en especial un 1,0 a un 2,5% en peso, referido al peso total de los objetos.

Otro objeto de la invención se refiere al empleo de compuestos de la fórmula (I) como aditivos hidrófilos internos en fibras o materiales planos que contienen poliolefinas, en especial en vellones. Si bien también es posible, no es objeto de la presente solicitud un empleo como aditivos externos, es decir, por ejemplo como componentes de una preparación a aplicar de manera externa.

Se pueden obtener vellones según todos los procedimientos de obtención de vellones conocidos en el estado de la técnica, como se describen, a modo de ejemplo, en Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, Vol. A 17, VCH Weinheim 1994, páginas 572 - 581, en este caso son preferentes vellones que se obtuvieron según el denominado procedimiento "dry laid", o el procedimiento de hilatura de vellones, o bien spunbond, o en el procedimiento melt-blow. El procedimiento "dry laid" parte de fibras cortas, que se separan habitualmente mediante cardado en fibras aisladas, y a continuación se reúnen bajo empleo de un procedimiento aerodinámico o hidrodinámico para dar un vellón no solidificado. Este se une, a modo de ejemplo, para dar el vellón acabado mediante un tratamiento térmico (el denominado "thermobonding"). En este caso, las fibras sintéticas se calientan hasta que su superficie se funde, y las

5 fibras aisladas se unen entre sí en los puntos de contacto, o bien las fibras se revisten con un aditivo que se funde en el tratamiento térmico, y de este modo une entre sí las fibras aisladas. Mediante enfriamiento se fija la unión. Además de este procedimiento, naturalmente son apropiados todos los demás procedimientos que se emplean en el estado de la técnica para la unión de vellones. La formación de vellones por hilatura, por el contrario, parte de filamentos aislados  
 10 que se forman según el procedimiento de hilatura por fusión a partir de polímeros extrusionados que se comprimen a través de toberas de hilatura bajo presión elevada. Los filamentos salientes de las toberas de hilatura se empaquetan, se estiran, y se almacenan para dar un vellón, que se solidifica habitualmente mediante “thermobonding”.

## Ejemplos

### Aditivos de síntesis

Prescripción de síntesis general para los aditivos 1 - 4 según la invención: respectivamente X moles de ácidos  
 15 grasos se hacen reaccionar con Y moles de diol en presencia de un 0,5% de  $H_3PO_2$  (al 50%) a 240°C bajo nitrógeno. Si no se sobredestila agua, se reduce la temperatura a 100°C y se evacua (15 mbar). Tan pronto el índice de ácido es constante durante una hora, se puede concluir la reacción. A tal efecto se neutraliza el  $H_3PO_2$  con un exceso doble de carbonato sódico anhidro a 80°C (aproximadamente 30 minutos). A continuación se separan las sales por filtración con ayuda de un agente auxiliar de filtración (hyflo Celite).

#### Aditivo 1

Se hacen reaccionar 2,05 moles de ácido dodecanoico tras la anterior prescripción con 1,00 mol de 1,2-propanodiol x 10EO durante 9 horas. SZ: 1,7; OHZ: 7,9.

#### Aditivo 2

Se hacen reaccionar 2,05 moles de ácido dodecanoico tras la anterior prescripción con 1,00 mol de 1,2-propanodiol x 12EO durante 9 horas. SZ: 1,5; OHZ: 6,6.

#### Aditivo 3

Se hacen reaccionar 1,95 moles de ácido dodecanoico tras la anterior prescripción con 1,00 mol de 1,3-propanodiol x 10EO durante 8 horas. SZ: 1,5; OHZ: 11,4.

#### Aditivo 4

Se hacen reaccionar 2,00 moles de ácido dodecanoico tras la anterior prescripción con 1,00 mol de 1,3-propanodiol x 10EO durante 7 horas. SZ: 1,6; OHZ: 15,2.

### Ensayo de humectación

Para la demostración de la acción de aditivos 1 a 5 según la invención en granulados de polipropileno se llevó a cabo el ensayo de humectación descrito a continuación.

