

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 900 514**

51 Int. Cl.:

**D04H 3/007** (2012.01)

**D04H 3/14** (2012.01)

**C08L 23/12** (2006.01)

**C08F 110/06** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **02.01.2017 PCT/EP2017/050002**

87 Fecha y número de publicación internacional: **13.07.2017 WO17118612**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **02.01.2017 E 17700032 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **17.11.2021 EP 3400330**

54 Título: **Telas no tejidas unidas por hilado fabricadas a partir de homopolímeros de PP exentos de ftalato**

30 Prioridad:

**04.01.2016 EP 16150008**

**27.07.2016 EP 16181420**

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

**17.03.2022**

73 Titular/es:

**BOREALIS AG (100.0%)**

**Trabrennstrasse 6-8**

**1020 Vienna, AT**

72 Inventor/es:

**WANG, JINGBO;**

**KLIMKE, KATJA;**

**FIEBIG, JOACHIM;**

**VAN PARIDON, HENK y**

**GAHLEITNER, MARKUS**

74 Agente/Representante:

**VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro**

ES 2 900 514 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

Telas no tejidas unidas por hilado fabricadas a partir de homopolímeros de PP exentos de ftalato

- 5 La presente invención se dirige a telas no tejidas unidas por hilado, que están compuestas de homopolímeros de PP exentos de ftalato, y a artículos que comprenden dichas telas unidas por hilado.

10 Hoy en día, las fibras de polipropileno o las telas no tejidas de polipropileno se han usado en varias aplicaciones, incluyendo medios de filtración (filtros), pañales, productos sanitarios, compresas higiénicas, salvaslips, productos de incontinencia para adultos, materiales protectores para ropa, vendajes, paños quirúrgicos, batas quirúrgicas, ropa quirúrgica y materiales de embalaje.

15 En general, para la producción de una tela no tejida unida por hilado, los puntos importantes son la fluidez de la materia prima durante el proceso de hilatura, la capacidad de estiramiento de los filamentos formados sin rotura, la calidad de unión de las fibras en el tejido, así como la estabilidad global durante el proceso de hilatura.

20 Un punto adicional importante es que los polímeros usados en las telas no tejidas unidas por hilado y los estratificados de las mismas deberían presentar buenas propiedades de tracción en un amplio intervalo de condiciones de procesamiento, ya que dichas telas no tejidas unidas por hilado se caracterizan entre otros por la resistencia a la tracción y el alargamiento a la rotura.

25 Actualmente se cree que, en las condiciones de procesamiento usadas en la producción de una tela no tejida unida por hilado, el estrechamiento de la distribución de pesos moleculares conduce a una elasticidad en fundido más baja, lo que a su vez da como resultado una reducción del hinchamiento de la matriz y una resistencia menor al estiramiento de la fibra. Así, aumentan la estabilidad del proceso de hilatura, así como las velocidades máximas de hilatura. Además, un polipropileno con una distribución de pesos moleculares más estrecha podrá retener mejor la orientación y proporcionar mejores propiedades mecánicas a la tela no tejida.

30 Se han llevado a cabo diversos desarrollos sobre las materias primas a la vista de esto.

35 Por ejemplo, el documento EP 2479331 divulga telas no tejidas unidas por hilado obtenibles a partir de una composición de resina cristalina que es una mezcla de un polipropileno de alta cristalinidad, que se usa generalmente en hilatura en fundido, y un polipropileno específico de baja cristalinidad que se añade para ajustar el MFR de la mezcla a un valor específico. Este polipropileno de baja cristalinidad tiene una distribución de pesos moleculares menor de 4.

El documento 2682505 describe en los Ejemplos otros polímeros de polipropileno para usar en telas no tejidas unidas por hilado, que tiene también una distribución de pesos moleculares de como máximo 4.

40 De acuerdo con el documento EP 2631269, se divulga una composición de polipropileno que debe comprender un polipropileno con un índice de fluidez MFR2 (230 °C) en el intervalo de 0,1 g/10 min a 20 g/10 min y además una pequeña cantidad de un polipropileno adicional que tiene un índice de fluidez MFR2 bastante más alto (230 °C), es decir, en el intervalo de 200 g/10 min a 2500 g/10 min. Además, la composición de polipropileno debe tener un índice de fluidez (230 °C) en el intervalo de 10 g/10 min a 60 g/10 min y un índice de polidispersidad (IP) de no más de 4,0.

45 A pesar del progreso en las propiedades mecánicas durante los últimos años, sigue habiendo una demanda constante de mejoras adicionales con el fin de permitir aumentos adicionales en la procesabilidad y en los procesos de hilatura y dar como resultado telas no tejidas unidas por hilado con resistencia a la tracción y elongación a la rotura mejoradas.

50 En vista de lo anterior, un objetivo de la presente invención es proporcionar una tela no tejida unida por hilado basada en polipropileno que tenga una combinación superior de propiedades mecánicas y físicas junto con una buena procesabilidad.

55 Los presentes inventores han llevado a cabo extensos estudios, y como resultado han descubierto que se pueden conseguir las propiedades anteriormente mencionadas empleando un polipropileno específico.

Por consiguiente, la presente invención proporciona:

Una tela no tejida unida por hilado, que comprende un homopolímero de polipropileno que tiene

- 60 a) del 0,0 % a menos del 0,8 % en peso de un comonomero de alfa olefina C<sub>2</sub> o C<sub>4</sub> a C<sub>10</sub>  
 b) un índice de fluidez (MFR, 230 °C, 2,16 kg, Norma ISO 1133) en el intervalo de 15 g/10 min a 120 g/10 min y  
 c) una distribución de pesos moleculares (Mw/Mn) > 4,3 (medida mediante cromatografía de exclusión molecular según la norma ISO 16014)  
 65 d) una temperatura de fusión (DSC, norma ISO 11357-1 y 11357-2) en el intervalo de 155 °C a 162 °C y  
 e) está exenta de ésteres de ácido ftálico, así como sus respectivos productos de descomposición y en donde el homopolímero de polipropileno se ha viscorreducido por lo que la relación del MFR tras la viscorreducción [MFR

final] al MFR antes de la viscorreducción [MFR inicial]

[MFR final]/ [MFR inicial] es > 5,

por lo que el homopolímero de polipropileno se ha polimerizado en presencia de a) un catalizador de Ziegler-Natta (ZN-C) que comprende compuestos (TC) de un metal de transición del Grupo 4 al 6 de la IUPAC, un compuesto de un metal (MC) del Grupo 2 y un donante interno (ID), en donde dicho donante interno (ID) es un compuesto no ftálico y es un citraconato; b) opcionalmente un cocatalizador (Co), y c) opcionalmente un donante externo (ED).

Dicha tela no tejida unida por hilado se caracteriza preferentemente por una relación ventajosa entre la resistencia a la tracción (TS) y el alargamiento a la rotura (EB) del tipo

$$EB(CD) > 64 + 1,1 \cdot TS(CD) + 0,011 \cdot TS(CD)^2$$

Determinándose ambos parámetros en dirección transversal (CD), es decir, perpendicular a la dirección de procesamiento en telas no tejidas unidas por hilado que tiene un peso específico por unidad de área 5 g/m<sup>2</sup> a 50 g/m<sup>2</sup> según la norma EN 29073-3 (1989).

Este polipropileno específico se produce con un denominado catalizador de Ziegler-Natta de 5<sup>a</sup>, que se basa en un donante interno sin ftalato que es un citraconato.

Dichas telas no tejidas unidas por hilado basadas en este polipropileno específico que están exentas de ésteres de ácido ftálico, así como de sus respectivos productos de descomposición y que tienen las propiedades anteriormente descritas muestran un mayor alargamiento a la rotura y una mayor resistencia a la tracción en comparación con las telas basadas en polipropileno que se producen con los catalizadores de Ziegler-Natta de 4<sup>a</sup> generación que utilizan un donante interno basado en ftalato.

Además, se ha descubierto de forma sorprendente que, aunque el polipropileno usado de acuerdo con la invención tiene una distribución de pesos moleculares por encima de 4, la estabilidad de la hilatura durante la preparación de las telas no se altera negativamente y se pueden producir telas con diferentes pesos a alta velocidad.

#### Descripción detallada

De acuerdo con la presente invención la tela no tejida unida por hilado se basa en un polipropileno específico.

