



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 323 458**

51 Int. Cl.:

D01F 6/62 (2006.01)

C08G 63/87 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **03768251 .5**

96 Fecha de presentación : **25.12.2003**

97 Número de publicación de la solicitud: **1584710**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **12.10.2005**

54 Título: **Fibras de poliéster con sección transversal deformada.**

30 Prioridad: **14.01.2003 JP 2003-5561**
17.01.2003 JP 2003-9942
21.01.2003 JP 2003-12389
22.01.2003 JP 2003-13305
12.03.2003 JP 2003-66409
12.03.2003 JP 2003-66403
12.03.2003 JP 2003-66410

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
16.07.2009

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
16.07.2009

73 Titular/es: **Teijin Fibers Limited**
6-7, Minamihommachi 1-chome
Chuo-Ku, Osaka-shi, Osaka 541-0054, JP

72 Inventor/es: **Masuda, Tsuyoshi;**
Kamiyama, Mie;
Mizumura, Tomoo;
Miyasaka, Nobuyoshi;
Tsukamoto, Ryoji;
Hattori, Keijiro;
Nakajima, Suguru;
Kikuchi, Katsushi y
Osaka, Hiroyuki

74 Agente: **Elzaburu Márquez, Alberto**

ES 2 323 458 T3

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

ES 2 323 458 T3

DESCRIPCIÓN

Fibras de poliéster con sección transversal deformada.

5 **Campo de la técnica**

La presente invención se refiere a fibras de poliéster de sección transversal modificada. Más específicamente, se refiere a fibras de poliéster de sección transversal modificada producidas usando un polímero de poliéster con un tono de color satisfactorio y excelente capacidad de moldeo.

10 **Técnica anterior**

Los polímeros de poliéster, y particularmente el poli(tereftalato de etileno), poli(naftalato de etileno), poli(tereftalato de trimetileno) y poli(tereftalato de tetra-metileno) exhiben excelente comportamiento mecánico, físico y químico y se usan por lo tanto ampliamente para la fabricación de fibras, películas y otros productos moldeados.

Dichos polímeros de poliéster, por ejemplo el poli(tereftalato de etileno), se producen usualmente mediante en primer lugar preparar un éster de etilenglicol de ácido tereftálico y/o un polímero inferior del mismo y a continuación calentarlo bajo presión reducida en la presencia de un catalizador de polimerización para reaccionar al grado de polimerización deseado. Otros poliésteres se producen mediante procedimientos similares.

Se conoce que el tipo de catalizador de policondensación usado tiene un efecto importante sobre la calidad del poliéster que se obtiene, y los compuestos de antimonio son los más ampliamente usados como catalizadores de policondensación para la fabricación de poli(tereftalato de etileno).

Sin embargo, un problema está asociado con el uso de los compuestos de antimonio, debido a que el hilado en masa fundida en continuo prolongado de los poliésteres da lugar a la adhesión acumulada de materia extraña alrededor de la abertura de la hilera (en lo sucesivo denominada sencillamente "adhesión en la hilera") y la redirección del flujo de polímero fundido (flexión), lo que en última instancia da lugar a la formación de copos y la rotura del hilo o al veteado de las propiedades físicas de los filamentos durante las etapas de hilado y de estirado.

Particularmente cuando se intenta producir filamentos con secciones transversales laterales modificadas mediante su hilado en masa fundida, la forma compleja de la abertura de la hilera significa que la materia extraña sobre la hilera tiene una influencia mayor sobre el estado de vertido del polímero fundido, mientras que los problemas tales como la formación de copos y la rotura del hilo se producen también durante el hilado.

Como un medio de resolver estos problemas, se han descrito el uso de los productos de reacción de compuestos de titanio y el ácido trimelítico como los catalizadores para la producción de poliésteres (por ejemplo, véase la Publicación de Patente Japonesa Examinada SHO N° 59-46258) y el uso de los productos de reacción de compuestos de titanio y ésteres del ácido fosforoso como catalizadores para la producción de poliéster (véase, por ejemplo, la Publicación de Patente Japonesa sin Examinar SHO N° 58-38722). Mientras que estos métodos mejoran la estabilidad térmica en masa fundida de los poliésteres en cierto grado, el efecto de mejora es inadecuado y los polímeros de poliéster obtenidos requieren la mejora de su tono de color.

Se han propuesto también complejos de compuesto de titanio/compuesto de fósforo como catalizadores para la producción de poliésteres (por ejemplo, véase la Publicación de Patente Japonesa sin Examinar HEI N° 7-138354). Sin embargo, aunque este método mejora la estabilidad térmica en masa fundida en cierto grado, el efecto de mejora es inadecuado y los poliésteres obtenidos requieren la mejora de su tono de color.

50 **Descripción de la invención**

Es un primer objeto de la invención resolver los problemas antes mencionados de la técnica anterior mediante proporcionar fibras de poliéster de sección transversal modificada que tienen un tono de color satisfactorio, sin copos y de una elevada calidad. Este objeto se consigue mediante las fibras de poliéster de sección transversal modificada siguientes.

Las fibras de poliéster de sección transversal modificada que comprenden, como componente principal, un polímero de poliéster y que tienen una sección transversal modificada,

60 en las que

el polímero de poliéster se produce mediante policondensación de un éster de dicarboxilato aromático en la presencia de un catalizador,

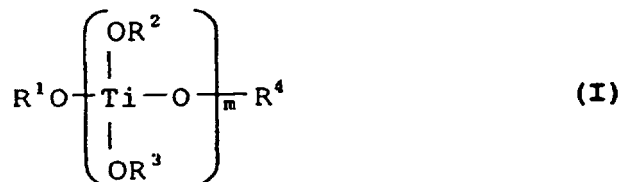
65 el catalizador comprende al menos un ingrediente seleccionado de entre la mezcla (1) y el producto de reacción (2) más adelante,

la mezcla (1) es una mezcla de los componentes (A) y (B) siguientes:

ES 2 323 458 T3

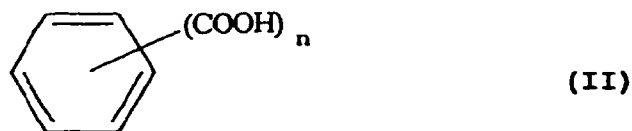
(A) un componente de compuesto de titanio que comprende al menos un compuesto seleccionado del grupo que consiste en:

(a) alcóxidos de titanio representados por la fórmula general (I) siguiente:



[en la que R^1 , R^2 , R^3 y R^4 cada uno independientemente representan unas especies seleccionadas de entre grupos alquilo que tienen 1 a 20 átomos de carbono y grupos fenilo, m representa un número entero de 1-4, y cuando m es un número entero de 2, 3 ó 4, los dos, tres o cuatro grupos R^2 y R^3 pueden ser el mismo o diferente], y

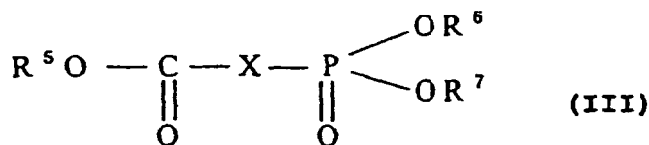
(b) los productos de reacción de alcóxidos de titanio de fórmula general (I) anterior con ácidos carboxílicos poli-valentes aromáticos representados por la fórmula general (II) siguiente:



[en la que n representa un número entero de 2-4]

o sus anhídridos, y

(B) un componente de compuesto de fósforo que comprende al menos un compuesto representado por la formula general (III) siguiente:



[en la que R^5 , R^6 y R^7 cada uno independientemente representan grupos alquilo que tienen 1 a 4 átomos de carbono, y X representa al menos unas especies seleccionadas de entre el grupo $-CH_2-$ y el grupo $-CH(Y)-$ (en el que Y representa un grupo fenilo)],

la mezcla (1) para el catalizador se usa con una relación de mezcla tal que la relación (%) M_{Ti} de los milimoles de elemento de titanio en el componente de compuesto de titanio (A) con respecto al número de moles del éster de dicarboxilato aromático y la relación (%) M_p de los milimoles del elemento de fósforo en el componente de compuesto de fósforo (B) con respecto al número de moles del éster de dicarboxilato aromático satisfacen las expresiones (i) y (ii):

$$1 \leq M_p / M_{Ti} \leq 15 \quad \text{(i)}$$

$$10 \leq M_p + M_{Ti} \leq 100 \quad \text{(ii)}$$

y el producto de reacción (2) es el producto de reacción de los componentes siguientes (C) y (D):

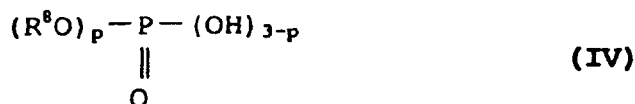
(C) un componente de compuesto de titanio que comprende al menos un compuesto seleccionado del grupo que consiste en:

(c) alcóxidos de titanio representados por la fórmula (I) anterior y

ES 2 323 458 T3

(d) los productos de reacción de alcóxidos de titanio de la fórmula general (I) anterior con ácidos carboxílicos polivalentes aromáticos representados por la fórmula general (II) anterior o sus anhídridos, y

5 (D) un componente de compuesto de fósforo que comprende al menos un compuesto de fósforo representado por la fórmula general (IV) siguiente:



10

15

[en la que R⁸ representa grupos alquilo que tienen 1 a 20 átomos de carbono o grupos arilo que tienen 6 a 20 átomos de carbono, y p representa un número entero de 1 ó 2].

20

El componente (A) de la mezcla (1) para el catalizador y el componente (C) del producto de reacción (2) para el catalizador en las fibras de poliéster de sección transversal modificada de la invención contienen preferiblemente el respectivo alcóxido de titanio (a) y el alcóxido de titanio (c) cada uno en una relación molar de reacción en el intervalo de 2:1 a 2:5 con respecto al ácido carboxílico polivalente aromático representado por la fórmula general (II) o su anhídrido.

25

En el producto de reacción (2) para el catalizador de las fibras de poliéster de sección transversal modificada de la invención, la relación de reacción del componente (D) con respecto al componente (C) está preferiblemente en el intervalo de 1:1 a 3:1, en términos de la relación de los moles de átomos de fósforo en el componente (D) a los moles de átomos titanio en el componente (C) (P/Ti).

30

El compuesto de fósforo de fórmula general (IV) usado en el producto de reacción (2) para el catalizador de las fibras de poliéster de sección transversal modificada de la invención se selecciona preferiblemente de entre los fosfatos de monoalquilo.

35

El éster de dicarboxilato aromático en las fibras de poliéster de sección transversal modificada de la invención es preferiblemente un diéster producido mediante transesterificación de un éster de dialquilo de un ácido dicarboxílico aromático y un éster de etilenglicol, en la presencia de un catalizador que contiene un compuesto de titanio.

40

El ácido dicarboxílico aromático en las fibras de poliéster de sección transversal modificada de la invención se selecciona preferiblemente de entre ácido tereftálico, ácido 1,2-naftalendicarboxílico, ácido ftálico, ácido isoftálico, ácido difenildicarboxílico y ácido difenoxietanodicarboxílico y el alquilenglicol se selecciona preferiblemente de entre etilenglicol, butilenglicol, trimetilenglicol, propilenglicol, neopentilglicol, hexanometilenglicol y dodecanometilenglicol.

45

Es un segundo objeto de la invención proporcionar además del primer objeto, fibras de poliéster de sección transversal modificada que producen telas que no tienen un tacto pegajoso y que tienen una excelente suavidad, la propiedad de anti-penetración, baja permeabilidad al aire, excelente absorción de agua y resistencia al desgaste. Este objeto se consigue mediante las siguientes fibras de poliéster de sección transversal modificada.

50

Específicamente, existen fibras de poliéster de sección transversal modificada que comprenden como el componente principal un polímero de poliéster obtenido por policondensación en la presencia del catalizador específico antes mencionado, en las que la forma de la sección transversal lateral de cada una de las fibras únicas es plana, y la forma plana es una forma con 3-6 formas de sección transversal redonda unidas en la dirección longitudinal.

55

Las fibras de poliéster de sección transversal modificada comprenden preferiblemente partículas inorgánicas en una cantidad de 0,2-10% en peso.

En la sección transversal lateral de las fibras de poliéster de sección transversal modificada, la lisura representada por A/B como la relación de la anchura A del eje largo a la anchura máxima B del eje corto perpendicular al eje largo B es preferiblemente de 3-6.

60

En la sección transversal lateral de las fibras de poliéster de sección transversal modificada, la irregularidad representada por B/C como la relación de la anchura máxima B del eje corto a la anchura mínima C (anchura mínima en las uniones de las formas de sección transversal redonda) es preferiblemente mayor de 1 y menor de 5.

65

Es un tercer objeto de la invención proporcionar, además del primer objeto, fibras de poliéster de sección transversal modificada con excelente absorción de agua y propiedades de secado rápido. Este objeto se consigue mediante las siguientes fibras de poliéster de sección transversal modificada.

Específicamente, existen fibras de poliéster de sección transversal modificada que comprenden como el componente principal un polímero de poliéster obtenido por policondensación en la presencia del catalizador específico antes

ES 2 323 458 T3

mencionado, en las que 3-8 aletas sobresalen hacia afuera desde el núcleo de la sección transversal de la fibra en la sección transversal lateral de cada fibra única, y el coeficiente de protrusión como se define en la fórmula (iii) a continuación está entre 0,3 y 0,7.

5
$$\text{Coeficiente de protrusión} = (a_1 - b_1)/a_1 \quad (\text{iii})$$

[en esta fórmula, a_1 representa la longitud desde el centro de un círculo inscrito en la pared interior de la sección transversal de la fibra al extremo de la aleta, y b_1 representa el radio del círculo inscrito en la pared interior de la sección transversal de la fibra].