### Ensayo de humectación

1. Se mezclan 600 g de un granulado de polipropileno de peso molecular elevado (producto comercial “Eltex PHY 671” de la firma Solvay) con 9,0 g (=1,5% en peso) de substancia a analizar -respecto a un acabado hidrófilo-. Esta mezcla se introduce en una extrusora a través de un embudo (extrusora de doble husillo DSK 42/7 de la firma Brabender OHG / Duisburg). Como es bastante conocido para el especialista, una extrusora es una máquina de elaboración de materiales sintéticos que es apropiada para el mezclado continuo y plastificado de termoplásticos tanto pulverulentos, como también granulados. Bajo el embudo de carga, además de una refrigeración de agua, que debe impedir una fusión prematura del granulado, o bien polvo, se encuentra también un doble husillo de movimiento opuesto, que está dividido en tres zonas de calefacción según longitud. La temperatura de zonas de calefacción y el número de revoluciones del doble husillo se pueden regular a través de un Plast-Corder PL 2000 de elaboración de datos, que está unido a la extrusora a través de una interfaz de PC. En este caso, las zonas de calefacción I, II y III se ajustan a una temperatura de 200°C respectivamente, enfriándose con aire las tres zonas de calefacción para mantener constante la temperatura. La mezcla de granulado de polipropileno y substancia de ensayo se introduce en la extrusora automáticamente a través del doble husillo de movimiento opuesto, y se transporta a lo largo de la hélice. El índice de revoluciones se ajusta a 25 revoluciones por minuto para garantizar un buen entremezclado y homogeneizado. Esta mezcla homogénea llega finalmente a una tobera que constituye una cuarta zona de calefacción. La temperatura de esta tobera se ajusta a 200°C -por lo tanto, a esta temperatura la mezcla abandona la extrusora-. La tobera se selecciona de modo que el diámetro medio de barra se sitúa en el intervalo de aproximadamente 2 - 3 mm tras la salida de esta tobera. Esta barra se granula, es decir, se corta en piezas reducidas, ajustándose longitudes de aproximadamente 2 - 4 mm. El granulado obtenido se enfría a 20°C. Este granulado se transforma en hilos en una instalación de hilatura por fusión a una temperatura de elaboración de 280°C (es decir, se ajusta la temperatura asimétrica de fusión, como también la temperatura

## ES 2 298 393 T3

de la tobera de hilatura a 280°C) mediante gravimetría (es decir, mediante acción de la fuerza de gravedad). Las fibras obtenidas presentan un título de fibra en el intervalo de aproximadamente 10 - 30 dtex (1 dtex corresponde a 1 g de fibra por 10000 m de longitud de fibra). A continuación se arrollan 500 m de estas fibras sobre un rodillo con un diámetro de 6,4 cm. Esta fibra arrollada sobre el rodillo se extrae del rodillo, la estructura circular extraída se estabiliza por medio de anudado, obteniéndose una estructura que tiene la forma de un "8"; esta estructura se denomina a continuación "madeja".

2. Se carga una probeta graduada de 1 l (probeta con un diámetro interno de 6,0 cm) con agua destilada de 20°C, y precisamente hasta un marcaje de 1000 ml. Ahora se sostiene la madeja a someter a ensayo de modo que sus sentido longitudinal coincide con la vertical de la probeta graduada, es decir, que la madeja aparece como "8" vertical. En la parte inferior de este "8" cuelga ahora un peso que está constituido por hilo de Cu, ascendiendo la masa del hilo de Cu a 0,2064 g de Cu por gramo de madeja. Este hilo de Cu se fija a la madeja en forma de vueltas, ascendiendo el diámetro de las vueltas de hilo de Cu aproximadamente 1 a 2 cm; a continuación, estas vueltas de hilo de Cu se comprimen mediante ligera presión entre pulgar e índice. Ahora se sostiene la madeja con el peso de Cu por encima de la superficie de agua de la probeta graduada, y precisamente de modo que la parte inferior del peso de Cu se sumerge en el agua, y la parte más inferior de la madeja se encuentra aproximadamente 2 mm por encima de la superficie de agua. Después se suelta la madeja y se mide con un cronómetro el tiempo en segundos que requiere la madeja para sumergirse completamente en el agua incluyendo su canto superior (tiempo de inmersión completo). Comienzo y final del tiempo de medida se definen porque el extremo inferior de la madeja pasa respectivamente la marca de 1000 ml, y el extremo superior de la madeja pasa igualmente la marca de 1000 ml. Este primer valor de medida se denomina valor C1 ("valor del primer ciclo de humectación").
3. La madeja se extrae de la probeta graduada inmediatamente tras determinación del valor C1, se tampona con celulosa, y se seca a 40°C en un armario secador de aire circulante (tipo UT 5042 EK de la firma Heraeus). A continuación se repite el paso 2. El valor en segundos del tiempo de inmersión completo obtenido ahora se denomina valor C2 ("valor del segundo ciclo de humectado"). Secado y determinación del tiempo de inmersión completo se repiten ahora de nuevo, obteniéndose el valor C3 ("valor del tercer ciclo de humectado"). En tanto el tiempo de inmersión completo (valores C1 a C3) se sitúe por encima de 180 segundos, se concluye el respectivo ciclo.