El polipropileno específico ha de tener las siguientes propiedades:

a) *El polipropileno es un homopolímero*

Según la presente invención la expresión "homopolímero de propileno" se refiere a un polipropileno que consiste sustancialmente, es decir, por encima del 99,2 % en peso, más preferentemente de al menos el 99,3 % en peso, incluso más preferentemente de al menos 99,4 % en peso, tal como al menos 99,5 % en peso o 99,9 % en peso, de unidades de propileno. Por tanto, el homopolímero de polipropileno puede contener menos del 0,8 % en peso de un comonomero de alfa olefina C<sub>2</sub> o C<sub>4</sub> a C<sub>10</sub>, preferentemente un máximo del 0,7% en peso, incluso más preferentemente de un máximo del 0,6 % en peso, igualmente de un máximo del 0,5 % en peso o 0,1 % en peso de un comonomero de alfa olefina C<sub>2</sub> o C<sub>4</sub> a C<sub>10</sub>.

Se pueden seleccionar dichos comonomeros, por ejemplo, entre etileno, 1-buteno, 1-hexeno y 1-octeno. Preferentemente, el comonomero, si está presente, es etileno.

En otra realización solo son detectables unidades de propileno, es decir, solo se ha polimerizado propileno. En este caso, la cantidad de comonomero es del 0,0 % en peso.

b) El índice de fluidez (MFR<sub>2</sub>, 230 °C, 2,16 kg, Norma ISO 1133) está en el intervalo de 15 g/10 min a 120 g/10 min. Preferentemente, el homopolímero de polipropileno tiene un MFR<sub>2</sub> en el intervalo de 15 g/10 min a 60 g/10 min y más preferentemente, en el intervalo de 15 g/10 min a 40 g/10 min.

c) La distribución de pesos moleculares (Mw/Mn) del homopolímero de polipropileno es > 4,3 (medida por cromatografía de exclusión molecular según la norma ISO 16014), preferentemente por encima de 4,5.

d) El homopolímero de propileno es preferentemente un homopolímero de propileno cristalino. El término "cristalino" indica que el homopolímero de propileno tiene una temperatura de fusión bastante alta. Por tanto, a lo largo de toda la invención el homopolímero de propileno se considera cristalino a menos que se indique lo contrario. Por lo tanto, el homopolímero de propileno tiene una temperatura de fusión T<sub>m</sub> medida mediante calorimetría de barrido diferencial (DSC, Norma ISO 11357- 1 y 11357-2) en el intervalo de 155 °C a 162 °C.

e) Además, el homopolímero de polipropileno está exento de ésteres de ácido ftálico, así como sus respectivos productos de descomposición.

*Propiedades adicionales del homopolímero de polipropileno:*

Se prefiere que el homopolímero de propileno se caracterice por un contenido soluble en xileno frío (XCS) bastante alto, es decir, por un contenido soluble en xileno frío (XCS) de al menos 2,5 % en peso, como al menos el 3,0 % en peso o al menos el 3,5 % en peso.

Por consiguiente, el homopolímero de propileno tiene preferentemente un contenido soluble en xileno frío (XCS) en el intervalo de 2,5 % a 5,5 % en peso, más preferentemente en el intervalo del 3,0 % al 5,0 % en peso e incluso más preferentemente en el intervalo del 3,5 % al 5,0 % en peso.

La cantidad de fracciones solubles en xileno frío (XCS) indica adicionalmente que el homopolímero de propileno está preferentemente exento de cualquier componente de polímero elastomérico, como un caucho de etileno propileno. En otras palabras, el homopolímero de propileno no será un polipropileno heterofásico, es decir, un sistema que consista en una matriz de polipropileno en donde se dispersa una fase elastomérica. Tales sistemas se caracterizan por un contenido soluble en xileno frío bastante alto.

Además, se prefiere que el homopolímero de propileno tenga una temperatura de cristalización  $T_c$  medida mediante calorimetría de barrido diferencial (DSC, Norma ISO 11357-1 y 11357-2) igual o superior a 105 °C, más preferentemente en el intervalo de 108 °C a 130 °C, más preferentemente en el intervalo de 110 °C a 125 °C.

El homopolímero de polipropileno adecuado para la presente invención está además viscorreducido.

Por tanto, el índice de fluidez (230 °C/2,16 kg, Norma ISO 1133) del homopolímero de polipropileno antes de la viscorreducción es mucho menor, como de 0,5 g/10 min a 50 g/10 min. Por ejemplo, el índice de fluidez (230 °C/2,16 kg) del homopolímero de polipropileno antes de la viscorreducción es de 1,0 g/10 min a 45 g/10 min, como de 1,5 g/10 min a 40 g/10 min.

La relación del MFR tras la viscorreducción [MFR final] al MFR antes de la viscorreducción [MFR inicial] [MFR final]/[MFR inicial] es > 5.

Preferentemente el polímero de polipropileno se ha viscorreducido con una relación de viscorreducción [MFR<sub>2</sub> final (230 °C/2,16 kg) / MFR<sub>2</sub> inicial (230 °C/2,16 kg)] de más de 5 a 50.

El "MFR<sub>2</sub> final (230 °C/2,16 kg)" es el MFR<sub>2</sub> (230 °C/2,16 kg) del homopolímero de propileno tras la viscorreducción de la viscosidad y el "MFR<sub>2</sub> inicial (230 °C/2,16 kg)" es el MFR<sub>2</sub> (230 °C/2,16 kg) del homopolímero de propileno antes de la viscorreducción.

Más preferentemente, el homopolímero de polipropileno se ha viscorreducido con una relación de viscorreducción [MFR<sub>2</sub> final (230 °C/2,16 kg) / MFR<sub>2</sub> inicial (230 °C/2,16 kg)] de 8 a 25. Incluso más preferentemente, el homopolímero de polipropileno se ha viscorreducido con una relación de viscorreducción [MFR<sub>2</sub> final (230 °C/2,16 kg) / MFR<sub>2</sub> inicial (230 °C/2,16 kg)] de 10 a 20.

Como se ha mencionado anteriormente, es una característica esencial que el homopolímero de polipropileno se haya viscorreducido. Los dispositivos de mezcla preferidos adecuados para viscorreducción son conocidos por los expertos en la materia y pueden seleccionarse entre amasadoras continuas y discontinuas, extrusoras de doble tornillo y extrusoras de tornillo único con secciones especiales de mezcla y coamasadoras y similares.

La etapa de viscorreducción de acuerdo con la presente invención se lleva a cabo bien con un peróxido o con una mezcla de peróxidos o bien con un éster de hidroxilamina o un compuesto de mercaptano como fuente de radicales libres (agente de viscorreducción) o mediante degradación térmica simple.

Los peróxidos típicos que son adecuados como agentes de viscorreducción son 2,5-dimetil-2,5-bis(*terc*-butilperoxi)hexano (DH-BP) (por ejemplo, vendido con los nombres comerciales Luperox 101 y Trigonox 101), 2,5-dimetil-2,5-bis(*terc*-butilperoxi)hexano-3 (DYBP) (por ejemplo, vendido con los nombres comerciales Luperox 130 y Trigonox 145), peróxido de dicumilo (DCUP) (por ejemplo, vendido con los nombres comerciales Luperox DC y Perkadox BC), peróxido de di-*terc*-butilo (DTBP) (por ejemplo, vendido con los nombres comerciales Trigonox B y Luperox Di), peróxido de *terc*-butilcumilo (BCUP) (por ejemplo, vendido con los nombres comerciales Trigonox T y Luperox 801) y bis(*terc*-butilperoxi-isopropil)benzeno (DIPP) (por ejemplo, vendido con los nombres comerciales Perkadox 14S y Luperox DC).

Las cantidades adecuadas de peróxido que se van a emplear de acuerdo con la presente invención son en principio conocidas por la persona experta y pueden calcularse fácilmente sobre la base de la cantidad de homopolímero de propileno que se va a someter a viscorreducción, el valor del MFR<sub>2</sub> (230 °C) del homopolímero de propileno que se va a someter a viscorreducción y el MFR<sub>2</sub> diana deseado (230 °C) del producto que se va a obtener.