La cristalinidad de la fibra de las fibras de poliéster de sección transversal modificada es preferiblemente no superior a 30%.

15 La relación de contracción en agua en ebullición de la fibra de las fibras de poliéster de sección transversal modificada es preferiblemente de 15-70%.

Es un cuarto objeto de la invención proporcionar, además del primer objeto, fibras de poliéster de sección transversal modificada que producen telas que son voluminosas y tienen un tacto suave. Este objeto se consigue mediante las siguientes fibras de poliéster de sección transversal modificada.

Específicamente, existen fibras de poliéster de sección transversal modificada que comprenden como el componente principal un polímero de poliéster obtenido por policondensación en la presencia del catalizador específico antes mencionado, en las que la sección transversal de cada fibra única comprende un núcleo y múltiples aletas que sobresalen de una forma radial desde el núcleo a lo largo de la dirección longitudinal del núcleo, y las fibras de poliéster que satisfacen todas de las siguientes relaciones (iv) a (vi) están sometidas a un tratamiento de reducción con álcali para separar al menos alguna de las aletas de los núcleos.

25
$$1/20 \leq S_B/S_A \leq 1/3 \quad (\text{iv})$$

30
$$0,6 \leq L_B/D_A \leq 3,0 \quad (\text{v})$$

$$W_B/D_A \leq 1/4 \quad (\text{vi})$$

35 [en estas fórmulas, S_A representa la superficie de la sección transversal del núcleo, D_A representa el diámetro del núcleo si la sección transversal es un círculo o el diámetro del círculo circunscrito si ella no es un círculo, y S_B , L_B y W_B representan la superficie de la sección transversal, la longitud máxima y la anchura mínima de las aletas, respectivamente].

40 En las fibras de poliéster de sección transversal modificada descritas anteriormente, un compuesto que tiene un parámetro de compatibilidad χ representado por la relación (vii) más adelante de 0,1-2,0 se incluye preferiblemente en la fibra de poliéster con anterioridad a su tratamiento con álcali en una cantidad de 0,5-5,0% en peso con respecto al peso de la fibra de poliéster.

45
$$\chi = (V_a/RT)(\delta_a - \delta_b)^2 \quad (\text{vii})$$

(en esta fórmula, V_a representa el volumen molar (cm^3/mol) del poliéster, R representa la constante de los gases ($\text{J/mol} \cdot \text{K}$), T representa la temperatura absoluta (K) y δ_a y δ_b representan los parámetros de solubilidad ($\text{J}^{1/2}/\text{cm}^{3/2}$) del poliéster y del compuesto, respectivamente).

Es un quinto objeto de la invención proporcionar, además del primer objeto, fibras de poliéster de sección transversal modificada que producen una tela de aspecto sedoso que tiene un tacto áspero estridente, un excelente tacto de protuberancia, flexibilidad y una sensación de ligereza, sin manchas de colorante. Este objeto se consigue mediante las siguientes fibras de poliéster de sección transversal modificada.

Específicamente, existen fibras de poliéster de sección transversal modificada que comprenden como el componente principal un polímero de poliéster obtenido por policondensación en la presencia del catalizador específico antes mencionado, en las que la forma de la sección transversal lateral de una fibra única es una forma que comprende una sección de forma triangular y una protrusión que se extiende desde un vértice de la forma triangular, en las que se satisfacen ambas de las relaciones siguientes (viii) y (ix), y que tienen una parte hueca en la sección de forma triangular que constituye el 3-15% de la misma.

60
$$0,7 \leq L1/L2 \leq 3,0 \quad (\text{viii})$$

65
$$3,0 \leq h2/h1 \leq 10,0 \quad (\text{ix})$$

ES 2 323 458 T3

(en estas fórmulas, L1 representa la distancia desde el punto de conexión entre la sección de forma triangular y la protrusión en el extremo de la protrusión, L2 representa la distancia entre el punto de conexión entre la sección de forma triangular y la protrusión y el lado de la sección de forma triangular opuesto al punto de conexión, h1 representa la anchura de la protrusión y h2 representa la longitud del lado de la sección de forma triangular opuesto al punto de conexión entre la sección de forma triangular y la protrusión).

Se incluye preferiblemente en las fibras de poliéster de sección transversal modificada una sal de metal de un ácido sulfónico orgánico en una cantidad de 0,5-2,5% en peso con respecto al peso de la fibra de poliéster.



(en esta fórmula, R^o representa grupos alquilo que tienen 3 a 30 átomos de carbono o grupos arilo o alquilarilo que tienen 7 a 40 átomos de carbono, y M representa un metal alcalino o un metal alcalino-térreo).

Breve descripción de los dibujos

La Figura 1 es un conjunto de ilustraciones esquemáticas que muestran ejemplos de formas de sección transversal lateral para las fibras de poliéster de sección transversal modificada que consiguen el segundo objeto de la invención.

La Figura 2 es una ilustración esquemática que muestra un ejemplo de una forma de sección transversal lateral para las fibras de poliéster de sección transversal modificada que consigue el segundo objeto de la invención, para la explicación de las dimensiones.

La Figura 3 es una ilustración esquemática que muestra un ejemplo de una forma de sección transversal lateral para las fibras de poliéster de sección transversal modificada que consigue el tercer objeto de la invención.

La Figura 4 es una ilustración esquemática que muestra un ejemplo de la abertura de vertido de una hilera usada para el hilado de las fibras de poliéster de sección transversal modificada que consigue el tercer objeto de la invención.

La Figura 5 es una ilustración esquemática que muestra un ejemplo de una forma de sección transversal lateral para las fibras de poliéster de sección transversal modificada antes del tratamiento de reducción con álcali, que consigue el cuarto objeto de la invención.

La Figura 6 es una ilustración esquemática que muestra ejemplos de las aberturas de vertido de una hilera usada para el hilado de las es fibras de poliéster de sección transversal modificada que consigue el cuarto objeto de la invención.

La Figura 7 es una ilustración esquemática que muestra una vista lateral de las fibras de poliéster de sección transversal modificada (después del tratamiento de reducción con álcali) que consigue el cuarto objeto de la invención.

La Figura 8 es una ilustración esquemática que muestra un ejemplo de una forma de sección trasversal lateral para las fibras de poliéster de sección transversal modificada que consigue el quinto objeto de la invención, para una explicación de las dimensiones.

La Figura 9 es una ilustración esquemática que muestra un ejemplo de la abertura de vertido de una hilera usada para el hilado de las fibras de poliéster de sección transversal modificada que consigue el quinto objeto de la invención.

Mejor modo de realización de la invención

Es una característica esencial de las fibras de poliéster de sección transversal modificada de la invención que ellas son fibras de poliéster que comprenden un polímero de poliéster como el componente principal y que tienen una sección transversal modificada, y que el polímero de poliéster se produce mediante policondensación de un éster de dicarboxilato aromático en la presencia del catalizador específico descrito en la presente invención más adelante. Esto hace posible obtener fibras de poliéster de sección transversal modificada que tienen un tono de color satisfactorio así como también sin copos y de elevada calidad, a pesar de ser hiladas de una hilera con una abertura de vertido compleja. Además, puesto que la producción se puede realizar de manera estable a partir del polímero incluso si las fibras de poliéster de sección transversal modificada tienen un grado elevado de irregularidad, las fibras pueden exhibir funciones adecuadas por su irregularidad (absorción de agua, propiedad de antiensuciamiento, no permeabilidad) y tacto (tacto, cambio del tono del color, lustre, etc.). La expresión "sección transversal modificada" significa una forma de sección transversal que no es una forma circular, tal como una elíptica, plana, triangular, cuadrada, en forma de cruz, en forma de estrella, en forma de C, en forma de H, en forma de I, en forma de L, en forma de S, en forma de T, en forma de U, en forma de V, en forma de W, en forma de X, en forma de Y o de una sección transversal en forma de Z. El efecto de la invención se exhibe de manera más notable con las formas de sección transversal compleja y las secciones transversales modificadas con ángulos y dimensiones estrictamente definidos de cada parte de la sección transversal.

ES 2 323 458 T3

El catalizador de policondensación comprende al menos uno seleccionado de entre (1) mezclas del componente de compuesto de titanio (A) y del componente de compuesto de fósforo (B) descritos más adelante y (2) los productos de reacción del componente de compuesto de titanio (C) y del componente de compuesto de fósforo (D) descritos más adelante.

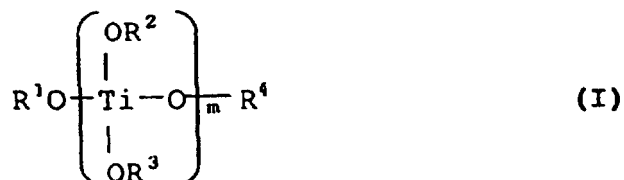
5

El compuesto de titanio (A) de la mezcla (1) para el catalizador de policondensación está compuesto de al menos un compuesto seleccionado del grupo que consiste en:

10

(a) alcóxidos de titanio representados por la fórmula general (I) siguiente:

15



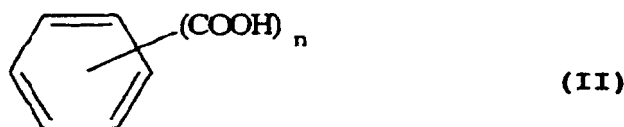
20

[en la que R^1 , R^2 , R^3 y R^4 cada uno independientemente representan unas especies seleccionadas de entre grupos alquilo que tienen 1 a 20 átomos de carbono, preferiblemente 1 a 6 átomos, y grupos fenilo, m representa un número entero de 1-4, y preferiblemente 2-4, y cuando m es un número entero de 2, 3 ó 4, los dos, tres o cuatro grupos R^2 y R^3 pueden ser el mismo o diferente], y

25

(b) los productos de reacción de alcóxidos de titanio de la fórmula general (I) anterior con ácidos carboxílicos polivalentes aromáticos representados por la fórmula general (II):

30



35

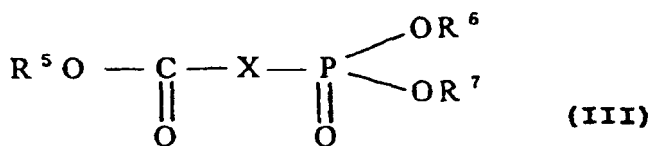
[en la que n representa un número entero de 2-4 y preferiblemente 3-4]

40

o sus anhídridos.

El compuesto de fósforo (B) de la mezcla (1) para el catalizador de policondensación está compuesto de al menos un compuesto representado por la fórmula general (III) siguiente:

45



50

55

[en la que R^5 , R^6 y R^7 cada uno independientemente representan grupos alquilo que tienen 1 a 4 átomos de carbono, y X representa al menos unas especies seleccionadas de entre el grupo $-\text{CH}_2-$ y el grupo $-\text{CH}(\text{Y})-$ (en el que Y representa un grupo fenilo)].

60

El producto de reacción (2) para un catalizador de policondensación es el producto de reacción de un componente de compuesto de titanio (C) y un componente de compuesto de fósforo (D).

El componente de compuesto de titanio (C) está compuesto de al menos un compuesto seleccionado del grupo que consiste en:

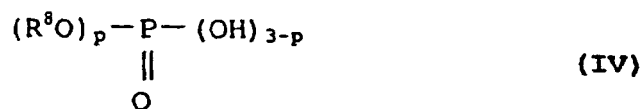
65

(c) alcóxidos de titanio representados por la fórmula (I) anterior y

(d) los productos de reacción de alcóxidos de titanio de la fórmula general (I) anterior con ácidos carboxílicos polivalentes aromáticos representados por la fórmula general (II) anterior o sus anhídridos.

ES 2 323 458 T3

El componente de compuesto de fósforo (D) está compuesto de al menos un compuesto de fósforo representado por la fórmula general (IV) siguiente:



[en la que R⁸ representa grupos alquilo que tienen 1 a 20 átomos de carbono o grupos arilo que tienen 6 a 20 átomos de carbono, y p representa un número entero de 1 ó 2].

Cuando una mezcla (1) del componente de compuesto de titanio (A) y el componente de compuesto de fósforo (B) se usa como el catalizador de policondensación, el alcóxido de titanio (a) representado por la fórmula general (I) o el producto de reacción (b) del alcóxido de titanio (a) y el ácido carboxílico aromático representado por la fórmula general (II) o su anhídrido, usado como el componente de compuesto de titanio (A), tienen una elevada solubilidad y compatibilidad para los polímeros de poliéster, y por lo tanto incluso si el resto del componente de compuesto de titanio (A) permanece en el polímero de poliéster obtenido mediante policondensación, no existe acumulación de materia extraña alrededor de la hilera durante el hilado en masa fundida, de tal manera que se pueden producir fibras de poliéster de calidad satisfactoria con una elevada eficacia de hilado.

Como los alcóxidos de titanio (a) representados por la fórmula general (I) a ser usados en el componente de compuesto de titanio del catalizador de policondensación (A) o (C) de acuerdo con la invención, se prefieren el tetraiso-propoxititanio, tetrapropoxititanio, tetra-n-butoxititanio, tetraetoxititanio, tetrafenoxititanio, trititanato de octaalquilo y dititanato de hexaalquilo.

El ácido carboxílico polivalente aromático de fórmula general (II) o su anhídrido que se hace reaccionar con el alcóxido de titanio (a) o (c) se selecciona preferiblemente de entre ácido ftálico, ácido trimelítico, ácido hemimelítico, ácido piromelítico y sus anhídridos. En particular, el uso de anhídrido trimelítico producirá un producto de reacción que exhibe una elevada afinidad para el polímero de poliéster, y es eficaz para impedir la acumulación de materia extraña.