### Resultados

El ensayo de humectado se considera aprobado si los tiempos de inmersión C1 a C3 se sitúan por debajo de 5 segundos. Los resultados del ensayo para los aditivos según la invención se representan en la tabla I, y en la tabla II para aditivos del estado de la técnica. Los puntos de opacidad en frío se encuentran en la tabla III.

TABLA I

Ensayo de inmersión con madejas de PP con aditivos según la invención								
Nº	Aditivo		Masa de madejas en g	Peso sumergido de Cu en g	Factor = peso sumergido /madeja	Tiempo de inmersión C1 en s	Tiempo de inmersión C2 en s	Tiempo de inmersión C3 en s
1	POE (10) propanodiol didodecanoato	1,2	1,5780	0,3263	0,2068	1,00	1,00	1,50
2	POE (12) propanodiol didodecanoato	1,2	1,3399	0,2768	0,2066	1,32	1,28	2,25
3	POE (10) propanodiol didodecanoato	1,3	1,5539	0,3209	0,2065	3,18	4,35	2,09
4	POE (7) propanodiol didodecanoato	1,3	1,2807	0,2632	0,2055	1,18	1,09	1,59

## ES 2 298 393 T3

Como comparación se indican los resultados del ensayo de inmersión para aditivos del estado de la técnica según la DE 10015554 en la tabla II;

TABLA II

Aditivo	Masa de madejas en g	Peso sumergido Cu en g	Factor = peso sumergido / madeja	Tiempo de inmersión 1 en s	Tiempo de inmersión 2 en s	Tiempo de inmersión 3 en s	Tiempo de inmersión 4 en s	Tiempo de inmersión 5 en s
1,5 % PEG-400-dilaurato	1,7648	0,3630	0,2057	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2
1,5 % PEG-400-dilaurato	1,7758	0,3673	0,2068	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2

TABLA III

*Puntos de opacidad en frío de aditivos según la invención*

Producto	Punto de opacidad en frío
1	2°C
2	5°C
3	3°C
4	3°C
PEG 400-dilaurato (comparación)	Turbidez a 25°C

Además se llevó a cabo un ensayo de altura de ascenso ("Wicking"), y se midió la absorción de agua de vellones con aditivos para demostrar la acción de los aditivos según la invención. A tal efecto se obtuvieron respectivamente vellones por fusión a partir de fibras de polipropileno (PP) conteniendo estas fibras respectivamente un 2% en peso de aditivos hidrófilos internos.

*El aditivo A* es un diéster a base de PEG400, esterificado con 2 moles de ácido láurico, según la enseñanza de la WO 01/75199 del solicitante.

*El aditivo B* (según la invención) es un producto iniciado con dietilenglicol, que se hizo reaccionar a continuación con óxido de etileno y óxido de propileno, y se bloqueó finalmente en sus grupos terminales con ácido láurico. Esto corresponde en la fórmula (I) para C al resto  $\text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-O-CH}_2\text{-CH}_2\text{-O}$ , para B a los restos EO y PO, estando contenidos en la molécula en total 7 moles de EO y 2 moles de PO por mol de aditivo. A representa un resto ácido láurico en cada caso.

Como comparación se investigó respectivamente un vellón con fibra sin aditivos.

ES 2 298 393 T3

### A. Ensayo de altura de ascenso (ensayo de Wicking)

### Preparación

5	<u>Corte de la muestra de vellón:</u>  Tamaño: 225 mm x 85 mm  Número: 4  Sentido: longitudinal y transversal.
---	--

### *Puesta en práctica*

1. Se inserta la muestra de vellón en el marco.
2. Se sumerge el vellón insertado con el marco 10 mm en agua destilada.
3. Se lee la altura de ascenso después de 120 segundos.

## Resultados

	Altura de ascenso en mm
Aditivo A	0
Aditivo B	30
Sin aditivo	0

Los vellones con aditivos según la invención muestran una hidrofilia claramente mejor que los productos con aditivos según el estado de la técnica.

### B. Absorción de agua

En el caso del procedimiento de ensayo se trata de un ensayo EDANA modificado (capítulo 10.1-72):

### Preparación

<u>Corte de la muestra de vellón:</u>	Tamaño: 120 mm x 120 mm
	Número: 3
	Peso: al menos 1,0 g (varios vellones)

### Puesta en práctica

1. Se pesa la muestra de vellón.
2. Se coloca 60 segundos en agua destilada (se carga la muestra de vellón).
3. Se cuelga verticalmente en el sentido de la máquina, y se deja gotear 120 segundos.
4. Se pesa de nuevo la muestra de vellón.
5. Se deja secar 24 horas.
6. Se repite dos veces el proceso 1-5.