Por consiguiente, las cantidades típicas de agente de viscorreducción con peróxido son del 0,005 % al 0,5 % en peso,

más preferentemente del 0,01 % al 0,2 % en peso, basado en la cantidad total del homopolímero de polipropileno empleado. Normalmente, la viscorreducción de acuerdo con la presente invención se lleva a cabo en una extrusora, de modo que, en las condiciones adecuadas, se obtenga un aumento del índice de fluidez. Durante la viscorreducción, las cadenas de masa molar superior del producto de partida se rompen estadísticamente con mayor frecuencia que las moléculas de masa molar inferior, resultando como se indicó anteriormente en una disminución general del peso molecular promedio y un aumento en el índice de fluidez.

Tras la viscorreducción, el homopolímero de polipropileno de acuerdo con la presente invención está, preferentemente, en forma de pelotas o gránulos. El homopolímero de polipropileno presente se usa preferentemente en forma de pelotas o gránulos para el proceso de fibras unidas por hilado.

El homopolímero de polipropileno de acuerdo con la presente invención se produce en presencia de

- (a) un catalizador de Ziegler-Natta que comprende compuestos de un metal de transición del Grupo 4 al 6 de la IUPAC, un compuesto metálico del Grupo 2 y un donante interno, en donde dicho donante interno es un compuesto no ftálico y es un citraconato,
- (b) opcionalmente un cocatalizador, y
- (c) opcionalmente un donante externo.

Usar un catalizador de Ziegler-Natta con un compuesto no ftálico que es un citraconato como donante interno permite la producción de homopolímeros de polipropileno que satisfacen el requisito e).

La relación molar de cocatalizador a donante externo (ED) [Co/ED] es preferentemente de 5 a 45.

Preferentemente, el homopolímero de polipropileno se prepara mediante un proceso de polimerización como se ha descrito anteriormente que comprende al menos un reactor y opcionalmente un segundo reactor, en donde en el primer reactor se produce una primera fracción de homopolímero de polipropileno, que posteriormente se transfiere al segundo reactor opcional, por lo que en el segundo reactor se produce la segunda fracción de homopolímero de polipropileno opcional en presencia de la primera fracción de homopolímero de polipropileno.

El proceso para la preparación del homopolímero de polipropileno, así como el catalizador de Ziegler-Natta usado en dicho proceso, se describen adicionalmente en detalle a continuación.

En vista de lo anterior, es obligatorio que el polímero de polipropileno esté exento de compuestos ftálicos, así como de sus respectivos productos de descomposición, es decir, ésteres de ácido ftálico, usados normalmente como donantes internos de los catalizadores de Ziegler-Natta, (por ejemplo, catalizadores de Ziegler-Natta de 4ª generación).

La expresión "exento de" compuestos ftálicos en el significado de la presente invención se refiere a un homopolímero de polipropileno en el cual no se detectan compuestos ftálicos ni productos de descomposición respectivos que se originen a partir del catalizador usado.

De acuerdo con la presente invención, la expresión "compuestos ftálicos" se refiere al ácido ftálico (n.º CAS 88-99-3), sus monoésteres y diésteres con alcoholes alifáticos, alicíclicos y aromáticos, así como el anhídrido ftálico.

Tal como ya se ha indicado anteriormente, el polímero de polipropileno se produce opcionalmente en un proceso de polimerización secuencial.

La expresión "sistema de polimerización secuencial" indica que el polímero de polipropileno se produce en al menos dos reactores conectados en serie. En consecuencia, el sistema de polimerización para la polimerización secuencial comprende al menos un primer reactor de polimerización y un segundo reactor de polimerización y, opcionalmente, un tercer reactor de polimerización. La expresión "reactor de polimerización" indicará que tiene lugar la polimerización principal. Así, si el proceso consiste en dos reactores de polimerización, esta definición no excluye la opción de que el sistema global comprenda, por ejemplo, una etapa de prepolimerización en un reactor de prepolimerización. La expresión "consiste en" es únicamente una formulación cerrada a la vista de los reactores de polimerización principales.

Preferentemente el primer reactor de polimerización es, en cualquier caso, un reactor de suspensión y puede ser cualquier reactor de tanque agitado simple discontinuo o continuo o reactor de bucle que funcione en masa o suspensión. En masa significa una polimerización en un medio de reacción que comprende al menos el 60 % (p/p) de monómero. De acuerdo con la presente invención, el reactor en suspensión es, preferentemente, un reactor de tipo bucle (en masa).

El segundo reactor de polimerización opcional puede ser un reactor en suspensión, como se ha definido anteriormente, preferentemente un reactor de bucle o un reactor en fase gaseosa.

El tercer reactor de polimerización opcional es preferentemente un reactor en fase gaseosa.

Los procesos de polimerización secuencial se conocen en el estado de la técnica.

5 Un proceso de multietapa preferido es un proceso de "bucle-fase gaseosa", tal como el desarrollado por Borealis (conocido como tecnología BORSTAR®) descrito, por ejemplo, en la bibliografía de patentes, tal como en los documentos EP 0 887 379, WO 92/12182, WO 2004/000899, WO 2004/111095, WO 99/24478, WO 99/24479 o en WO 00/68315.

10 Un proceso de suspensión-fase gaseosa adecuado adicional es el proceso Spheripol® de Basell.

Está dentro de la experiencia de los expertos en la materia elegir las condiciones de polimerización de una manera que produzca las propiedades deseadas del polímero de polipropileno.

15 *El catalizador de Ziegler-Natta, el donante externo y el cocatalizador*

Tal como se ha señalado anteriormente en el proceso específico para la preparación del polímero de polipropileno, como se ha definido anteriormente, se debe usar un catalizador de Ziegler-Natta. Por consiguiente, se describirá ahora con más detalle el catalizador de Ziegler-Natta.

20 El catalizador usado en la presente invención es un catalizador de Ziegler-Natta sólido, que comprende compuestos de un metal de transición del Grupo 4 a 6 de la IUPAC, como titanio, un compuesto metálico del Grupo 2, como magnesio, y un donador interno que es un compuesto no ftálico que es un citraconato. Así, el catalizador está preferentemente completamente exento de compuestos ftálicos no deseados. Además, el catalizador sólido no tiene ningún material de soporte externo, como sílice o  $MgCl_2$ , sino que el catalizador está autosoportado.

25 El catalizador de Ziegler-Natta puede definirse adicionalmente por la forma en que se obtiene. Por consiguiente, el catalizador de Ziegler-Natta se obtiene, preferentemente, mediante un proceso que comprende las etapas de

30 a) a<sub>1</sub>) proporcionar una solución de al menos un compuesto alcoxi metálico del Grupo 2 (Ax) que es el producto de reacción de un compuesto metálico (MC) del Grupo 2 y un alcohol monohídrico (A) que comprende además del resto hidroxilo al menos un resto éter opcionalmente en un medio de reacción líquido orgánico; o  
a<sub>2</sub>) una solución de al menos un compuesto alcoxi metálico del Grupo 2 (Ax') que es el producto de reacción de un compuesto metálico (MC) del Grupo 2 y una mezcla alcohólica del alcohol monohídrico (A) y un alcohol monohídrico (B) de fórmula ROH, opcionalmente en un medio de reacción líquido orgánico; o  
35 a<sub>3</sub>) proporcionar una solución de una mezcla del compuesto alcoxi del Grupo 2 (Ax) y un compuesto alcoxi metálico del Grupo 2 (Bx) que es el producto de reacción de un compuesto metálico (MC) del Grupo 2 y el alcohol monohídrico (B), opcionalmente en un medio de reacción líquido orgánico; o  
a<sub>4</sub>) proporcionar una solución de un alcóxido del Grupo 2 de fórmula  $M(OR_1)_n(OR_2)_mX_{2-n-m}$  o una mezcla de alcóxidos del Grupo 2  $M(OR_1)_nX_{2-n}$  y  $M(OR_2)_mX_{2-m}$ , donde M es metal del Grupo 2, X es halógeno, R<sub>1</sub> y R<sub>2</sub> son grupos alquilo diferentes de C<sub>2</sub> a C<sub>16</sub> átomos de carbono y  $0 \leq n < 2$ ,  $0 \leq m < 2$  y  $n+m+(2-n-m) = 2$ , siempre que tanto n como m  $\neq 0$ ,  $0 < n' \leq 2$  y  $0 < m' \leq 2$ ; y

45 b) añadir dicha solución de la etapa a) a al menos a un compuesto de un metal de transición del Grupo 4 a 6 y  
c) obtener las partículas sólidas del componente catalizador,

y añadir el donante de electrones interno en cualquier etapa anterior a la etapa c).