Cuando el alcóxido de titanio (a) o (c) para el componente de compuesto de titanio (A) o (C) se hace reaccionar con el ácido carboxílico polivalente aromático de fórmula general (II) o con su anhídrido, se prefiere, por ejemplo, disolver el ácido carboxílico polivalente aromático o su anhídrido en un disolvente, añadir el alcóxido de titanio (a) o (c) gota a gota a la disolución y calentar la mezcla durante al menos 30 minutos a una temperatura de 0-200°C. El disolvente usado en este caso se selecciona preferiblemente de entre etanol, etilenglicol, trimetilenglicol, tetrametilenglicol, benceno y xileno.

No existe una restricción en particular en lo que respecta a la relación molar entre el alcóxido de titanio (a) o (c) con el ácido carboxílico polivalente aromático de fórmula general (II) o con su anhídrido, pero si la proporción del alcóxido de titanio es demasiado elevada, el tono de color del poliéster que se obtiene se puede deteriorar o el punto de reblandecimiento se puede reducir, mientras que si la proporción de alcóxido de titanio es demasiado baja, se puede impedir la reacción de policondensación. La relación molar para la reacción entre el alcóxido de titanio (a) o (c) con el ácido carboxílico polivalente aromático de fórmula general (II) o con su anhídrido está por lo tanto preferiblemente en el intervalo de (2:1) a (2:5).

El producto de reacción (b) o (d) obtenido mediante la reacción se puede usar directamente, o se puede usar después de su purificación mediante recristalización en acetona, alcohol metílico y/o acetato de etilo.

El compuesto de fósforo (compuesto de fosfonato) de fórmula general (III) a usar para un componente de compuesto de fósforo (B) de la mezcla (1) para el catalizador de policondensación de acuerdo con la invención se selecciona preferiblemente de entre ésteres dimetílicos, ésteres dietílicos, ésteres dipropílicos y ésteres dibutílicos de derivados de ácido fosfónico tales como el ácido carbometoximetanofosfónico, ácido carboetoximetanofosfónico, ácido carbopropoximetanofosfónico, ácido carbobutoximetanofosfónico, ácido carbometoxifenilmetanofosfónico, ácido carboetoxifenilmetanofosfónico, ácido carbopropoxifenilmetanofosfónico, ácido carbobutoxifenilmetanofosfónico, y los semejantes.

Cuando un componente de compuesto de fósforo (B) constituido por un compuesto de fósforo (compuesto de fosfonato) de la fórmula general (III) se usa para la reacción de policondensación del éster de dicarboxilato aromático, la reacción con el componente de compuesto de titanio (A) procede de manera más moderada en comparación con los compuestos de fósforo usados de ordinario como estabilizadores de la reacción, y por lo tanto la vida catalíticamente activa del componente de compuesto de titanio (A) durante el procedimiento de la reacción de policondensación es más prolongada y como consecuencia, se puede usar una proporción más pequeña del componente de compuesto de titanio (A) con respecto a la cantidad del éster de dicarboxilato aromático en el sistema de reacción de policondensación. También, incluso si se añade una gran cantidad de estabilizador al sistema de reacción de policondensación que

ES 2 323 458 T3

contiene un componente de compuesto de fósforo (B) constituido por un compuesto de fósforo de fórmula general (III), no se produce ninguna reducción en la estabilidad térmica del polímero de poliéster obtenido y su tono de color es también satisfactorio.

5 Cuando la mezcla (1) se usa como el catalizador de policondensación de acuerdo con la invención, la mezcla (1) se usa con una relación de mezcla tal que la relación (%) de M_{Ti} de los milimoles de elemento de titanio en el componente de compuesto de titanio (A) con respecto al número de moles del éster de dicarboxilato aromático y la relación (%) de M_p de los milimoles de elemento de fósforo en el componente de compuesto de fósforo (B) con respecto al número de moles del éster de dicarboxilato aromático satisfacen las expresiones relacionales siguientes (i) y (ii):

10

$$1 \leq M_p/M_{Ti} \leq 15 \quad (i)$$

$$10 \leq M_p + M_{Ti} \leq 100 \quad (ii).$$

15 La relación M_p/M_{Ti} está entre 1 y 15, y preferiblemente entre 2 y 10. Si la relación M_p/M_{Ti} es inferior a 1, el tono de color del polímero de poliéster obtenido puede ser amarillento, mientras que si es superior a 15, la reactividad de policondensación del catalizador de policondensación de una composición tal será insuficiente, lo que hace difícil obtener el polímero de poliéster que se pretende. El intervalo de la relación M_p/M_{Ti} de acuerdo con la invención es relativamente estrecho en comparación con el de los catalizadores de Ti-P convencionales, pero el establecimiento de dicho intervalo produce un excelente efecto que no se ha obtenido con los catalizadores de Ti-P convencionales.

20 El valor de la suma ($M_p + M_{Ti}$) está entre 10 y 100, y preferiblemente entre 20 y 70. Si el valor de ($M_p + M_{Ti}$) es inferior a 10, la propiedad de formación de fibra del polímero de poliéster obtenido, la eficacia de producción en el procedimiento de hilado en masa fundida y el comportamiento de las fibras obtenidas será inadecuado. Si el valor de ($M_p + M_{Ti}$) es superior a 100, se producirá un pequeño pero significativo grado de acumulación de materia extraña alrededor de la hilera cuando el polímero de poliéster obtenido se usa para su hilado en masa fundida. El valor de M_{Ti} se prefiere generalmente que sea de 2-15 y más preferiblemente de 3-10.

30 Cuando el producto de reacción (2) se usa como un catalizador de policondensación de acuerdo con la invención, el compuesto de fósforo de fórmula general (IV) usado como el compuesto de fósforo (D) puede ser, por ejemplo, un fosfato de monoalquilo tal como fosfato de monobutilo, fosfato de monohexilo, fosfato de monododecilo, fosfato de monolaurilo o fosfato de monooleilo; un fosfato de monoarilo tal como el fosfato de monofenilo, fosfato de monobenzeno, fosfato de mono-(4-etilfenilo), fosfato de monobifenilo, fosfato de mononaftilo o fosfato de monoantrilo; fosfato de dialquilo tal como el fosfato de dietilo, fosfato de dipropilo, fosfato de dibutilo, fosfato de dilaurilo o fosfato de dioleilo, o un fosfato de diarilo tal como el fosfato de difenilo. Se prefieren entre estos los fosfatos de monoalquilo o los fosfatos de monoarilo, en los que p en la fórmula (IV) es 1.

40 El componente de compuesto de fósforo (D) usado en la invención puede ser una mezcla de dos o más compuestos de fósforo de fórmula (IV), y como ejemplos de las combinaciones preferidas se pueden mencionar las mezclas de fosfatos de monoalquilo y fosfatos de dialquilo o las mezclas de fosfatos de monofenilo y fosfatos de difenilo. Particularmente preferidas son las composiciones en las que un fosfato de monoalquilo constituye al menos un 50% y especialmente al menos un 90% de la mezcla basado en el peso total de la mezcla.

45 El método de preparar el producto de reacción del componente de compuesto de titanio (C) y del componente de compuesto de fósforo (D) puede implicar, por ejemplo, combinar los componentes (C) y (D) y calentar los mismos en glicol. Específicamente, el calentamiento de una disolución de glicol que contiene el componente de compuesto de titanio (C) y el componente de compuesto de fósforo (D) dará lugar al enturbiamiento de la disolución de glicol con precipitación de los componentes (C) y (D) como productos de reacción. El precipitado se puede recoger para su uso como un catalizador para la producción de polímero de poliéster.

50 El glicol usado en este caso es preferiblemente el mismo componente de glicol para el poliéster a producir usando el catalizador obtenido. Por ejemplo, se prefiere el etilenglicol cuando el poliéster es poli(tereftalato de etileno), se prefiere 1,3-propanodiol cuando el poliéster es poli(tereftalato de trimetileno) y se prefiere tetrametilenglicol cuando el poliéster es poli(tereftalato de tetrametileno).

55 El producto de reacción de policondensación (2) de acuerdo con la invención se puede producir mediante un método de combinar de manera simultánea el componente de compuesto de titanio (C) y el compuesto de fósforo (D) y el glicol, y calentar los mismos. Sin embargo, puesto que el calentamiento da lugar a que el componente de compuesto de titanio (C) y el componente de compuesto de fósforo (D) reaccionen y produzcan un producto de reacción precipitado que es insoluble en glicol, se prefiere para la reacción hasta la precipitación proceder de una manera uniforme. Con el fin de obtener de manera eficaz el precipitado de reacción, por lo tanto, el procedimiento de producción preferido es uno en el que se preparan de antemano disoluciones en glicol diferentes del componente de compuesto de titanio (C) y del componente de compuesto de fósforo (D), y las disoluciones se combinan a continuación y se calientan.

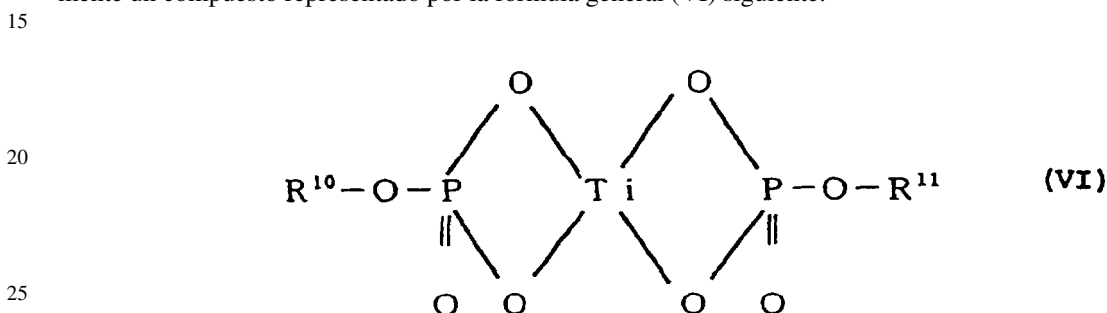
La temperatura para la reacción entre los componentes (C) y (D) está preferiblemente entre 50°C y 200°C, y el tiempo de reacción es preferiblemente desde 1 minuto a 4 horas. Si la temperatura de reacción es demasiado baja,

ES 2 323 458 T3

la reacción puede proceder de manera insuficiente o se puede requerir un tiempo de reacción excesivo, lo que hace imposible el obtener de manera eficaz un precipitado de reacción mediante una reacción uniforme.

La proporción de mezcla del componente de compuesto de titanio (C) y del componente de compuesto de fósforo (D) calentada a reacción en glicol está preferiblemente en el intervalo de 1,0 a 3,0 y más preferiblemente de 1,5 a 2,5, como la relación molar de átomos de fósforo con respecto a los átomos de titanio. Dentro de este intervalo, el componente de compuesto de fósforo (D) y el componente de compuesto de titanio (C) reaccionarán casi completamente, con el fin de evitar la presencia de un producto de reacción incompleto, y por lo tanto el producto de reacción se puede usar directamente para producir un polímero de poliéster con un tono de color satisfactorio. Además, la carencia virtual de exceso de compuesto de fósforo sin reaccionar (IV) da lugar a una elevada productividad sin impedir la reactividad de la polimerización del poliéster.

El producto de reacción (2) para el catalizador de policondensación usado en la invención comprende preferiblemente un compuesto representado por la fórmula general (VI) siguiente:



(en la que R^{10} y R^{11} cada uno independientemente representan al menos unas especies seleccionadas de entre grupos arilo C_{6-12} obtenidos a partir de R^1 , R^2 , R^3 y R^4 en la fórmula general (I) representando el alcóxido de titanio para el componente de compuesto de titanio (C) y representando R^8 en la fórmula general (IV) el compuesto de fósforo para el componente de compuesto de fósforo (D).

Puesto que el producto de reacción del compuesto de titanio y el compuesto de fósforo (III) o (IV) representados por la fórmula (VI) tiene una elevada actividad catalítica, los polímeros de poliéster obtenidos mediante su uso tienen un tono de color satisfactorio (valor de b bajo), y exhiben un comportamiento práctico satisfactorio del polímero con un contenido suficientemente bajo de acetaldehídos, metales residuales y trímeros cíclicos para su uso en la práctica. El producto de reacción representado por la fórmula (VI) está presente preferiblemente en una cantidad del 50% en peso o superior y más preferiblemente en un 70% o superior.

Si el éster de dicarboxilato aromático se somete a policondensación en la presencia del producto de reacción (2), se puede usar directamente como un catalizador para la producción de poliéster, sin separación del glicol y del producto de reacción precipitado (2) obtenido de la manera antes mencionada. También, después de que se ha separado el precipitado de la disolución de glicol que contiene el producto de reacción precipitado (2) por medios tales como la precipitación o filtración centrífuga, el producto de reacción precipitado (2) se puede volver a cristalizar en, por ejemplo, acetona, alcohol metílico y/o agua para su purificación y el producto purificado se usa como el catalizador. La estructura del catalizador se puede confirmar mediante RMN en estado sólido y el análisis cuantitativo de metal XMA.

El polímero de poliéster usado en la invención se obtiene mediante policondensación de un éster de dicarboxilato aromático en la presencia de un catalizador que comprende la mezcla antes mencionada (1) de un componente de compuesto de titanio (A) y de compuesto de fósforo (compuesto de fosfonato) (B) y/o el producto de reacción (2) de un componente de compuesto de titanio (C) y un componente de compuesto de fósforo (D). De acuerdo con la invención, el éster de dicarboxilato aromático es preferiblemente un diéster que comprende un componente de ácido dicarboxílico aromático y un componente de glicol alifático.