## ES 2 298 393 T3

*Cálculo de absorción (capacidad de absorción de agua)/%*

$$X \% = \frac{\text{Peso húmedo} - \text{Peso seco}}{\text{Peso seco}} \times 100$$

En la siguiente tabla se representan los resultados de absorción de agua.

	Absorción de agua en %
Aditivo A	1003
Aditivo B	935
Sin aditivo	129

Por lo tanto, los aditivos de la presente invención muestran una buena absorción de agua, análogamente a los productos del estado de la técnica y, por lo tanto, constituyen una alternativa a los mismos.

## REIVINDICACIONES

1. Aditivo hidrófilo interno para fibras sintéticas que contienen poliolefinas, según la fórmula general (I)



en la que

A significa respectivamente un resto R-COO, representando R un resto alquilo saturado, ramificado o no ramificado, con 7 a 21 átomos de carbono,

significando B respectivamente un grupo  $(C_nH_{2n}O)_k$ , representando n números enteros de 2 a 4, y pudiendo presentar k los valores de 1 a 15, y

representando C un resto alquileo lineal o ramificado del grupo  $CH_2-CH(CH_3)$ ,  $CH_2-CH_2-CH_2$  o  $(CH_2)_4$ .

2. Aditivo hidrófilo según la reivindicación 1, **caracterizado** porque en la fórmula (I) R representa un resto alquilo saturado lineal con 9 a 13 átomos de carbono, y preferentemente 9 a 11 átomos de carbono.

3. Aditivo hidrófilo según las reivindicaciones 1 y 2, **caracterizado** porque en la fórmula (I) k significa los valores 1 a 15, preferentemente 4 a 10, y en especial 5.

4. Aditivo hidrófilo según las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado** porque en la fórmula (I) n representa el número 2.

5. Aditivo hidrófilo según las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado** porque en la fórmula (I) R representa un resto alquilo lineal con 9 átomos de carbono, k tiene el valor 5, n representa 2, y C representa un resto  $CH_2-CH_2(CH_3)$ .

6. Aditivo hidrófilo según las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado** porque en la fórmula (I) R representa un resto alquilo lineal con 11 átomos de carbono, k tiene el valor 5, n representa 2, y C representa un resto  $CH_2-CH_2(CH_3)$ .

7. Aditivo hidrófilo según las reivindicaciones 1 a 6, **caracterizado** porque los compuestos de la fórmula (I) presentan un punto de opacidad en frío menor que 12°C, preferentemente menor que 10°C, y en especial menor que 6°C.

8. Aditivo hidrófilo según las reivindicaciones 1 a 7, **caracterizado** porque los compuestos de la fórmula (I) presentan un punto de opacidad en frío menor que 5°C, y preferentemente menor que 3°C.

9. Aditivo hidrófilo según las reivindicaciones 1 a 8, **caracterizado** porque en la fórmula (I) B representa una mezcla de grupos óxido de etileno y óxido de propileno.

10. Aditivo hidrófilo según las reivindicaciones 1 a 9, **caracterizado** porque en la fórmula (I) B representa grupos óxido de propileno.

11. Empleo de compuestos según la fórmula (I) en la reivindicación 1, para el hidrofiliado de fibras o materiales planos que contienen completa o parcialmente poliolefinas.

12. Procedimiento para la obtención de objetos que contienen completa o parcialmente poliolefinas, **caracterizado** porque se mezcla un granulado polímero que contiene completa o parcialmente poliolefinas, con compuestos de la fórmula (I) en cantidades de un 0,1 a un 30% en peso, referido al granulado, y a continuación se elabora de modo conocido en sí para dar fibras o láminas, preferentemente mediante extrusión.

13. Procedimiento según la reivindicación 12, **caracterizado** porque al granulado polímero se añaden los compuestos de la fórmula (I) en cantidades de un 1 a un 15% en peso, y en especial de un 1 a un 2,5% en peso.

14. Procedimiento según las reivindicaciones 12 a 13, **caracterizado** porque los productos obtenidos mediante extrusión se ponen en contacto con agua, y a continuación se secan.

15. Procedimiento según la reivindicación 14, **caracterizado** porque los productos obtenidos mediante extrusión se ponen en contacto con agua de 80 a 90°C, o con vapor de agua.