50 El donante interno o precursor del mismo se añade preferentemente a la solución de la etapa a).

De acuerdo con el procedimiento anterior, el catalizador de Ziegler-Natta se puede obtener mediante un método de precipitación o mediante un método de solidificación en emulsión (sistema bifásico líquido/líquido) dependiendo de las condiciones físicas, especialmente la temperatura utilizada en las etapas b) y c).

55 En ambos métodos (precipitación o solidificación en emulsión) la química del catalizador es la misma.

60 En el método de precipitación se realiza la combinación de la solución de la etapa a) con al menos un compuesto de metal de transición en la etapa b) y toda la mezcla de reacción se mantiene al menos a 50 °C, más preferentemente, en el intervalo de temperatura de 55 °C a 110 °C, más preferentemente en el intervalo de 70 °C a 100 °C, para asegurar la precipitación completa del componente catalítico en forma de partículas sólidas (etapa c).

65 En el método de solidificación en emulsión de la etapa b), la solución de la etapa a) se añade normalmente a al menos un compuesto de metal de transición a una temperatura inferior, tal como de -10 a menos de 50 °C, preferentemente de -5 a 30 °C. Durante la agitación de la emulsión, la temperatura se mantiene normalmente de -10 a menos de 40 °C, preferentemente de -5 a 30 °C. Las gotitas de la fase dispersa de la emulsión forman la composición catalítica activa. La solidificación (etapa c) de las gotitas se realiza adecuadamente calentando la emulsión a una temperatura

de 70 a 150 °C, preferentemente de 80 a 110 °C.

El catalizador preparado mediante el método de solidificación en emulsión se usa preferentemente en la presente invención.

5 En una realización preferida, en la etapa a) se usa la solución de a<sub>2</sub>) o a<sub>3</sub>), es decir, una solución de (Ax') o una solución de una mezcla de (Ax) y (Bx).

10 Preferentemente, el metal del Grupo 2 es magnesio.

10 Los compuestos alcoxi de magnesio (Ax), (Ax') y (Bx) se pueden preparar *in situ* en la primera etapa del proceso de preparación del catalizador, etapa a), haciendo reaccionar el compuesto de magnesio con el alcohol o alcoholes como se describió anteriormente, o dichos compuestos alcoxi de magnesio pueden prepararse separadamente como compuestos alcoxi de magnesio o incluso pueden estar disponibles comercialmente como compuestos alcoxi de magnesio listos y usarse como tales en el proceso de preparación del catalizador de la invención.

15 Los ejemplos ilustrativos de los alcoholes (A) son monoéteres de alcoholes dihidricos (glicol monoéteres). Los alcoholes preferidos (A) son glicol C<sub>2</sub> a C<sub>4</sub> monoéteres, en donde los restos éter comprenden de 2 a 18 átomos de carbono, preferentemente de 4 a 12 átomos de carbono. Los ejemplos preferidos son 2-(2-etilhexiloxi)etanol, 2-butiloxietanol, 2-hexiloxietanol, 1,3-propilenglicol-monobutil éter, y 3-butoxi-2-propanol, con 2-(2-etilhexiloxi)etanol y 1,3-propilenglicolmonobutil éter, y 3-butoxi-2-propanol.

20 Los alcoholes monohídricos ilustrativos (B) son de fórmula ROH, siendo R un resto alquilo C<sub>6</sub>-C<sub>10</sub> de cadena lineal o ramificada. El alcohol monohídrico más preferido es 2-etil-1-hexanol u octanol.

25 Preferentemente, una mezcla de compuestos alcoxi de Mg (Ax) y (Bx) o la mezcla de alcoholes (A) y (B), respectivamente, se utiliza y se emplea en una relación molar de Bx:Ax o B:A de 8:1 a 2:1, más preferentemente de 5:1 a 3:1.

30 El compuesto alcoxi de magnesio puede ser un producto de reacción de alcohol(es), como se ha definido anteriormente, y un compuesto de magnesio seleccionado de dialquilmagnesios, alcóxidos de alquilmagnesio, se pueden usar dialcóxidos de magnesio, haluros de alcoximagnesio y haluros de alquilmagnesio. Los grupos alquilo pueden ser grupos alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub> iguales o diferentes, preferentemente alquilo C<sub>2</sub>-C<sub>10</sub>. Compuestos típicos de alquilalcoximagnesio, cuando se usan, son butóxido de etilmagnesio, pentóxido de butilmagnesio, butóxido de octilmagnesio y octóxido de octilmagnesio. Preferentemente se usan los dialquilmagnesios. Los dialquilmagnesios más preferidos son butiltoctilmagnesio o butiletilmagnesio.

35 También es posible que el compuesto de magnesio pueda reaccionar además del alcohol (A) y el alcohol (B) también con un alcohol polihídrico (C) de fórmula R''(OH)<sub>m</sub> para obtener dichos alcoxicompuestos de magnesio. Los alcoholes polihídricos preferidos, si se usan, son alcoholes, en donde R'' es un resto hidrocarburo C<sub>2</sub> a C<sub>10</sub> de cadena lineal, cíclico o ramificado y m es un número entero de 2 a 6.

40 Los compuestos alcoxi de magnesio de la etapa a) se seleccionan así del grupo que consiste en dialcóxidos de magnesio, diariloximagnesios, haluros de alquiloximagnesio, haluros de ariloximagnesio, alcóxidos de alquilmagnesio, alcóxidos de arilmagnesio y arilóxidos de alquilmagnesio. Además, puede usarse una mezcla de dihaluro de magnesio y un dialcóxido de magnesio.

45 Los disolventes que se emplearán para la preparación del presente catalizador pueden seleccionarse entre cadenas lineales aromáticas y alifáticas, hidrocarburos ramificados y cíclicos con 5 a 20 átomos de carbono, más preferentemente de 5 a 12 átomos de carbono, o sus mezclas. Los disolventes adecuados incluyen benceno, tolueno, cumeno, xilol, pentano, hexano, heptano, octano y nonano. Son particularmente preferidos hexanos y pentanos.

50 El compuesto de Mg se proporciona, normalmente, como una solución del 10 % al 50 % en peso en un disolvente como se ha indicado anteriormente. El compuesto de Mg comercialmente disponible típico, especialmente las soluciones de dialquilmagnesio son soluciones de 20 % - 40 % en peso en tolueno o heptanos.

La reacción para la preparación del compuesto alcoxi de magnesio se puede llevar a cabo a una temperatura de 40 °C a 70 °C. La temperatura más adecuada se selecciona según el compuesto de Mg y el alcohol o alcoholes utilizados.

60 El compuesto de metal de transición del Grupo 4 al 6 es preferentemente un compuesto de titanio, lo más preferentemente un haluro de titanio, del tipo TiCl<sub>4</sub>.

El donante interno no ftálico utilizado en la preparación del catalizador utilizado en la presente invención es un compuesto no ftálico y es un citraconato.

65 En el método de emulsión, el sistema bifásico líquido-líquido puede formarse mediante agitación simple y

opcionalmente añadiendo disolvente(s) y aditivos (adicionales), tales como el agente minimizador de turbulencias (TMA) y/o agentes emulgentes y/o estabilizadores de la emulsión, tales como tensioactivos, que se usan de una manera conocida en la técnica para facilitar la formación y/o estabilizar la emulsión. Preferentemente, los tensioactivos son polímeros acrílicos o metacrílicos. Son particularmente preferidos (met)acrilatos C<sub>12</sub> a C<sub>20</sub> no ramificados tales como polimetacrilato de hexadecilo y polimetacrilato de octadecilo y mezclas de los mismos. El agente minimizador de turbulencias (TMA), si se usa, se selecciona preferentemente de polímeros de α-olefina de monómeros de α-olefina de 6 a 20 átomos de carbono, como poliocteno, polinoneno, polideceno, poliundeceno o polidodeceno o mezclas de los mismos. Lo más preferentemente es polideceno.