El ácido dicarboxílico aromático está compuesto preferiblemente y principalmente de ácido tereftálico. Más específicamente, el ácido tereftálico constituye preferiblemente al menos un 70 por ciento en moles basado en el contenido total del componente de ácido dicarboxílico aromático. Como ejemplos de ácidos dicarboxílicos aromáticos preferidos distintos del ácido tereftálico se pueden mencionar el ácido ftálico, ácido isoftálico, ácido naftalendicarboxílico, ácido difenildicarboxílico y ácido difenoxietanodicarboxílico.

El componente de glicol alifático es preferiblemente un alquilenglicol, de los cuales se pueden usar, por ejemplo, etilenglicol, trimetilenglicol, propilenglicol, tetrametilenglicol, neopentilglicol, hexametilenglicol y dodecametilenglicol, siendo el etilenglicol particularmente preferido.

De acuerdo con la invención, el polímero de poliéster es preferiblemente un poliéster que comprende como su unidad principal periódica tereftalato de etileno compuesto de ácido tereftálico y etilenglicol. La palabra "principal"

ES 2 323 458 T3

quiere significar que la unidad periódica de tereftalato de etileno constituye al menos un 70 por ciento en moles de las unidades periódicas totales en el poliéster.

5 El polímero de poliéster usado en la invención puede ser también un poliéster mixto obtenido mediante copolimerización de componentes de poliéster tales como el componente de ácido o el componente de diol.

10 Como componentes de ácido carboxílico mixto se pueden usar los ácidos dicarboxílicos aromáticos antes mencionados, por supuesto, así como también componentes de ácido carboxílico difuncionales que incluyen ácidos dicarboxílicos alifáticos tales como el ácido adípico, ácido sebácico, ácido azelaico y ácido decanodicarboxílico y ácidos dicarboxílicos alicíclicos tales como el ácido ciclohexanodicarboxílico, o sus derivados formadores de éster, como materiales de partida. Como componentes de diol mixtos se pueden usar los dioles alifáticos antes mencionados, por supuesto, así como también glicoles alifáticos tales como el ciclohexanodimetanol y dioles aromáticos tales como el bisfenol, la hidroquinona y el 2,2-bis(4-β-hidroxietoxifenil)propano, como materiales de partida.

15 Además, se pueden usar también polímeros de poliéster mixtos obtenidos mediante copolimerización de compuestos polifuncionales tales como el ácido trimésico, trimetiloletano, trimetilolpropano, trimetilolmetano y pentaeritritol como componentes mixtos.

20 Dichos polímeros de poliéster y los polímeros de poliéster mixtos se pueden usar solos o en combinaciones de dos o más de ellos.

25 De acuerdo con la invención, el polímero de poliéster usado es preferiblemente el producto de policondensación de un éster de dicarboxilato aromático compuesto de un ácido dicarboxílico aromático y un glicol alifático, como se describió anteriormente. El éster de dicarboxilato aromático se puede producir también mediante la reacción de diesterificación de un ácido dicarboxílico aromático y un glicol alifático, o se puede producir mediante transesterificación de un éster de dialquilo de un ácido dicarboxílico aromático y un glicol alifático. Sin embargo, los métodos que implican la transesterificación que usan ésteres de dialquilo de ácidos dicarboxílicos aromáticos como materiales de partida son más ventajosos que los métodos de diesterificación que usan ácidos dicarboxílicos aromáticos como materiales de partida, debido a que ellos producen menos residuos del compuesto de fósforo añadido como un estabilizador de fósforo durante la reacción de policondensación.

30 También, todo o una parte del componente de compuesto de titanio (A) o (C) se añade preferiblemente antes de la iniciación de la reacción de transesterificación, para su uso como un catalizador de la reacción doble, es decir, un catalizador de la reacción de transesterificación y un catalizador de la reacción de policondensación. Esto permitirá una reducción en el contenido en compuesto de titanio del poliéster final. Más específicamente, en el caso del poli(tereftalato de etileno), por ejemplo, la reacción de transesterificación entre un éster de dialquilo de un ácido dicarboxílico aromático (compuesto principalmente de ácido tereftálico) y etilenglicol se realiza preferiblemente en la presencia del componente de compuesto de titanio (A) que comprende (a) al menos un compuesto seleccionado del grupo que consiste en alcóxidos de titanio representados por la fórmula general (I) anterior y (b) productos de reacción entre los alcóxidos de titanio de fórmula general (I) con ácidos carboxílicos polivalentes aromáticos representados por la fórmula general (II) anterior o sus anhídridos. Un compuesto de fósforo (compuesto de fosfonato) representado por la fórmula general (III) anterior, o el producto de reacción de un componente de compuesto de titanio (C) y el componente de compuesto de fósforo antes mencionado (D), se añade preferiblemente después a la mezcla de reacción que comprende el diéster del ácido dicarboxílico aromático y etilenglicol obtenida mediante la reacción de transesterificación, y la reacción de policondensación se efectúa en su presencia.

35 La reacción de transesterificación se efectuará normalmente bajo presión ordinaria, pero efectuando la misma bajo una presión de 0,05-0,20 MPa se promoverá además la reacción catalizada por la acción del componente de compuesto de titanio (A) mientras que se evita también la generación en masa del subproducto de dietilenglicol, de tal manera que se puede conseguir estabilidad térmica y otras propiedades más favorables. La temperatura es preferiblemente de 160-260°C.

40 Cuando el ácido dicarboxílico aromático usado en la invención es ácido tereftálico, los materiales de partida usados para el poliéster serán el ácido tereftálico y el tereftalato de dimetilo. En este caso, se puede usar el tereftalato de dimetilo recuperado obtenido mediante despolimerización de un poli(tereftalato de alquileno), o el ácido tereftálico recuperado obtenido mediante hidrólisis del mismo. El uso de poliésteres recuperados de botellas de PET recuperadas, productos de fibras, productos de película de poliéster y los semejantes se prefiere desde el punto de vista de la utilización eficaz de los recursos.

45 La reacción de policondensación se puede realizar en un único depósito o en una pluralidad de depósitos diferentes. El producto obtenido es un poliéster de acuerdo con la invención, y el poliéster obtenido mediante el procedimiento de policondensación se extruye usualmente en un estado en masa fundida y se enfría para formar partículas (virutas).

50 El poliéster usado en la invención, que se obtiene mediante el procedimiento de policondensación descrito anteriormente se puede someter después a una policondensación en fase sólida si se desea.

La policondensación en fase sólida consta de una o más etapas y se realiza a una temperatura de 190-230°C bajo una presión de 1 kPa a 200 kPa en una atmósfera de gas inerte tal como nitrógeno, argón o dióxido de carbono gas.

ES 2 323 458 T3

El poliéster en partículas obtenido a partir del procedimiento de policondensación en fase sólida se somete a continuación a un tratamiento con agua que implica su puesta en contacto con agua, vapor de agua, un gas inerte cargado de vapor de agua o aire cargado de vapor de agua según sea necesario.

5 El procedimiento de producción de poliéster descrito anteriormente que comprende las etapas de esterificación y de policondensación se puede realizar en un sistema por cargas, semi-continuo o continuo.

El polímero de poliéster usado en la invención se selecciona preferiblemente de entre poli(tereftalato de etileno), poli(tereftalato de trimetileno) y poli(tereftalato de tetrametileno).

10 El poliéster usado en la invención tiene preferiblemente un valor L^* de 77-85 y un valor b^* de 2-5 basado en el sistema de color $L^*a^*b^*$ (Documento JIS Z8729).

15 La viscosidad intrínseca del poliéster usado en la invención obtenido de la manera descrita anteriormente está preferiblemente en el intervalo de 0,40-0,80, más preferiblemente de 0,45-0,75 e incluso más preferiblemente de 0,50-0,70. La viscosidad intrínseca es preferiblemente no inferior a 0,40 debido a que la tenacidad de las fibras puede ser insuficiente. Por otra parte, una viscosidad intrínseca superior a 0,80 es antieconómica debido a que ello requiere una excesiva elevación de la viscosidad intrínseca del polímero de partida.

20 El poliéster usado en la invención puede contener, si es necesario, pequeñas cantidades de aditivos tales como antioxidantes, absorbedores del ultravioleta, retardantes de la llama, abrillantadores fluorescentes, agentes deslustrantes, correctores del color, agentes anti-espumantes, agentes anti-estáticos, agentes anti-microbianos, estabilizadores de la luz, estabilizadores térmicos, bloqueadores de la luz, o los semejantes, y preferiblemente se añaden dióxido de titanio como un agente deslustrante y anti-oxidantes como estabilizadores.

25 El dióxido de titanio usado preferiblemente tiene un tamaño medio de partícula de 0,01-2 μm , y se incluye preferiblemente en el polímero de poliéster en una cantidad de 0,01-10% en peso.

30 Incidentalmente, el contenido en titanio procedente del catalizador en el polímero de poliéster no incluye el titanio procedente de cualquier dióxido de titanio añadido como un agente deslustrante.

35 Cuando el polímero de poliéster contiene dióxido de titanio como un agente deslustrante, el dióxido de titanio del agente deslustrante se puede recuperar de la muestra de polímero de poliéster para su medida mediante disolución del polímero de poliéster en hexafluoroisopropanol, suministrando la disolución a un tratamiento de centrifugación para separar y precipitar las partículas de dióxido de titanio de la disolución, separar y recoger el líquido sobrenadante mediante el método del gradiente y separar por evaporación el disolvente de la fracción recogida para preparar la muestra de ensayo.

40 Como antioxidantes se usan preferiblemente antioxidantes a base de fenol con impedimento estérico. Un antioxidante se añade preferiblemente en una cantidad no superior a 1% en peso y más preferiblemente en 0,005-0,5% en peso. La adición en exceso de 1% en peso dará lugar a un efecto de saturado y puede dar lugar a la producción de espuma durante el hilado en masa fundida. Los antioxidantes a base de fenol con impedimento estérico se pueden usar también en combinación con antioxidantes secundarios a base de tioéteres.

45 No existen restricciones en particular en lo que respecta al método de adición de dichos antioxidantes al poliéster, y se pueden añadir en cualquier etapa deseada desde la iniciación de la reacción de transesterificación hasta la terminación de la reacción de policondensación.

50 El segundo objeto de la invención es proporcionar, además del primer objeto, fibras de poliéster de sección transversal modificada que producen telas que no tienen un tacto pegajoso y que tienen una excelente suavidad, propiedad de anti-penetración, baja permeabilidad al aire, absorción de agua y resistencia al desgaste, y este objeto se consigue mediante las fibras de poliéster de sección transversal modificada descritas más adelante.

55 Específicamente, estas son fibras de poliéster de sección transversal modificada que comprenden como el componente principal un polímero de poliéster obtenido mediante policondensación en la presencia del catalizador específico antes mencionado, en las que las secciones transversales laterales de las fibras son de forma plana y la forma plana es una forma con 3-6 formas de sección transversal redonda unidas en la dirección longitudinal.

60 En la presente invención, el término "unidas" no significa realmente unidas sobre el nivel del hilado en masa fundida, sino más bien que el resultado es una forma "unida". También, la expresión "formas de sección transversal redonda" no significa necesariamente que sean perfectamente redondas sino que pueden ser también elípticas.

65 Las formas de sección transversal lateral de las fibras se explicarán ahora con respecto a la Figura 1. Las Figuras 1(a) a (c) son ilustraciones esquemáticas de las formas de sección transversal lateral de las fibras, mostrando (a) 3, mostrando (b) 4 y mostrando (c) 5 formas de sección transversal redonda unidas.

Esto es, las formas de sección transversal lateral de las fibras son formas con formas de sección transversal redonda unidas en la dirección longitudinal (dirección del eje longitudinal), en las que los pares de nodos/nodos y los pares

ES 2 323 458 T3

de valle/valle están alineados de manera simétrica sobre uno u otro lado del eje longitudinal, y el número de estas formas de sección transversal redonda es preferiblemente de 3 a 6. Cuando el número de formas de sección transversal redonda es 2, la suavidad se aproxima a la de una tela con fibras de sección transversal redonda, pero la propiedad de anti-penetración, baja permeabilidad al aire y baja absorción de agua tienden a ser reducidas. Por otra parte, cuando el número de formas de sección transversal redonda es superior a 7, las fibras son más susceptibles de romperse y tienden a tener una resistencia al desgaste más baja.

Las fibras de poliéster de sección transversal modificada comprenden preferiblemente partículas inorgánicas en una cantidad de 0,2-10% en peso, para conseguir una propiedad de anti-penetración mejorada.

En referencia ahora a la Figura 2, la lisura representada por A/B como la relación de la anchura A del eje largo de la sección transversal lateral de las fibras de poliéster de sección transversal modificada a la anchura máxima B del eje corto perpendicular al eje largo A es preferiblemente de 3 a 6. Si es más pequeño de 3 se reduce la suavidad, mientras que si es superior a 6, se tiende a producir un tacto pegajoso.

Desde el punto de vista de la eliminación de un tacto pegajoso y de la mejora de la absorción de agua de las fibras de poliéster de sección transversal modificada, la irregularidad representada por B/C como la relación de la anchura máxima B del eje corto de la sección transversal plana a la anchura mínima C (anchura mínima en las uniones de las formas de sección transversal redonda) es preferiblemente tal que $1 < B/C < 5$. Específicamente, puesto que el agua se difunde por la acción capilar en los valles de las fibras de sección transversal plana de la invención, se obtiene una excelente propiedad de absorción del agua en comparación con las fibras de sección transversal redonda, mientras que un grado de irregularidad de sólo 1 produce fibras planas simples, lo que da lugar a un tacto pegajoso y a la eliminación de la propiedad de absorción de agua. Si la relación B/C es superior a 5, es posible evitar un tacto pegajoso mientras que se imparte una propiedad de absorción de agua, pero se pueden producir otras desventajas, es decir, las uniones de las formas de sección transversal redonda llegan a ser demasiado cortas y la tenacidad de las fibras de sección transversal plana se reduce tendiendo a dar lugar a la rotura del hilo, y por lo tanto la relación B/C es preferiblemente tal que sea $1 < B/C < 5$ y más preferiblemente $1,1 \leq B/C \leq 2$.