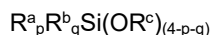
El producto sólido en forma de partículas obtenido por el método de precipitación o de solidificación en emulsión puede lavarse al menos una vez, preferentemente al menos dos veces, lo más preferentemente al menos tres veces con un hidrocarburo aromático y/o alifático, preferentemente con tolueno, heptano o pentano. El catalizador puede secarse adicionalmente, como por evaporación o lavado con nitrógeno, o puede convertirse en un líquido aceitoso sin ninguna etapa de secado.

El catalizador de Ziegler-Natta finalmente obtenido se presenta deseablemente en forma de partículas que tienen generalmente un intervalo de tamaño de partícula promedio de 5 a 200 μm, preferentemente de 10 a 100. Las partículas son compactas con porosidad baja y tienen un área superficial inferior a 20 g/m<sup>2</sup>, más preferentemente inferior a 10 g/m<sup>2</sup>. Normalmente, la cantidad de Ti es de 1 % a 6 % en peso, Mg de 10 % a 20 % en peso y donador de 10 % a 40 % en peso de la composición de catalizador.

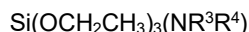
La descripción detallada de la preparación de catalizadores se divulga en los documentos WO 2012/007430, EP2610271, EP 261027 y EP2610272.

El catalizador de Ziegler-Natta se usa, preferentemente, en asociación a un cocatalizador de alquilaluminio y, opcionalmente, donantes externos.

Como componente adicional en el presente proceso de polimerización, preferentemente está presente un donante externo. Los donantes externos adecuados incluyen determinados silanos, éteres, ésteres, aminas, cetonas, compuestos heterocíclicos y mezclas de estos. Se prefiere especialmente el uso de un silano. Lo más preferido es el uso de silanos de fórmula general



en donde R<sup>a</sup>, R<sup>b</sup> y R<sup>c</sup> indican un radical hidrocarburo, en particular, un grupo alquilo o cicloalquilo, y en donde p y q son números que varían de 0 a 3, siendo su suma p + q igual a o menor de 3. R<sup>a</sup>, R<sup>b</sup> y R<sup>c</sup> se pueden elegir independientemente entre sí y pueden ser iguales o diferentes. Ejemplos específicos de tales silanos son (terc-butil)<sub>2</sub>Si(OCH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, (ciclohexil)(metil)Si(OCH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, (fenil)<sub>2</sub>Si(OCH<sub>3</sub>)<sub>2</sub> y (ciclopentil)<sub>2</sub>Si(OCH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, o de fórmula general



en donde R<sup>3</sup> y R<sup>4</sup> pueden ser iguales o diferentes y representan un grupo hidrocarburo que tiene de 1 a 12 átomos de carbono.

R<sup>3</sup> y R<sup>4</sup> se seleccionan independientemente del grupo que consiste en un grupo hidrocarburo alifático lineal que tiene de 1 a 12 átomos de carbono, grupo hidrocarburo alifático ramificado que tiene de 1 a 12 átomos de carbono y grupo hidrocarburo alifático cíclico que tiene de 1 a 12 átomos de carbono. En particular, se prefiere que R<sup>3</sup> y R<sup>4</sup> se seleccionen independientemente del grupo que consiste en metilo, etilo, n-propilo, n-butilo, octilo, decanilo, isopropilo, isobutilo, isopentilo, terc-butilo, terc-amilo, neopentilo, ciclopentilo, ciclohexilo, metilciclopentilo y cicloheptilo.

Más preferentemente, tanto R<sup>1</sup> como R<sup>2</sup> son iguales, aún más preferentemente tanto R<sup>3</sup> como R<sup>4</sup> son un grupo etilo.

Los donantes externos especialmente preferidos son el donante dicitopentildimetoxisilano (donante D) o el donante ciclohexildimetoxisilano (donante C).

Además del catalizador de Ziegler-Natta y el donante externo opcional puede usarse un cocatalizador. El cocatalizador es, preferentemente, un compuesto del grupo 13 de la tabla periódica (IUPAC), por ejemplo, un organoaluminio, tal como un compuesto de aluminio, del tipo alquil aluminio, haluro de aluminio o un compuesto de alquilhaluro de aluminio. En consecuencia, en una realización específica, el cocatalizador (Co) es un trialquilaluminio, tal como trietilaluminio (TEAL), cloruro de dialquilaluminio o dicloruro de alquilaluminio o mezclas de los mismos. En una realización específica, el cocatalizador (Co) es trietilaluminio (TEAL).

Preferentemente, la relación entre el cocatalizador (Co) y el donador externo (ED) [Co/ED] y/o la relación entre el cocatalizador (Co) y el metal de transición (TM) [Co/TM] deben elegirse cuidadosamente.

En consecuencia,

(a) la relación molar entre el cocatalizador (Co) y el donador externo (ED) [Co/ED] debe estar en el intervalo de 5 a 45, preferentemente está en el intervalo de 5 a 35, más preferentemente está en el intervalo de 5 a 25; y, opcionalmente

(b) la relación molar entre el cocatalizador (Co) y el compuesto de titanio (TC) [Co/TC] debe estar en el intervalo de más de 80 a 500, preferentemente está en el intervalo de 100 a 350, incluso más preferentemente en el intervalo de 120 a 300.

El homopolímero de propileno como se ha definido anteriormente es adecuado para convertirse en fibras de polipropileno unidas por hilado sin necesidad de añadir ningún componente polimérico adicional.

El homopolímero de polipropileno de la presente invención puede comprender componentes adicionales. Sin embargo, se prefiere que el homopolímero de polipropileno de la invención comprenda como componentes poliméricos solo el homopolímero de polipropileno como se define en la presente invención. Por consiguiente, es posible que la cantidad de homopolímero de polipropileno no dé como resultado el 100,0 % en peso. Así, la parte restante hasta el 100,0 % en peso se puede lograr mediante aditivos adicionales conocidos en la técnica. Sin embargo, esta parte restante no deberá ser más del 5,0 % en peso, como no más del 3,0 % en peso dentro de la composición total de homopolímero de polipropileno. Por ejemplo, la composición de polipropileno de la invención puede comprender adicionalmente pequeñas cantidades de aditivos seleccionados entre el grupo que comprende antioxidantes, estabilizadores, cargas, colorantes, agentes nucleantes y agentes antiestáticos. En general, se incorporan durante la granulación del producto pulverulento obtenido en la polimerización. En consecuencia, el homopolímero de polipropileno constituye al menos hasta el 95,0 % en peso, más preferentemente al menos un 97,0 % en peso.

Las fibras unidas por hilado difieren esencialmente de otras fibras, en particular, de las producidas mediante procesos de fundido por soplado.

En una realización preferida de la presente invención, las fibras de polipropileno (PP-F) tienen una finura del filamento promedio de no más de 2,0 denier, y más preferentemente de no más de 1,9 denier.

Adicionalmente, o como alternativa, las fibras de polipropileno tienen una finura del filamento promedio en el intervalo de 1,0 denier a 2,0 denier y más preferentemente en el intervalo de 1,2 denier a 1,9 denier.

Las fibras de polipropileno son adecuadas para producir telas unidas por hilado en forma de telas no tejidas.

La presente invención también se dirige a artículos, como bandas, fabricadas a partir de dichas telas unidas por hilado. Por consiguiente, la presente invención se dirige a artículos que comprenden la tela unida por hilado de la presente invención, incluyendo medios de filtración (filtros), pañal, compresas higiénicas, salvaslips, productos de incontinencia para adultos, ropa protectora, paños quirúrgicos, batas quirúrgicas y ropa quirúrgica.

Los artículos de la presente invención pueden comprender además de la tela unida por hilado una banda fundida por soplado conocida en la técnica.

Un aspecto particular de la presente invención se refiere a un proceso para la preparación de una tela unida por hilado, en donde el homopolímero de polipropileno que se ha definido anteriormente se ha unido por hilado utilizando una línea de hilatura de fibras a una presión máxima de aire de cabina de al menos 3 000 Pa, preferentemente de al menos 4 000 Pa y más preferentemente de al menos 5 000 Pa. La presión del aire de cabina puede ser de hasta 10 000 Pa, preferentemente de hasta 9 000 Pa.

El proceso de unión por hilado es uno que es bien conocido en la técnica de producción de telas. En general, se extruyen fibras continuas, se disponen en una correa sin fin, y luego se unen entre sí, y a menudo a una segunda capa tal como una capa de soplado en fundido, a menudo mediante un rodillo de calandrado calentado, o mediante la adición de un aglutinante, o mediante un sistema de unión mecánica (entrelazado) usando agujas o hidrojets.

Un proceso típico de unión por hilado consiste en una extrusión de filamentos continuos, seguida del estiramiento, la formación de una banda mediante el uso de algún tipo de eyector y la unión de la banda. En primer lugar, las pelletas o gránulos del homopolímero de polipropileno que se ha definido anteriormente se alimentan a una extrusora. En la extrusora, las pelletas o gránulos se funden y se fuerzan a través del sistema mediante un tornillo de fusión por calentamiento. En el extremo del tornillo, una bomba de hilatura mide el polímero fundido a través de un filtro hasta una hiladora, en la que el polímero fundido se extruye bajo presión a través de capilares, a una velocidad de 0,3 a 1,0 gramos por orificio y minuto. La hiladora contiene entre 65 y 75 orificios por cm, que miden de 0,4 mm a 0,7 mm de diámetro. El homopolímero de polipropileno se funde aproximadamente de 30 °C a 150 °C por encima de su punto de fusión para conseguir una viscosidad en estado fundido suficientemente baja para la extrusión. Las fibras que salen de la hiladora se enfrían y se estiran en fibras finas que miden como máximo 20 micrómetros de diámetro con chorros de aire frío, alcanzando velocidades del filamento de al menos 2500 m/min. La fibra solidificada se coloca aleatoriamente sobre una correa móvil para formar una estructura en forma de red aleatoria conocida en la técnica como una banda. Tras la formación de la banda, esta se une para alcanzar su resistencia final usando calandrades

5 textiles calentados conocidos en la técnica como calandrades de unión térmica. El calandrador consiste en dos rodillos de acero calentados; un rodillo es liso y el otro tiene un patrón de puntos elevados. La banda se transporta al calandrador, en donde se forma una tela presionando la banda entre los rodillos a una temperatura de unión de aproximadamente 140 °C a 160 °C. Las bandas resultantes tienen preferentemente un peso por unidad de área de 3 g/m<sup>2</sup> a 100 g/m<sup>2</sup>, más preferentemente de 5 g/m<sup>2</sup> a 50 g/m<sup>2</sup>.

10 Las telas unidas por hilado de acuerdo con la presente invención muestran excelentes propiedades de tracción. Más específicamente, dichas telas no tejidas unidas por hilado se caracterizan preferentemente por una relación ventajosa entre la resistencia a la tracción (TS) y el alargamiento a la rotura (EB) del tipo  $EB(CD) > 64 + 1,1 \cdot TS(CD) - 0,011 \cdot TS(CD)^2$

15 Determinándose ambos parámetros en dirección transversal (CD), es decir, perpendicular a la dirección de procesamiento de las bandas unidas por hilado que tiene un peso por unidad de área en el intervalo de 5 g/m<sup>2</sup> a 50 g/m<sup>2</sup> de acuerdo con la Norma EN 29073-3 (1989).

## Parte Experimental

### A) MÉTODOS

20 El MFR<sub>2</sub> (230 °C) se mide según la norma ISO 1133 (230 °C, 2,16 kg de carga). El MFR<sub>2</sub> de la composición de polipropileno se determina en los gránulos del material, mientras que el MFR<sub>2</sub> de la banda soplada por fusión se determina en piezas cortadas de una placa moldeada por compresión preparada a partir de la banda en una prensa calentada a una temperatura de no más de 200 °C, teniendo dichas piezas una dimensión que es comparable a la dimensión de los gránulos.

25 **La fracción de solubles en xileno a temperatura ambiente (soluble en xileno frío XCS, % en peso):** La cantidad del polímero soluble en xileno se determina a 25 °C de acuerdo con la norma ISO 16152; 5ª edición; 01/07/2005.

30 **Análisis de DSC, temperatura de fusión (T<sub>m</sub>), entalpía de fusión (H<sub>m</sub>), temperatura de cristalización (T<sub>c</sub>) y entalpía de cristalización (H<sub>c</sub>):** se midieron con un instrumento de calorimetría de barrido diferencial (DSC) Q200 de TA Instruments en muestras de 5 a 7 mg. La DSC se realiza según la Norma ISO 11357-1, 11357-2 y 11357-3 / método C2 en un ciclo de calor/frío/calor con una velocidad de barrido de 10 °C/min en el intervalo de temperaturas de -30 a +225 °C. Se determinan la temperatura de cristalización (T<sub>c</sub>) y la entalpía de cristalización (H<sub>c</sub>) a partir de la etapa de enfriamiento, mientras que la temperatura de fusión (T<sub>m</sub>) y la entalpía de fusión (H<sub>m</sub>) se determinan a partir de la segunda etapa de calentamiento, respectivamente, desde la primera etapa de calentamiento en el caso de las bandas.

35 **Peso molecular promedio en número (M<sub>n</sub>), peso molecular promedio en peso (M<sub>w</sub>), (M<sub>w</sub>/M<sub>n</sub>=MWD) del homopolímero de propileno**

40 Los promedios del peso molecular M<sub>w</sub>, M<sub>n</sub> y MWD se determinaron mediante cromatografía de permeación en gel (GPC) de acuerdo con las normas ISO 16014-4:2003 y ASTM D 6474-99. Se usó un instrumento GPC PolymerChar, equipado con detector de infrarrojos (IR) con 3 columnas Olexis y 1 columna de protección Olexis Guard de Polymer Laboratories y 1,2,4-triclorobenceno (TCB, estabilizado con 250 mg/l de 2,6-di-*tert*-butil-4-metilfenol) como disolvente a 160 °C y un caudal constante de 1 ml/min. Se inyectaron 200 µl de solución de muestra por análisis. Se calibró el conjunto de columnas usando la calibración universal (según la norma ISO 16014-2:2003) con al menos 15 patrones de poliestireno (PS) con una MWD en el intervalo de 0,5 kg/mol a 11 500 kg/mol. Las constantes de Mark Houwink para PS, PE y PP usadas son como se describe para la norma ASTM D 6474-99. Se prepararon todas las muestras disolviendo la muestra de polímero para alcanzar una concentración de ~ 1 mg/ml (a 160 °C) en TCB estabilizado (el mismo que en la fase móvil) durante 2,5 horas para PP a un máximo de 160 °C bajo agitación moderada continua en el automuestreador del instrumento de GPC. La MWD de la composición de polipropileno se determina en los gránulos del material, mientras que la MWD de la banda fundida por soplado se determina en una muestra de fibra de la banda, disolviéndose ambos de forma análoga.

45 Gramaje de la banda

50 Se determinó el peso unitario (gramaje) de las bandas en g/m<sup>2</sup> de acuerdo con la norma ISO 536:1995.

Finura del filamento

60 Se ha calculado la finura del filamento en denier a partir del diámetro de la fibra promedio usando la siguiente correlación:

$$\text{Diámetro de la fibra (in cm)} = (4,444 \times 10^{-6} \times \text{denier}/0,91 \times \pi)^{1/2}$$

65

Propiedades mecánicas de la banda

Se determinaron las propiedades mecánicas de las bandas de acuerdo con la Norma EN 29073-3 (1989) "Métodos de ensayo para telas no tejidas - Determinación de la resistencia y el alargamiento a la tracción"

## B) Ejemplos

5 El catalizador utilizado en el proceso de polimerización para el homopolímero de propileno del ejemplo inventivo (IE-1) y el ejemplo comparativo (CE-1) se preparó como sigue:

### Productos químicos usados:

10 Solución al 20 % en tolueno de butileilmagnesio (Mg (Bu) (Et), BEM), proporcionado por Chemtura 2-etilhexanol, proporcionado por Amphochem  
3-butoxi-2-propanol - (DOWANOL™ PnB), proporcionado por Dow  
15 bis(2-etilhexil)citraconato, proporcionado por SynphaBase  
TiCl<sub>4</sub>, proporcionado por Millenium Chemicals  
Tolueno, proporcionado por Aspokem  
Viscoplex® 1-254, proporcionado por Evonik  
Heptano, proporcionado por Chevron

### 20 Preparación de un compuesto alcoxi de Mg

La solución de alcóxido de Mg se preparó añadiendo, con agitación (70 rpm), en 11 kg de una solución al 20 % en peso en tolueno de butileilmagnesio (Mg(Bu)(Et)), una mezcla de 4,7 kg de 2-etilhexanol y 1,2 kg de butoxipropanol en un reactor de acero inoxidable de 20 l. Durante la adición, el contenido del reactor se mantuvo por debajo de 45  
25 °C. Después de completar la adición, se continuó la mezcla (70 rpm) de la mezcla de reacción a 60 °C durante 30 minutos. Después de enfriar a temperatura ambiente, se añadieron 2,3 kg g del donador bis(2-etilhexilo)citraconato a la solución de alcóxido de Mg manteniendo la temperatura por debajo de 25 °C. La mezcla continuó durante 15 minutos en agitación (70 rpm).