No existen restricciones en particular en lo que respecta al tamaño de la fibra única de las fibras de poliéster de sección transversal modificada o sobre el tamaño global de la hebra de las fibras de poliéster de sección transversal modificada compuesta de las fibras únicas, pero para su uso en la fabricación de telas, el tamaño de la fibra única es preferiblemente de 0,3-3,0 dtex y el tamaño global de la hebra de las fibras de poliéster de sección transversal modificada es preferiblemente de 30-200 dtex.

Es un tercer objeto de la invención proporcionar, además del primer objeto, fibras de poliéster de sección transversal modificada con excelentes propiedades de absorción de agua y de secado rápido. Este objeto se consigue mediante las fibras de poliéster de sección transversal modificada siguientes.

Específicamente, existen fibras de poliéster de sección transversal modificada que comprenden como el componente principal un polímero de poliéster obtenido por policondensación en la presencia del catalizador específico antes mencionado, en las que 3-8 aletas sobresalen hacia afuera del núcleo de la sección transversal de la fibra en la sección transversal lateral de cada fibra, y el coeficiente de protrusión según se define mediante la fórmula (iii) a continuación está entre 0,3 y 0,7.

$$\text{Coeficiente de protrusión} = (a_1 - b_1)/a_1 \quad (\text{iii})$$

[en esta fórmula, a_1 representa la longitud desde el centro de un círculo inscrito en la pared interior de la sección transversal de la fibra al extremo de la aleta, y b_1 representa el radio del círculo inscrito en la pared interior de la sección transversal de la fibra].

Las fibras de poliéster que tienen dichas formas de sección transversal lateral tienen un comportamiento de resistencia al impacto durante las etapas de estirado-falsa torsión y de exhibir unas adecuadas propiedades de absorción de agua y de secado rápido en las telas incluso después de las etapas de estirado-falsa torsión.

Dichas fibras de poliéster generan también una baja rotura del hilo (roturas en el procedimiento) y copos durante las etapas de estirado-falsa torsión, incluso cuando las etapas de falsa torsión se realizan bajo las condiciones ordinarias. Las fibras de estirado-falsa torsión obtenidas tienen también una dispersión moderada del grado de lisura de las secciones transversales laterales en las direcciones del eje de la fibra, para crear secciones transversales laterales de las fibras que no son uniformes en las direcciones del eje de las fibras, formando de esta forma agregados de fibras con grandes separaciones entre las fibras. Dichas grandes separaciones entre las fibras provocan efectos de comportamiento de una mayor absorción de agua y de un secado rápido, y de comportamiento de estabilidad al lavado mejorada. Los agregados de fibras que tienen grados de lisura de las secciones transversales laterales de las fibras moderadamente dispersadas en las direcciones del eje de la fibra exhiben también un comportamiento que proporciona un tacto en seco natural a las telas.

Las aletas que tienen un coeficiente de protrusión de menos de 0,3 no forman separaciones capilares adecuadas en las secciones transversales laterales de las fibras después del estirado-falsa torsión, y por lo tanto no pueden exhibir

ES 2 323 458 T3

las propiedades de absorción de agua o de secado rápido. Dichas aletas cortas exhiben también un bajo efecto de sujeción cuando la tela se somete al tratamiento de absorción de agua, de tal manera que la estabilidad al lavado del agente de tratamiento tiende a ser reducida. El tacto de la tela llega a ser también más liso y semejante al del papel. Por otra parte, las aletas que tienen un coeficiente de protrusión superior a 0,7 experimentan más concentración de tensión de trabajo sobre las aletas durante el estirado-falsa torsión, y por lo tanto se produce el colapso parcial de las secciones transversales de la fibra, lo que hace imposible conseguir la formación de una adecuada capilaridad, y el comportamiento a la absorción de agua es por lo tanto inferior.

Incluso con las aletas que tienen un coeficiente de protrusión de 0,3-0,7, si el número de dichas aletas es de 1 ó 2 en la sección transversal lateral de la fibra, sólo se formará un máximo de una parte de la sección transversal lateral de la fibra cerrada hacia dentro, y por lo tanto el fenómeno de la capilaridad no se expresará tan fácilmente y el comportamiento en la absorción será inferior. El tacto de la tela tenderá también a llegar a ser más liso y semejante al del papel. Con más de 8 aletas, por otra parte, la tensión de trabajo tiende a la concentración sobre las aletas durante el estirado-falsa torsión, lo que da lugar al colapso parcial de las secciones transversales de la fibra y hace imposible conseguir la formación adecuada de capilares, reduciendo de este modo el comportamiento a la absorción de agua.

La cristalinidad de las fibras de poliéster de sección transversal modificada es preferiblemente no mayor de 30%, y la relación de contracción en agua en ebullición es preferiblemente de al menos 15%. Este límite se incrementa en la región cristalina de las fibras para impedir una estructura de fibra demasiado rígida y facilitar así la dispersión moderada de los grados de lisura de las secciones transversales laterales de las fibras en las direcciones del eje de la fibra, para las fibras estiradas-falsa torsión bajo las condiciones ordinarias de estirado-falsa torsión. El resultado es una absorción de agua mejorada y un comportamiento de secado rápido y de comportamiento de estabilidad al lavado mejorada, así como también un tacto en seco natural de las telas. Por otra parte, se puede obtener una estructura de fibra estable mediante limitación de la relación de contracción en agua en ebullición a no más del 70%.

Cualquier método de hilado en masa fundida conocido públicamente se puede emplear para la producción de las fibras de poliéster de sección transversal modificada descrito anteriormente. Por ejemplo, se puede emplear un método de secado del poliéster bajo condiciones ordinarias, fundirle en una máquina de extrusión en masa fundida, tal como un extrusor de husillo, verter la masa fundida de una hilera (Figura 4) que tiene de 3 a 8 y preferiblemente de 4 a 6 aberturas de vertido formadoras de aletas que consisten en pequeñas aberturas circulares conectadas (5 en la Figura 4) y aberturas de ranura (4 en la Figura 4), situadas a distancias espaciadas alrededor de una abertura de vertido redonda formadora de núcleo (3 en la Figura 4), tal como se describe, por ejemplo, en la Solicitud de Patente Japonesa N° 3076372, y a continuación enfriar, solidificar y bobinar de acuerdo con los métodos conocidos en la técnica anterior. Con el fin de obtener fibras con la cristalinidad y la relación de contracción en agua en ebullición especificadas anteriormente, la velocidad de bobinado es preferiblemente de 2000-4000 m/min y más preferiblemente de 2500-3500 m/min.

En la presente invención, el radio de la abertura de vertido redonda formadora de núcleo (b_2 en la Figura 4) y las longitudes de los extremos de las aberturas de vertido que forman aletas desde el centro de la abertura de vertido circular (a_2 en la Figura 4) se puede alterar para establecer libremente el coeficiente de protrusión de las secciones transversales de las fibras en el margen de 0,3-0,7. La temperatura del bloque de hilar y/o el volumen del flujo de aire de refrigeración se pueden variar también para conseguir algún grado de control sobre el coeficiente de protrusión de las secciones transversales de las fibras. El aire de refrigeración se sopla preferiblemente a partir de una pila de hilado del tipo de flujo transversal con una longitud de 50-100 cm situada con su parte superior 5-15 cm por debajo de la hilera.

Es un cuarto objeto de la invención proporcionar, además del primer objeto, fibras de poliéster de sección transversal modificada que producen telas que son voluminosas y que tienen un tacto suave. Este objeto se consigue mediante las fibras de poliéster de sección transversal modificada siguientes.

Específicamente, existen fibras de poliéster de sección transversal modificada que comprenden como el componente principal un polímero de poliéster obtenido por policondensación en la presencia del catalizador específico antes mencionado, en las que la sección transversal lateral de la fibra comprende un núcleo y múltiples aletas que sobresalen de una forma radial desde el núcleo a lo largo de la dirección longitudinal del núcleo, y las fibras de poliéster que satisfacen todas de las siguientes relaciones (iv) a (vi) se someten a un tratamiento de reducción con álcali para separar al menos alguna de las aletas de los núcleos.

$$1/20 \leq S_B/S_A \leq 1/3 \quad (\text{iv})$$

$$0,6 \leq L_B/D_A \leq 3,0 \quad (\text{v})$$

$$W_B/D_A \leq 1/4 \quad (\text{vi})$$

(en estas fórmulas, S_A representa la superficie de la sección transversal del núcleo, D_A representa el diámetro del núcleo si la sección transversal es un círculo o el diámetro del círculo circunscrito si ella no es un círculo, y S_B , L_B y W_B representan la superficie de la sección transversal, la longitud máxima y la anchura máxima de las aletas, respectivamente).

ES 2 323 458 T3

La Figura 5 muestra S_A , D_A , S_B , L_B y W_B como un ejemplo de una sección transversal lateral de la fibra.

Si $S_B/S_A < 1/20$ ó $S_B/S_A > 1/3$, es decir si están presentes aletas que tienen una superficie de la sección transversal menor de 1/20 o mayor de 1/3 de la superficie de la sección transversal del núcleo, el volumen de la fibra se reducirá.

También si $L_B/D_A < 0,6$, es decir si están presentes aletas que tienen una longitud máxima de menos de 0,6 veces el diámetro del núcleo, el volumen de la fibra se reducirá, mientras que por otra parte, si $L_B/D_A > 3,0$, es decir si están presentes aletas que tienen una longitud máxima superior a 3,0 veces el diámetro del núcleo, las aletas tenderán a doblarse y producirán un tacto áspero.

Además, si $W_B/D_A > 1/4$, es decir si están presentes aletas que tienen una anchura máxima mayor de 1/4 el diámetro del núcleo, se impedirá la descomposición de las aletas mediante el tratamiento de reducción con álcali.

Una anchura máxima más pequeña de las aletas facilitará la separación de las aletas mediante el tratamiento de reducción con álcali, pero si ella es demasiado pequeña las aletas tenderán a doblarse, y por lo tanto el valor mínimo de W_B/D_A es preferiblemente de aproximadamente 1/8.

Como una explicación más detallada de las dimensiones del núcleo y de las aletas de las fibras, el denier de las aletas es preferiblemente no superior a 0,9 dtex y más preferiblemente no superior a 0,7 dtex. Si el denier de las aletas es demasiado grande, no será posible obtener un tacto fino mediante la escisión de las aletas, y una superficie de las aletas incrementada dará lugar a una propiedad de drapeado inferior mediante escisión. El tamaño del núcleo es preferiblemente desde 1 dtex a 5 dtex. Si el tamaño del núcleo es superior a 5 dtex, no será posible obtener una suavidad adecuada incluso si las aletas y el núcleo se escinden, y el tacto de las telas tenderá a ser más duro. Si el tamaño es inferior a 1 dtex, el efecto de relleno mutuo se incrementará incluso si las secciones transversales multilobulares tienen formas pronunciadas y así tenderá a ser difícil el obtener eficazmente grandes separaciones.

En las fibras de poliéster antes del tratamiento de reducción con álcali, un compuesto que tiene un parámetro de compatibilidad χ representado por la relación (vii) por debajo de 0,1-2,0 está preferiblemente presente en las fibras de poliéster en una cantidad de 0,5-5,0% en peso con respecto al peso total de la fibra. Esto ayudará a la separación de las aletas y de los núcleos, para obtener los efectos de un volumen incrementado y de un tacto mejorado.

$$\chi = (V_a/RT)(\delta_a - \delta_b)^2 \quad (\text{vii})$$

(en esta fórmula, V_a representa el volumen molar (cm^3/mol) del poliéster, R representa la constante de los gases ($\text{J}/\text{mol} \cdot \text{K}$), T representa la temperatura absoluta (K) y δ_a y δ_b representan los parámetros de solubilidad ($\text{J}^{1/2}/\text{cm}^{3/2}$) del poliéster y del compuesto, respectivamente).

Si χ es inferior a 0,1 el poliéster y el compuesto llegarán a ser compatibles lo que hace difícil separar las aletas mediante reducción con álcali, mientras que si χ es superior a 2,0 el poliéster y el compuesto llegan a estar en fases completamente separadas y el polímero se llega a hacer espeso, por lo cual tiende a reducir las propiedades de hilado.

Si el contenido del compuesto en el poliéster es inferior a 0,5% en peso llega a ser difícil el conseguir un efecto de volumen incrementado, mientras que si el contenido es superior a 5,0% en peso el compuesto tiende a agregarse, dificultando así el mismo efecto.

Como ejemplos específicos del compuesto se pueden mencionar polímeros tales como polietileno, polipropileno, poliisobutileno, poliestireno, politetrafluoroetileno, policlorotetraetileno, policlorotrifluoroetileno, poli(propionato de vinilo), poli(acrilato de heptafluorobutilo), polibutadieno, poliisopreno, policloropreno, poli(etilenglicol), poli(tetrametilenglicol), poli(trietilenglicol), poli(acrilato de metilo), poli(acrilato de propilo), poli(acrilato de butilo), poli(acrilato de isobutilo), poli(metacrilato de metilo), poli(metacrilato de etilo), poli(metacrilato de bencilo), poli(metacrilato de etoxietilo), poliformaldehído, poli(sulfuro de etileno) y poli(sulfuro de estireno), así como también siliconas y formas modificadas de los mismos. Estos compuestos se pueden usar también en combinaciones de dos o más.