### 30 Preparación del componente catalizador sólido

se añadieron 20,3 kg de TiCl<sub>4</sub> y 1,1 kg de tolueno a un reactor de acero inoxidable de 20 l. A 350 rpm mezclando y manteniendo la temperatura a 0 °C, se añadieron 14,5 kg del compuesto alcoxi de Mg preparado en el ejemplo 1 durante 1,5 horas. Se añadieron 1,7 l de Viscoplex® 1-254 y 7,5 kg de heptano y, después de una hora de mezcla a  
35 0 °C, la temperatura de la emulsión formada se elevó a 90 °C en 1 hora. Después de 30 minutos se detuvo la mezcla, las gotitas de catalizador se solidificaron y las partículas de catalizador formadas se dejaron sedimentar. Después de la sedimentación (1 hora), el líquido sobrenadante se extrajo por sifón. A continuación, las partículas de catalizador se lavaron con 45 kg de tolueno a 90 °C durante 20 minutos, seguido de dos lavados con heptano (30 kg, 15 min). Durante el primer lavado con heptano, la temperatura disminuyó a 50 °C y durante el segundo lavado a temperatura ambiente.  
40 El catalizador así obtenido se usó junto con trietil-aluminio (TEAL) como cocatalizador y dicitlopentil dimetoxisilano (donante C) como donante externo.

La relación de aluminio respecto a donador, la relación de aluminio a titanio y las condiciones de polimerización se indican en la Tabla 1.

45 La polimerización se realizó en una planta piloto de polipropileno (PP) de tipo Borstar PP, un reactor de bucle de suspensión y un reactor en fase gaseosa.

**Tabla 1:** Preparación del homopolímero de propileno para los ejemplos inventivos

		<b>Homopolímero de PP</b>
TEAL/Ti	[mol/mol]	100
TEAL/Donante	[p/p]	15/1
Alimentación del catalizador	[g/h]	2,1
<b>Bucle</b>		
Tiempo de permanencia	[h]	0,5
Temperatura	[°C]	75
Presión	[kPa]	5114
MFR <sub>2</sub>	[g/10 min]	2,9
XCS	[% en peso]	4,2
relación H <sub>2</sub> /C3	[mol/kmol]	0,5
C2/C3	[mol/kmol]	1,4
C2	[% en peso]	0,4
separación	[% en peso]	43

(continuación)

		Homopolímero de PP
<b>Fase gaseosa</b>		
Tiempo de permanencia	[h]	1,6
Temperatura	[°C]	80
Presión	[kPa]	1975
MFR <sub>2</sub>	[g/10 min]	3,1
XCS	[% en peso]	4,2
relación H <sub>2</sub> /C3	[mol/kmol]	9,1
C2/C3	[mol/kmol]	0,4
C2	[% en peso]	0,4
separación	[% en peso]	57

5 El homopolímero de propileno se había mezclado con 400 ppm de estearato de calcio (n.º CAS 1592-23-0) y 1 000 ppm de Irganox 1010 suministrado por BASF AG, Alemania (Pentaeritritil-tetraquis (3-(3',5'-di-*terc*butil-4-hidroxifenil)-propionato, N.º CAS 6683-19-8).

10 En una segunda etapa, el homopolímero de propileno se ha viscorreducido usando una extrusora de doble husillo corrotatoria a 200-230 °C y usando una cantidad adecuada de (*terc*-butilperoxi)-2,5-dimetilhexano (Trigonox 101, distribuido por Akzo Nobel, Países Bajos) para conseguir el MFR diana de -27 g/10 min. La Tabla 2 muestra las propiedades del homopolímero de polipropileno viscorreducido.

**Tabla 2: propiedades del homopolímero de polipropileno para los ejemplos inventivos medida sobre las pelletas**

Propiedad		
MFR2	[g/10 min]	27,4
XCS	[% en peso]	4,5
T <sub>m</sub>	[°C]	158
T <sub>c</sub>	[°C]	111
M <sub>w</sub> (pelleta)	[g/mol]	176500
MWD (pelleta)	[-]	4,7

15 Se produjo el homopolímero de polipropileno para los ejemplos comparativos con un proceso Spheripol utilizando el catalizador M1 de Ziegler-Natta, una 4ª generación comercial del catalizador de Ziegler-Natta de Lyondell-Basell que contenía un donante interno basado en ftalato. El homopolímero de propileno se había mezclado con 400 ppm de estearato de calcio (n.º CAS 1592-23-0) y 1 000 ppm de Irganox 1010 suministrado por BASF AG, Alemania (Pentaeritritil-tetraquis (3-(3',5'-di-*terc*butil-4-hidroxifenil)-propionato, N.º CAS 6683-19-8).

20 En una segunda etapa, el homopolímero de propileno se ha viscorreducido usando una extrusora de doble husillo corrotatoria a 200-230 °C y usando una cantidad adecuada de (*terc*-butilperoxi)-2,5-dimetilhexano (Trigonox 101, n.º CAS 78-63-7, distribuido por Akzo Nobel, Países Bajos) para conseguir el MFR diana de -27 g/10 min. La Tabla 3 muestra las propiedades del homopolímero de polipropileno viscorreducido.

25

**Tabla 3: propiedades del homopolímero de polipropileno para los ejemplos comparativos medidas sobre pelletas**

Propiedad		
MFR2	[g/10 min]	27,9
XCS	[% en peso]	3,2
T <sub>m</sub>	[°C]	165
T <sub>c</sub>	[°C]	110
M <sub>w</sub> (pelleta)	[g/mol]	160500
MWD (pelleta)	[-]	4,3

### Preparación de las fibras de polipropileno y de las telas unidas por hilado

30

Los homopolímeros de polipropileno se han convertido en telas unidas por hilado en una línea Reicofil 4 usando una hiladora que tiene 7377 orificios de un diámetro de salida de 0,6 mm y 6827 orificios por metro. La hiladora tenía una configuración de núcleo/vaina (C1/C2).

35 El hueco de la salida del predifusor tiene un diámetro de 27 mm, mientras que la salida del hueco SAS tiene un diámetro de 20 mm. La temperatura del rodillo de salida se ajustó a 100 °C y la temperatura de la matriz a 250 °C. La producción por orificio se ha mantenido constante a 0,59 g/(min\*orificio), a una producción por metro de 241 kg/(h\*m) y una producción total de 260 kg/h.

La velocidad de la línea varió y las telas producidas tenían un peso de ~ 10 g/m<sup>2</sup> a 40 g/m<sup>2</sup>.

La Tabla 4 resume los datos relacionados con los parámetros del proceso como, entre otros, la velocidad de la línea, el peso, la finura del filamento, las propiedades de procesabilidad y mecánicas con respecto a los ejemplos inventivos IE1, IE2, IE3, IE4, IE5 e IE6 y CE1 a CE5.

- 5 Como se puede observar a partir de la Figura 1, las bandas de IE1 a IE5 tienen un mayor alargamiento a la rotura y una mayor resistencia a la tracción en la dirección CD.

Tabla 4:

Ejemplo	throughput ratio C1:C2	temp. extrusora C1/C2 [°C]	temp. fusión matriz C1 [°C]	temp. fusión matriz C2 [°C]	presión fusión matriz C1 [bar]	presión fusión matriz C2 [bar]	presión extrusora C1 [bar]	presión extrusora C2 [bar]	presión cabina [Pa]	finura del filamento [dtex] - Filamento	finura del filamento [den] - Filamento	resistencia a tracción máx. MD [N]	resistencia a tracción máx. CD [N]	elongación MD [%]	elongación CD [%]	peso de la tela [g/m <sup>2</sup> ]
CE1	76:24	240	243	243	72	58	81	83	5500	1,84	1,65	105,0	59,1	67,0	67,5	40,3
CE2	76:24	240	243	243	72	58	81	83	5500	n.d.	n.d.	53,4	31,0	77,8	84,3	19,9
CE3	76:24	240	243	243	72	58	81	83	5500	n.d.	n.d.	34,8	17,6	73,0	78,1	13,1
CE4	76:24	240	244	244	72	58	81	83	5500	n.d.	n.d.	27,2	13,4	59,2	71,5	11,2
CE5	76:24	240	244	244	72	57	81	83	5500	n.d.	n.d.	23,3	11,1	57,7	42,6	9,7
IE1	76:24	240	243	243	72	58	82	83	5500	1,85	1,67	117,6	66,2	96,8	91,6	40,4
IE2	76:24	240	243	243	72	58	81	83	5500	n.d.	n.d.	52,0	31,9	80,1	91,4	20,1
IE3	76:24	240	243	243	72	58	82	83	5500	n.d.	n.d.	32,5	18,6	71,2	84,8	13,3
IE4	76:24	240	243	243	72	58	82	83	5500	n.d.	n.d.	25,7	13,1	60,5	77,0	11,2
IE5	76:24	240	243	243	72	58	82	83	5500	n.d.	n.d.	23,5	11,5	61,6	79,5	9,8
IE6	76:24	240	243	243	72	57	82	83	8000	1,61	1,45	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.

n.d. no determinado

## REIVINDICACIONES

1. Tela no tejida unida por hilado, que comprende un homopolímero de polipropileno, que tiene:

- 5 a) del 0,0 % a menos del 0,8 % en peso de un comonomero de alfa olefina C<sub>2</sub> o C<sub>4</sub> a C<sub>10</sub>  
 b) un índice de fluidez (MFR, 230 °C, 2,16 kg, Norma ISO 1133) en el intervalo de 15 g/10 min a 120 g/10 min, y  
 c) una distribución de pesos moleculares (Mw/Mn) > 4,3 (medida mediante cromatografía de exclusión molecular según la norma ISO 16014)  
 10 d) una temperatura de fusión (DSC, norma ISO 11357-1 y 11357-2) en el intervalo de 155 °C a 162 °C, y  
 e) está exenta de ésteres de ácido ftálico, así como de sus respectivos productos de descomposición, y en donde el homopolímero de polipropileno se ha viscorreducido, por lo que la relación del MFR tras la viscorreducción [MFR final] al MFR antes de la viscorreducción [MFR inicial] [MFR final] es > 5,

15 por lo que el homopolímero de polipropileno se ha polimerizado en presencia de a) un catalizador de Ziegler-Natta (ZN-C), que comprende compuestos (TC) de un metal de transición de los Grupos 4 al 6 de la IUPAC, un compuesto de un metal (MC) del Grupo 2 y un donante interno (ID), en donde dicho donante interno (ID) es un compuesto no ftálico y es un citraconato; b) opcionalmente, un cocatalizador (Co), y c) opcionalmente, un donante externo (ED).

20 2. Una tela no tejida unida por hilado de acuerdo con la reivindicación 1, en donde la tela **se caracteriza por** una relación ventajosa entre la resistencia a la tracción (TS) y el alargamiento a la rotura (EB)  
 $EB(CD) > 64 + 1,1 \cdot TS(CD) \cdot 0,011 \cdot TS(CD)^2$ ,  
 determinándose ambos parámetros en dirección transversal (CD) en telas no tejidas unidas por hilado, que tiene un peso específico por unidad de área 5 g/m<sup>2</sup> a 50 g/m<sup>2</sup> según la norma EN 29073-3 (1989).

25 3. Una tela no tejida unida por hilado de acuerdo con la reivindicación 1 o con la reivindicación 2, en la que el homopolímero de polipropileno tiene un contenido soluble en xileno frío (XCS) en el intervalo del 2,5 % al 5,5 % en peso.

30 4. Una tela no tejida unida por hilado de acuerdo con la reivindicación 1, en la que la relación molar de cocatalizador (Co) a donante externo (ED) [Co/ED] es de 5 a 45.

5. Una tela no tejida unida por hilado de acuerdo con las reivindicaciones 1 o 4, en la que el catalizador de Ziegler-Natta (ZN-C) se produce mediante un proceso, que comprende las etapas de:

35 a)

- a<sub>1</sub>) proporcionar una solución de al menos un compuesto alcoxi metálico del Grupo 2 (Ax), que es el producto de reacción de un compuesto metálico (MC) del Grupo 2 y de un alcohol monohídrico (A), que comprende además del resto hidroxilo al menos un resto éter, opcionalmente en un medio de reacción líquido orgánico; o  
 40 a<sub>2</sub>) una solución de al menos un compuesto alcoxi metálico del Grupo 2 (Ax'), que es el producto de reacción de un compuesto metálico (MC) del Grupo 2, y una mezcla alcohólica del alcohol monohídrico (A) y un alcohol monohídrico (B) de fórmula ROH, opcionalmente en un medio de reacción líquido orgánico; o  
 a<sub>3</sub>) proporcionar una solución de una mezcla del compuesto alcoxi del Grupo 2 (Ax) y de un compuesto alcoxi metálico del Grupo 2 (Bx), que es el producto de reacción de un compuesto metálico (MC) del Grupo 2 y del alcohol monohídrico (B), opcionalmente, en un medio de reacción líquido orgánico; o  
 45 a<sub>4</sub>) proporcionar una solución del alcóxido del Grupo 2 de fórmula M(OR<sub>1</sub>)<sub>n</sub>(OR<sub>2</sub>)<sub>m</sub>X<sub>2-n-m</sub> o una mezcla de alcóxidos del Grupo 2 M(OR<sub>1</sub>)<sub>n</sub>X<sub>2-n</sub> y M(OR<sub>2</sub>)<sub>m</sub>X<sub>2-m</sub>, en donde M es metal del Grupo 2, X es halógeno, R1 y R2 son grupos alquilo diferentes de C2 a C16 átomos de carbono, y 0 < n < 2, 0 < m < 2 y n+m+(2-n-m) = 2, con la condición que tanto n como m ≠ 0, 0 < n' < 2 y 0 < m' < 2; y

50 b) añadir dicha solución de la etapa a) a al menos un compuesto (TC) de un metal de transición de los Grupos 4 al 6, y  
 c) obtener las partículas sólidas del componente catalizador,

55 y añadir el donante interno (ID) en cualquier etapa anterior a la etapa c).

6. Una tela no tejida unida por hilado de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, de modo que la viscorreducción se lleva a cabo tanto con un peróxido como con una mezcla de peróxidos o con un éster de hidroxilamina o con un compuesto de mercaptano como fuente de radicales libres (agente de viscorreducción) o mediante degradación puramente térmica.

7. Una tela no tejida unida por hilado de acuerdo con la reivindicación 6, de modo que la viscorreducción se lleva a cabo con un peróxido o con una mezcla de peróxidos.

65 8. Una tela no tejida unida por hilado de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, de modo que el homopolímero de polipropileno comprende adicionalmente cantidades de aditivos seleccionadas entre el grupo que

comprende: antioxidantes, estabilizadores, cargas, colorantes, agentes nucleantes y agentes antiestáticos, constituyendo el homopolímero de polipropileno al menos hasta el 95,0 % en peso.

5 9. Un método para preparar una tela unida por hilado de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el homopolímero de polipropileno está unido por hilado, utilizando una línea de hilatura de fibras a una presión máxima de aire de cabina de al menos 3 000 Pa a 10 000 Pa.

10 10. Uso de una tela no tejida unida por hilado de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8 anteriores, para la preparación de artículos.

11. Artículo que comprende la tela no tejida unida por hilado de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8 anteriores, en donde dicho artículo se selecciona entre el medio de filtración (filtro), pañal, compresas higiénicas, salvaslips, productos de incontinencia para adultos, ropa protectora, paños quirúrgicos, batas quirúrgicas y ropa quirúrgica.

15 12. Artículos de acuerdo con la reivindicación 11, en donde los artículos pueden comprender además de la tela no tejida unida por hilado una banda fundida por soplado.

Figuras

Figura 1: elongación a la rotura (CD) y resistencia a tracción máx. (CD) de IE1 a IE5 en comparación con CE1 a CE5