Si el peso molecular medio del compuesto es demasiado bajo, se producirá la descomposición térmica durante el tiempo de residencia en el extrusor o en el devanado del hilado, mientras que si es demasiado elevado se reduce la miscibilidad en masa fundida con el poliéster, y por lo tanto el intervalo preferido es de 3000-25000.

Para la adición y mezcla del compuesto con el poliéster se puede emplear cualquier método conocido públicamente que se desee tal como, por ejemplo, un método de amasar en masa fundida el poliéster y el compuesto y convertir en gránulos la masa fundida, un método de mezcla por inyección del compuesto dentro del poliéster fundido durante la etapa de hilado en masa fundida, ó un método de mezcla con un mezclador estático.

Las fibras de poliéster con anterioridad al tratamiento de reducción con álcali se pueden obtener mediante el método siguiente, por ejemplo.

Esto es, el poliéster se puede fundir y se vierte a través de una abertura de vertido que forma núcleo mientras que la misma masa fundida del poliéster se vierte a través de múltiples aberturas de vertido de forma de ranura que forman

ES 2 323 458 T3

aletas dispuestas de una forma radial a distancias espaciadas alrededor de la abertura de vertido se une con las mismas mientras están en un estado fundido, y ambas se enfrían hasta que se solidifican.

Más específicamente, el poliéster se funde y se vierte a través de una tobera tal como se muestra en la Figura 6A, por ejemplo, que tiene una abertura de vertido redonda que forma núcleo 5 y múltiples (cuatro en la Figura 6A) aberturas de vertido de forma de ranura que forman aletas dispuestas de una manera radial a distancias espaciadas alrededor de la abertura de vertido redonda que forma núcleo 5, y a continuación el poliéster vertido desde la abertura de vertido 5 y el poliéster vertido desde las aberturas de vertido 6 se unen mientras están en un estado fundido y se enfrían hasta que se solidifican.

El filamento hilado se puede también estirar y tratar térmicamente, si fuera necesario.

Si el número de aletas es de 1 ó superior a 7, las separaciones entre los filamentos formados mediante el tratamiento de reducción con álcali son pequeñas y ello puede llegar a dificultar así el impartir un volumen adecuado. El número preferido de aberturas de vertido de forma de ranura que forman aleta dispuestas alrededor de una única abertura de vertido que forma núcleo es de 3 a 6, y más preferiblemente 4. Las superficies de la sección transversal, las longitudes máximas y las anchuras máximas de las aletas no necesitan necesariamente que sean las mismas, y pueden ser diferentes para diferentes aletas. Las aletas preferiblemente sobresalen radialmente hacia afuera de una manera isotrópica alrededor del núcleo central, pero esto no es una condición restrictiva.

De acuerdo con la invención no existen restricciones en particular en lo que respecta a las dimensiones de la abertura de vertido redonda que forma núcleo 5 y sobre las aberturas de vertido de forma de ranura que forman aletas 6, pero con el fin de que las superficies de la sección transversal del núcleo y el diámetro y las superficies de la sección transversal de la aleta, la longitud máxima y la anchura máxima estén dentro de los intervalos especificados por las tres relaciones (iv), (v) y (vi) anteriores, preferiblemente las condiciones siguientes (x)-(xii) son todas ellas satisfechas por D'_A , L'_B , W'_B y L'_{AB} , en las que B'_A es el diámetro de la abertura de vertido que forma núcleo 5 (ó si la forma de la sección transversal de la abertura de vertido 5 no es un círculo, D'_A es el diámetro del círculo circunscrito de la abertura de vertido 5), L'_B y W'_B son la longitud máxima y la anchura máxima de las aberturas de vertido de forma de ranura que forman aletas 6, respectivamente, y L'_{AB} es el espacio más corto entre las aberturas de vertido 5 y 6 sobre el plano de vertido.

$$1 \leq L'_B/D'_A \leq 4 \quad (x)$$

$$1/7 \leq W'_B/D'_A \leq 1/2 \quad (xi)$$

$$0,01 \text{ mm} \leq L'_{AB} \leq 0,2 \text{ mm} \quad (xii)$$

Cuando D'_A , L'_{AB} , W'_B y L'_{AB} están fuera de estos intervalos especificados, la propiedad de hilado se puede deteriorar y el desgaste de la hilera se puede acelerar.

Las aberturas de vertido de forma de ranura que forman aletas no necesitan ser necesariamente rectángulos uniformes, y como se muestra en la Figura 6B, pueden tener secciones hinchadas semejantes a un arco y sus anchuras pueden variar también continuamente.

Por otra parte, si un filamento que tiene un núcleo y aletas se obtiene mediante vertido del poliéster desde una abertura de vertido única en lugar de desde los dos tipos de aberturas de vertido 5, 6 (ó 6'), el núcleo y las aletas estarán integradas con orientaciones aproximadamente iguales del núcleo y de las aletas, y por lo tanto la separación de las aletas mediante el subsiguiente tratamiento de reducción con ácido tenderá a ser más difícil.

En el hilado descrito anteriormente, se aplica un estirado más intenso al polímero vertido desde la abertura de vertido de forma de ranura que forma aletas, que al polímero vertido desde la abertura que forma núcleo, de tal manera que las aletas tienen una orientación más elevada que el núcleo. En el filamento que se obtiene, por lo tanto, existe poco enmarañamiento de las moléculas en las uniones entre el núcleo y las aletas y la fuerza de unión interfacial en las uniones es consecuentemente baja, de tal manera que el tratamiento de reducción con álcali preferentemente separará las aletas del núcleo. Además, el núcleo y las aletas experimentan contracciones diferentes debido a sus diferencias en la orientación, lo que hace posible obtener filamentos con el volumen y el tacto suave deseado.

De acuerdo con la invención, los filamentos obtenidos se someten a un tratamiento de reducción con álcali para separar al menos algunas de las aletas de los núcleos debido a que esta manera de separación es eficaz para minimizar la formación de extremos de aspecto fibroso de protrusión libre (formación de copos) mediante escisión de las aletas o de los núcleos. Si los filamentos se separan mediante el empleo de medios físicos que implican una gran transferencia de energía, tal como un tratamiento de la tobera de fluido usando un flujo de aire a presión elevada tal como existe en la técnica anterior, se forma un volumen elevado de extremos de aspecto fibroso de protrusión libre mientras que las aletas se escinden también en una forma fibrilar, produciendo de este modo una tela tejida o tricotada con un aspecto exterior similar al hilo hilado y deteriorando la simetría de la tela tejida o tricotada.

El tratamiento de reducción con álcali se puede realizar sobre los filamentos, o sus hilos o sobre la tela tejida o tricotada. Sin embargo, se realiza preferiblemente sobre la tela tejida o tricotada. Las condiciones del tratamiento

ES 2 323 458 T3

con álcali empleadas pueden ser las condiciones de tratamiento con álcali para filamentos de poliéster corrientes. Específicamente, se puede usar una disolución acuosa de hidróxido de sodio, hidróxido de potasio, carbonato de sodio, carbonato de potasio o los semejantes, con el ajuste apropiado de la concentración a 10-100 g/litro, la temperatura a 40-180°C y el tiempo de tratamiento de entre 2 minutos y 2 horas.

5

La tasa de separación S de las aletas mediante el tratamiento con álcali es preferiblemente de al menos un 30%, y la tasa de separación S de las aletas de los filamentos posicionados en una capa superficial de hilo multifilamento es preferiblemente mayor que la tasa de separación S de las aletas de los filamentos posicionados en el centro del hilo multifilamento. La tasa de separación S de las aletas es el valor definido por la fórmula siguiente:

10

$$S (\%) = \text{número de aletas separadas/número total de aletas} \times 100$$

15 Los filamentos posicionados en una capa superficial de un hilo multifilamento se definen como aquellos de entre el número total de filamentos multilobulares a una distancia próxima de un círculo circunscrito imaginario del hilo multifilamento a un intervalo de 30% en las secciones transversales de los multifilamentos. Asimismo, los filamentos posicionados en el centro del hilo multifilamento son aquellos a una distancia próxima desde el centro del círculo circunscrito imaginario.

20 Dicha reducción con álcali produce fibras únicas en las que las aletas están separadas de los núcleos, como se muestra en la Figura 7. La Figura 7 es una vista parcialmente ampliada de las fibras de poliéster de sección transversal modificada vistas desde el lateral, en la que 4 es la fibra única, 1 es el núcleo y 2 y 3 son las aletas que sobresalen de una manera radial del núcleo y en la mayor parte separadas del núcleo.

25 En las fibras de poliéster de sección transversal modificada 4 que se muestran en la Figura 7, las aletas 2, 3 unidas al núcleo 1 a lo largo de la dirección longitudinal del núcleo 1 y que sobresalen de una manera radial del núcleo 1 se separan del núcleo 1 mediante el tratamiento de reducción con álcali, produciendo fibras independientes.

30 Se prefiere para las aletas a separar de manera continua del núcleo 1 a lo largo de la longitud completa de la fibra única, como la aleta 2 en la Figura 7, permitir que las aletas se comporten como fibras independientes. Sin embargo, no es esencial que todas las aletas sean separadas a lo largo de la longitud total del filamento, y partes de las mismas pueden estar conectadas al núcleo, como se muestra en la aleta 3.

35 Cuando las aletas están separadas del núcleo 1, por ejemplo en una tela tejida o tricotada, se proporcionan separaciones adecuadas entre los núcleos adyacentes y la tela tejida o tricotada y por lo tanto tiene un volumen satisfactorio (la fibra de ejemplo que se muestra en la Figura 5 tiene cuatro aletas para un núcleo, pero en la Figura 7 hay sólo dos aletas 2, 3 para el único núcleo).

40 Las fibras de poliéster de sección transversal modificada se combinan preferiblemente y se enmarañan entre ellas mismas o con otras fibras para fabricar hilo de filamentos, preparado dentro de una tela tejida o tricotada, y a continuación se somete al tratamiento de reducción con álcali. Los filamentos se pueden combinar y enmarañar en hilo de filamentos combinados mediante cualquier método conocido públicamente tal como su puesta en paralelo, doblado, enmarañamiento con aire o los semejantes.

45 Es un quinto objeto de la invención proporcionar, además del primer objeto, fibras de poliéster de sección transversal modificada que producen una tela de aspecto sedoso que tiene un tacto áspero estridente, un excelente tacto de protuberancia, flexibilidad y un tacto de ligereza, sin manchas de colorante. Este objeto se consigue mediante las siguientes fibras de poliéster de sección transversal modificada.

50 Específicamente, existen fibras de poliéster de sección transversal modificada que comprenden como el componente principal un polímero de poliéster producido por policondensación en la presencia del catalizador específico antes mencionado, en las que la forma de la sección transversal lateral es una forma que comprende una sección de forma triangular y una protrusión que se extiende desde un vértice de la forma triangular, en las que se satisfacen ambas de las relaciones siguientes (viii) y (ix), y que tienen una parte hueca en la sección de forma triangular que constituye el 3-15% de la misma.

55

$$0,7 \leq L1/L2 \leq 3,0 \quad (\text{viii})$$

$$3,0 \leq h2/h1 \leq 10,0 \quad (\text{ix})$$

60

(en estas fórmulas, L1 representa la distancia desde el punto de conexión entre la sección de forma triangular y la protrusión en el extremo de la protrusión, L2 representa la distancia entre el punto de conexión entre la sección de forma triangular y la protrusión y el lado de la sección de forma triangular opuesto al punto de conexión, h1 representa la anchura de la protrusión y h2 representa la longitud del lado de la sección de forma triangular opuesto al punto de conexión entre la sección de forma triangular y la protrusión).

65

Si la posición que se extiende de la protrusión difiere del vértice de la forma triangular, por ejemplo, cuando se extiende desde el centro de un lado de la forma triangular, la propiedad de hilado tenderá a ser reducida, mientras que

ES 2 323 458 T3

si la protrusión se extiende desde múltiples vértices, no sólo se reducirá la propiedad de hilado sino que el tacto de la tela obtenida tenderá a perder su calidad semejante a la seda. También, si la forma de la protrusión no es plana, por ejemplo, si ella tiene una forma con una sección transversal redonda, el tacto estridente de la tela será menos pronunciado. En la presente invención, una forma plana no es necesariamente uniformemente plana a través de su espesor completo, y partes de la misma pueden ser más gruesas que otras. En otras palabras, la relación (L1/h1) de la longitud (L1) y la anchura (h1) de la protrusión descrita más adelante puede ser 2 o superior y especialmente 5 ó superior. Si la relación es menos de 2 la forma no se puede denominar "plana", y la tela obtenida carecerá de un tacto estridente y de flexibilidad.

La dirección de la extensión de la protrusión desde la sección de forma triangular es preferiblemente en un ángulo dentro de la superficie incluida por líneas extrapoladas desde los dos lados de la forma triangular sobre uno y otro lado del vértice, y es lo más preferiblemente en la dirección del bisector del vértice.

La presente invención se explicará ahora en mayor detalle con referencia a los dibujos que se acompañan. La Figura 8 es una ilustración esquemática que muestra la forma de la sección transversal lateral de las fibras de poliéster de sección transversal modificada. En la Figura 8, el punto de conexión entre la sección de forma triangular y la protrusión plana es el punto central O entre los dos puntos en donde el perímetro exterior de la sección de forma triangular (A) cruza el perímetro exterior de la protrusión plana (mostrado como un pequeño círculo blanco en el dibujo por razones de conveniencia). La longitud de la protrusión L1 es la distancia desde el punto de conexión al extremo de la protrusión, y L2 es la distancia entre el punto de conexión y el lado de la sección de forma triangular (A). Cuando el lado opuesto se abomba hacia afuera o se retrae hacia dentro, L2 es la distancia a una línea paralela a la línea que conecta los dos vértices de la forma triangular distinta de la del punto de conexión y tangencial al lado opuesto.

La anchura h1 de la protrusión (B) es la anchura máxima de la protrusión plana en la dirección perpendicular a la dirección de la extensión de la protrusión (B), mientras que la longitud h2 del lado opuesto es el espacio entre dos líneas perpendiculares al lado opuesto y que tocan a la sección de forma triangular (A).

La expresión relacional (viii) anterior define la relación entre el tamaño de la sección de forma triangular (A) y la longitud de la protrusión plana (B), y puesto que ella es importante para conseguir un tacto estridente global, flexibilidad y tacto de protuberancia (inflado) de las telas obtenidas, L1/L2 está lo más preferiblemente en el intervalo de 1,5-2,5. Si el valor es inferior a 0,7, será difícil de conseguir un tacto estridente y una flexibilidad global, mientras que si excede de 3,0 llegará a ser difícil conseguir una fabricación estable de hilo y la tela obtenida carecerá de un tacto de protuberancia.

La expresión relacional (ix) define la relación entre el tamaño de la sección de forma triangular (A) y la anchura de la protrusión plana (B), y puesto que ella es importante para conseguir un tacto de protuberancia de las telas obtenidas, h2/h1 está lo más preferiblemente en el intervalo de 4,0-7,0. Si el valor es inferior a 3,0, la tela obtenida tendrá un tacto de protuberancia insuficiente, mientras que si excede de 10,0 la estabilidad del vertido durante el hilado será más baja, lo que hará difícil conseguir una fabricación estable del hilo.

Una parte hueca con una relación de hueco de al menos un 3% debe estar presente en la sección de forma triangular (A) con el fin de impartir un tacto de ligereza y un tacto de protuberancia a las telas. Sin embargo, si la relación de hueco es demasiado grande se reduce la propiedad de una fabricación estable del hilo, y por lo tanto la relación de hueco con respecto a la sección de forma triangular (A) se limita a que no sea mayor de 15%. La relación de hueco está más preferiblemente en el intervalo de 3-10%.

De acuerdo con la invención, una sal de metal de un ácido sulfónico orgánico representada por la fórmula (V) más adelante está preferiblemente presente en el poliéster en una cantidad de 0,5-2,5% en peso con respecto al peso del poliéster, de tal manera que el tratamiento de reducción con álcali pueda formar poros finos alineados en la dirección de los ejes de la fibra sobre las superficies de las fibras de sección transversal modificada, y producir una tela con un tacto seco y un tacto estridente mejorados, y una calidad muy similar a la seda tussah (seda salvaje).

Fórmula química 9



(en la que R⁹ representa un grupo alquilo que tiene 3 a 30 átomos de carbono o un grupo arilo o alquilarilo que tiene 7 a 40 átomos de carbono, y M representa un metal alcalino o un metal alcalino-térreo).

Cuando R⁹ en esta fórmula es un grupo alquilo o alquilarilo, el grupo alquilo puede ser un grupo lateral lineal o ramificado. Desde el punto de vista de la compatibilidad con los poliésteres, R es lo más preferiblemente un grupo alquilo, para una sal de metal de un ácido alquilsulfónico. M es preferiblemente un metal alcalino tal como sodio, potasio o litio, o un metal alcalino-térreo tal como calcio o magnesio, de entre los cuales se prefieren el sodio y el potasio. Como tales sales de metal de ácido sulfónico orgánico se pueden mencionar específicamente el estearil-sulfonato de sodio, octil-sulfonato de sodio y lauril-sulfonato de sodio.

ES 2 323 458 T3

Las fibras de poliéster de sección transversal modificada se pueden producir, por ejemplo, mediante el método siguiente.

5 La Figura 9 es una ilustración esquemática que muestra un ejemplo de la forma de la abertura de vertido de una hilera usada para la producción de las fibras de poliéster de sección transversal modificada

10 Específicamente, el poliéster se vierte en masa fundida a 280-300°C de una hilera que tiene la forma de abertura de vertido descrita anteriormente, se aplica un lubricante a los filamentos hilados enfriados y solidificados y se efectúa el entrelazamiento con un aparato de entrelazamiento si fuera necesario, después de lo cual el hilo sin estirar se bobina sobre una bobinadora a través de un par de conjuntos de rodillos de recogida a la temperatura ambiente. El hilo sin estirar obtenido se hace pasar a continuación a través de un rodillo de precalentamiento calentado a 80-100°C y de un conjunto de calentadores sin contacto fijados a 170-240°C a una velocidad de estirado de 600-1400 m/min, para su estirado a una relación de estirado de 1,5-3,0 y a continuación se entrelazan más si fuera necesario.

15 La temperatura de hilado en masa fundida está preferiblemente en el intervalo de 275-300°C desde el punto de vista de la estabilidad del hilado. La velocidad de recogida del hilado y la relación de estirado se fijan apropiadamente para una tenacidad de la fibra conjugada de poliéster en el intervalo de 2,0-5,0 cN/dtex y un alargamiento en el intervalo del 30-50%.

20 Las fibras de poliéster de sección transversal modificada tienen un tamaño de fibra única de 1,5-5,0 dtex y un tamaño global de la hebra de 50-170 dtex, y la contracción en agua en ebullición está apropiadamente en el intervalo de 5,9-12,0%.

25 Para la producción de una tela usando las fibras de poliéster de sección transversal modificada descritas anteriormente, se puede realizar una torsión apropiada si fuera necesario, y el tricotado o el tejido se efectúan en el bastidor deseado. La tela obtenida se puede someter si fuera necesario a un tratamiento de reducción con álcali para proporcionar un excelente tacto estridente, protuberancia, flexibilidad y ligereza que no se han podido obtener con las telas tejidas o tricotadas de la técnica anterior.

30 Puesto que el objeto que se pretende es un tacto de ligereza y estridente, no se prefiere el tejido y tricotado de los bastidores complejos, sino que en su lugar, se prefiere el tejido o tricotado de un tejido de tafetán o variaciones del mismo, un tejido de sarga sencillo o variaciones del mismo, un tejido de raso o los semejantes. Además, la proporción de las fibras de poliéster de sección transversal modificada de la invención en la tela no necesita ser necesariamente del 100%, sino que ella es preferiblemente en una gran proporción con el fin de conseguir unos excelentes tacto estridente, 35 protuberancia, flexibilidad y ligereza.

Ejemplos

40 La presente invención se explicará ahora en detalle a través de los Ejemplos siguientes, que no son de modo alguno limitativo de la invención. Los parámetros de los Ejemplos se midieron mediante los métodos siguientes.

(1) *Viscosidad intrínseca*

45 Ésta se midió a 35°C usando orto-clorofenol como el disolvente.

(2) *Suavidad*

50 Se efectuó una evaluación organoléptica mediante el tacto con juicio de 3: suave y muy satisfactoria, 2: satisfactoria ó 1: áspera/dura e insatisfactoria.

(3) *Propiedad de anti-penetración*

55 Se midió el valor L, y se calculó el ΔL como el valor de L cuando se usa una lámina blanca menos el valor de L cuando se usa una lámina negra. Un valor más bajo se juzgó como una excelente propiedad de anti-penetración.

(4) *Permeabilidad al aire*

60 Ésta se midió de acuerdo con el Método de Permeabilidad al Aire A del Documento JIS L-1096-79-6-27, usando un aparato de ensayo de permeabilidad al aire del tipo Frazil.

(5) *Absorción de agua*

Ésta se midió mediante el “método Byrechk” del Documento JIS 1096.

65 (6) *Resistencia al desgaste*

Después de frotar 3000 veces con un Aparato de Abrasión Martindale, las telas que no exhibieron desgaste se juzgaron como buenas, y las que exhibieron desgaste se juzgaron como malas.

ES 2 323 458 T3

(7) Contenido en elemento titanio y contenido en elemento fósforo

Una muestra del poliéster en partículas se calentó hasta obtener una masa fundida sobre una placa de aluminio y a continuación se suministró a una presión de compresión y se conformó en un artículo de ensayo moldeado a nivel, y la muestra se suministró a un analizador de rayos X fluorescente Modelo 3270E de Rigaku Corp. para la medida del contenido en el elemento titanio y el contenido en el elemento fósforo.

(8) Valor (L^*-b^*)

La fibra de poliéster se tricotó a un tejido de punto tubular de 30 cm de longitud con una máquina de tricotar circular de calibre 12, después de lo cual se usó un dispositivo para la medida del color Macbeth COLOR EYE para la medida del valor L^* y del valor b^* , y se determinó la diferencia (L^*-b^*).

(9) Recuento de copos ($/10^6$ m)

Mediante colocación de 250 fibras de poliéster enrolladas en bobinas (o enrolladas en canillas) a través de una máquina de urdimbre equipada con detector de copos, los hilos se urdieron y se estiraron durante 42 horas a una velocidad de 400 m/min. La máquina de urdimbre se paraba periódicamente y se confirmaba visualmente la presencia de copos, y el recuento de copos totales confirmados se calculaba por 10^6 m de longitud de la hebra y se registró como el recuento de copos.

Ejemplo 1

Preparación del compuesto de titanio

Se preparó un matraz de tres bocas de 2 L equipado con una función que permite la mezcla y la agitación de los contenidos, se colocaron en el mismo 919 g de etilenglicol y 10 g de ácido acético, y después de agitar y mezclar, se añadió lentamente 71 g de tetrabutóxido de titanio para obtener una disolución (transparente) de un compuesto de titanio en etilenglicol. Esta disolución se denominará en lo sucesivo de forma abreviada la “disolución TB”. La concentración de átomos de titanio de la disolución era del 1,02%.

Preparación del compuesto de fósforo

Se preparó un matraz de tres bocas de 2 L equipado con una función que permite el calentamiento, la mezcla y la agitación de los contenidos, y se colocaron en el mismo 656 g de etilenglicol y se calentó a 100°C mientras que se agitaba. Al alcanzar los 100°C, se añadieron 34,5 g de fosfato de monolaurilo, y la mezcla se calentó, se mezcló y se agitó hasta su disolución para obtener una disolución transparente. Esta disolución se denominará en lo sucesivo de forma abreviada “disolución P1”.

Preparación del catalizador

A continuación, se añadieron lentamente 310 g de la disolución TB preparada a la disolución P1 (aproximadamente 690 g) bajo control del calentamiento a 100°C y con agitación, y a la adición de la cantidad total, se continuó la agitación durante 1 hora a una temperatura de 100°C hasta completar la reacción del compuesto de titanio y del compuesto de fósforo. La relación de mezcla de la disolución TB y de la disolución P1 era de 2,0 expresada como la relación molar de átomos de fósforo con respecto a los átomos de titanio. El producto obtenido mediante la reacción era insoluble en etilenglicol y estaba por lo tanto presente como un precipitado fino y turbio. Esta disolución se denominará en lo sucesivo de forma abreviada “catalizador TP1-2,0”.

Con el fin de analizar el precipitado de reacción obtenido, una parte de la disolución de reacción se filtró con un filtro de 5 μ de poro para obtener el producto de reacción precipitado como un sólido, y a continuación se lavó con agua y se secó. La concentración de elementos del producto de reacción precipitado obtenido se analizó mediante XMA, produciendo resultados de 12,0% de titanio, 16,4% de fósforo y una relación molar de átomos de fósforo de 2,1 con respecto a los átomos de titanio. El análisis mediante RMN en estado sólido produjo los resultados siguientes. La medida con C-13 CP/MAS (75,5 Hz de frecuencia) reveló la desaparición de los picos del desplazamiento químico derivados del butóxido a 14 ppm, 20 ppm y 36 ppm para el tetrabutóxido de titanio, mientras que la medida de P-31 DD/MAS (121,5 Hz de frecuencia) confirmó un nuevo pico de desplazamiento químico a 22 ppm no encontrado en el fosfato de monolaurilo convencional. Estos datos indican claramente que el precipitado obtenido bajo estas condiciones era un nuevo compuesto que resulta de la reacción del compuesto de titanio con el compuesto de fósforo.

Por separado, una suspensión preparada mediante mezcla de 179 partes en peso de ácido tereftálico de elevada pureza y 95 partes en peso de etilenglicol se suministró a un ritmo constante a un reactor que contiene ya 225 partes en peso de un oligómero mientras se agita en una atmósfera de nitrógeno bajo condiciones mantenidas a 255°C, presión normal, y la reacción de transesterificación se realizó durante 4 horas hasta su terminación mientras que se separaban del sistema el agua y el etilenglicol generados por la reacción. La tasa de esterificación era > 98% y el grado de polimerización del oligómero producido era de aproximadamente 5-7.

ES 2 323 458 T3

Después de transferir 225 partes en peso del oligómero obtenido mediante la reacción de transesterificación a un reactor de policondensación, 3,34 partes en peso del “catalizador TP1-2,0” producido anteriormente se cargó en el reactor como el catalizador de policondensación. La temperatura de reacción en el sistema se elevó desde 255°C a 280°C y la presión de reacción se redujo desde la presión atmosférica a 60 Pa en etapas, para la reacción de policondensación mientras que se separa del sistema el agua y el etilenglicol generado por la reacción.

La extensión de la reacción de policondensación se confirmó mientras que se controlaba la carga sobre la paleta de agitación en el sistema, y la reacción se suspendió cuando se alcanzó el grado de polimerización deseado. Durante la reacción, se añadió dióxido de titanio como un agente deslustrante en una cantidad de 2,5% en peso basado en el peso total del poliéster. A continuación el producto de reacción en el sistema se extruyó de manera continua en una hebra desde el puerto de vertido y a continuación se enfrió y se cortó para obtener gránulos granulares de aproximadamente 3 mm. La viscosidad intrínseca del poli(tereftalato de etileno) obtenido era de 0,62.

Los gránulos de poli(tereftalato de etileno) se hilaron en una hilera que tiene 36 aberturas de vertido produciendo cada una la forma de sección transversal de filamento único mostrada en la Figura 1 a una temperatura de hilado de 290°C, y después de la aplicación de un lubricante y de recogida del hilado a una velocidad de 3000 m/min, se efectuó el estirado, sin bobinado, a una temperatura de precalentamiento de 85°C, una temperatura de termofijación de 120°C y una relación de estirado de 1,67, y los filamentos se enrollaron a una velocidad de 5000 m/min para obtener multifilamentos que comprenden filamentos de sección transversal plana de acuerdo con la invención, con un tamaño de filamento único de 2,4 dtex y un tamaño global de la hebra de 86 dtex. Los multifilamentos obtenidos se tejieron, sin torsión de la urdimbre y de la trama, en un tejido con una densidad de tejido de 110 hebras/2,54 cm y a continuación se tiñeron mediante un método establecido, y la tela obtenida se evaluó mediante los métodos descritos anteriormente. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

Ejemplos 2-3, Ejemplo Comparativo 1

Se realizó el mismo procedimiento que en el Ejemplo 1, excepto que la hilera reemplazó a las aberturas de vertido para producir las formas mostradas en la Figura 1(b) y (c) y una forma de sección transversal de filamento único redonda. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

Ejemplo Comparativo 2

Se realizó el mismo procedimiento que en el Ejemplo 1, excepto que el catalizador de policondensación se cambió a una disolución de 1,3% de trióxido de antimonio en etilenglicol, la cantidad cargada era de 4,83 partes en peso, y se cambió después a 0,121 partes en peso de una disolución al 25% de fosfato de trimetilo en etilenglicol como un estabilizador. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

Ejemplo Comparativo 3

Se realizó el mismo procedimiento que en el Ejemplo 1, excepto que la disolución TB preparada en el Ejemplo 1 sólo se usó como el catalizador de policondensación, y la cantidad cargada era de 1,03 partes en peso. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

TABLA 1

	Ejemplo 1	Ejemplo 2	Ejemplo 3	Ejemplo Comp. 1	Ejemplo Comp. 2	Ejemplo Comp. 3
Forma de sección transversal	(a)	(b)	(c)	redonda	(b)	(b)
Lisura	3	3,7	4,5	-	3,7	3,7
Irregularidad	2	2	2	-	2	2
Suavidad	2	3	3	1	2	2
Tacto pegajoso	no	no	no	no	no	no
Anti-penetración (ΔL)	13,5	12,0	11,0	15,0	12,0	11,0
Permeabilidad al aire	2,0	1,2	1,1	6,8	1,2	1,5
Absorción de agua	50	55	50	20	55	50
Resistencia al desgaste	buena	buena	buena	buena	buena	mala
L*-b*	76	77	73	70	59	50
Copos (/10 ⁶ m)	0,04	0,05	0,05	0,05	2,70	0,80

ES 2 323 458 T3

Ejemplo 4

Después de cargar 0,009 partes en peso de titanato de tetra-n-butilo (TBT) en una mezcla de 100 partes en peso de tereftalato de dimetilo y 70 partes en peso de etilenglicol en un reactor de acero inoxidable capaz de soportar una reacción a presión, se efectuó la presurización a 0,07 MPa para la reacción de transesterificación mientras se incrementa la temperatura desde 140°C a 240°C, y a continuación se añadieron 0,035 partes en peso de fosfonoacetato de trietilo (TEPA) para terminar la reacción de transesterificación.

A continuación el producto de reacción se transfirió a un reactor de polimerización, la temperatura se elevó a 290°C, y la reacción de policondensación se efectuó bajo un vacío elevado de no más de 26,67 Pa para obtener poli(tereftalato de etileno). Durante la reacción, se añadió dióxido de titanio como un agente deslustrante en una cantidad de 2,5% en peso basado en el peso total del poliéster. La viscosidad intrínseca del poli(tereftalato de etileno) era de 0,62 y el contenido en dietilenglicol era del 1,5%. El poli(tereftalato de etileno) obtenido se granuló también mediante un método normal.

Los gránulos de poli(tereftalato de etileno) se hilaron de una hilera que tiene 36 aberturas de vertido produciendo cada una la forma de sección transversal de filamento único que se muestra en la Figura 1 a una temperatura de hilado de 290°C, y después de la aplicación de un lubricante y de recogida del hilo a una velocidad de 3.000 m/min, se efectuó el estirado, sin bobinado, a una temperatura de precalentamiento de 85°C, una temperatura de termo-fijación de 120°C y una relación de estirado de 1,67, y los filamentos se bobinaron a una velocidad de 5000 m/min para obtener multifilamentos que comprenden los filamentos de sección transversal plana de acuerdo con la invención, con un tamaño de filamento único de 2,4 dtex y un tamaño global de la hebra de 86 dtex. Los multifilamentos obtenidos se tejieron, sin torsión de la urdimbre ó de la trama, en un tejido de tafetán con una densidad de tejido de 110 hebras/2,54 cm. y a continuación se tiñeron mediante un método establecido, y la tela obtenida se evaluó mediante los métodos descritos anteriormente. Los resultados se muestran en la Tabla 2.

Ejemplos 5-6, Ejemplo Comparativo 4

Se realizó el mismo procedimiento que en el Ejemplo 4, excepto que la hilera reemplazó a las aberturas de vertido para producir las formas que se muestran en las Figuras 1(b) y (c) y una forma de sección transversal de monofilamento redonda. Los resultados se muestran en la Tabla 2.

Ejemplo Comparativo 5

Después de cargar 0,064 partes en peso de monohidrato de acetato de calcio en una mezcla de 100 partes en peso de tereftalato de dimetilo y 70 partes en peso de etilenglicol en un reactor de acero inoxidable capaz de soportar una reacción a presión, se efectuó la presurización a 0,07 MPa para la reacción de transesterificación mientras se incrementa la temperatura desde 140°C a 240°C, y a continuación se añadieron 0,044 partes en peso de una disolución acuosa de ácido fosfórico del 56% en peso para terminar la reacción de transesterificación.

A continuación el producto de reacción se transfirió a un reactor de polimerización, se añadió trióxido de diantimonio en la cantidad que se muestra en la Tabla, la temperatura se elevó a 290°C, y la reacción de policondensación se efectuó en un vacío elevado de no más de 26,67 Pa para obtener poli(tereftalato de etileno). Durante la reacción, se añadió dióxido de titanio de la misma manera que en el Ejemplo 4. El poli(tereftalato de etileno) se granuló también mediante un método normal.

Se realizó el mismo procedimiento que en el Ejemplo 4 excepto que se usaron esos gránulos de poli(tereftalato de etileno). Los resultados se muestran en la Tabla 2.

(Tabla pasa a página siguiente)

ES 2 323 458 T3

TABLA 2

5		Ejemplo 4	Ejemplo 5	Ejemplo 6	Ejemplo Comp. 4	Ejemplo Comp. 5	
	Compuesto de Ti	Tipo	TBT	TBT	TBT	-	
10		Contenido (% mmol)	5	5	5	5	-
	Compuesto de P	Tipo	TEPA	TEPA	TEPA	TEPA	
15		Contenido (% mmol)	30	30	30	30	-
	Compuesto de Sb	Tipo	-	-	-	Sb ₂ O ₃	
20		Contenido (% mmol)	-	-	-	-	31
	P/Ti		6	6	6	6	-
	P + Ti		35	35	35	35	-
25	Forma de sección transversal		(a)	(b)	(c)	redonda	(b)
	Lisura		3	3,7	4,5	-	3,7
	Irregularidad		2	2	2	-	2
30	Suavidad		2	3	3	1	2
	Tacto pegajoso		no	no	no	no	no
	Anti-penetración (ΔL)		13,0	12,3	11,2	16,5	12,0
35	Permeabilidad al aire		2,1	1,4	1,2	7,0	1,2
	Absorción de agua		52	57	52	16	55
40	Resistencia al desgaste		buena	buena	buena	buena	buena
	L*-b*		78	78	74	71	58
	Copos (/10 ⁶ m)		0,03	0,04	0,02	0,04	3,10

La presente invención se explicará ahora adicionalmente mediante los Ejemplos 7-12 y los Ejemplos Comparativos 6-7. Los parámetros de estos Ejemplos y de los Ejemplos Comparativos se midieron mediante los métodos siguientes.

(1) *Cristalinidad*

Ésta se determinó mediante difracción de rayos X de ángulo amplio. Se usó un emisor de rayos X (Rotorflex Ru-200) de Rigaku Corp para la medida de la intensidad de dispersión de rayos Cu- α monocromatizados con un filtro de níquel, y la cristalinidad se calculó mediante la fórmula siguiente.

$$\text{Cristalinidad} = \text{intensidad de dispersión de la parte cristalina} / \text{intensidad de dispersión total} \times 100 (\%)$$

(2) *Relación de contracción en agua en ebullición*

Se preparó una madeja con 20 vueltas usando un carrete de apresto con un perímetro de bastidor de 1,125 m, y después de aplicar una carga de 0,022 cN/dtex, la madeja se colgó sobre una tabla delgada y se midió la longitud inicial de la madeja L₀. A continuación, la madeja se trató durante 20 minutos en un baño de agua caliente a 65°C y a continuación se enfrió y se colgó de nuevo sobre una tabla delgada, tras lo cual se midió la longitud L después de la contracción, y se calculó la relación de contracción en agua en ebullición mediante la fórmula siguiente.

$$\text{Relación de contracción en agua en ebullición} = (L_0 - L) / L_0 \times 100 (\%)$$

ES 2 323 458 T3

(3) *Coficiente de protrusión*

Se tomó una micrografía de sección transversal del multifilamento de poliéster, y se midieron la longitud (a_1) desde el centro de un círculo inscrito en la pared interior de una sección transversal de fibra única al extremo de la aleta y el radio (b_1) del círculo inscrito en la pared interior de la sección transversal de la fibra, y el coeficiente de protrusión se calculó mediante la fórmula siguiente:

$$\text{Coeficiente de protrusión} = (a_1 - b_1) / a_1$$

(4) *Contenido en el elemento titanio y contenido en el elemento fósforo*

Se calentó una muestra del poliéster en partículas hasta obtener una masa fundida sobre una placa de aluminio y a continuación se suministró a una prensa de compresión y se conformó en un artículo de ensayo moldeado a nivel, y la muestra se suministró a un analizador de rayos X fluorescente Modelo 1270E de Rigaku Corp. para la medida del contenido en el elemento titanio y del contenido en el elemento fósforo.

(5) *Altura de la acumulación en la hilera*

Después del hilado en masa fundida con el método y las condiciones descritas en cada Ejemplo, se sopló un agente de liberación en la superficie de la hilera, la hilera se separó mientras que se evitaba la adhesión del polímero vertido, y se midió la altura de la acumulación en la hilera que se había adherido y acumulado alrededor de la abertura de vertido usando un microscopio. Se midieron las alturas de la acumulación en la hilera de todas las aberturas de vertido, y se registró su valor medio.

(6) *Rotura del hilo para hilar (%)*

Se registró el número de roturas del hilo para hilar durante la operación de la máquina de hilar, excluyendo las roturas del hilo debidas a factores artificiales o mecánicos y la rotura del hilo para hilar se calculó mediante la fórmula siguiente:

$$\text{Rotura del hilo para hilar (\%)} = [\text{número de roturas del hilo} / (\text{número de bobinadoras en operación} \times \text{número de mudadas})] \times 100$$

En la presente invención, el número de mudadas es el número de veces que la bobina de hilo sin estirar se enrolló para un peso preestablecido (10 kg.).

(7) *Rotura del hilo de trabajo*

Una bobina de multifilamentos de poliéster enrollado de 10 kg se sometió a estirado-falsa torsión usando una máquina de estirado-falsa torsión SDS-8 de Scragg Co. para preparar dos bobinas de hilo de falsa torsión de poliéster bobinado de 5 kg, se registró el número de roturas del hilo durante la operación, y la rotura del hilo de trabajo se calculó mediante la fórmula siguiente:

$$\text{Rotura del hilo de trabajo} = \text{Número de roturas del hilo} / (\text{número de husillos en operación} \times 2) \times 100$$

(8) *Copos de trabajo*

Se usó un contador de copos DT-104 de Toray Co., Ltd. para determinar el recuento de copos generados en el hilo de falsa torsión tras 20 minutos de medida continua a una velocidad de 50 m/min.

(9) *Tacto de la tela*

El hilo de estirado-falsa torsión se retorció a 600 vueltas/m y se usó como el hilo de urdimbre y de trama para preparar una tela de tejido de sarga. A continuación la tela se sometió a un tratamiento de lavado y relajación a 100°C, y un tratamiento de preñado térmico en seco a 180°C durante 45 segundos, un tratamiento de reducción con álcali del 15% y de tinción a 130°C durante 30 minutos y de secado natural, después de lo cual el fijado final se efectuó a 170°C durante 45 segundos para preparar una tela tejida. La tela se evaluó para determinar su tacto por un examinador y se graduó de acuerdo con la siguiente escala.

Nivel 1: Natural, tacto seco

Nivel 2: Carente de algo de tacto seco

Nivel 3: Liso, semejante al papel.

ES 2 323 458 T3

(10) Propiedad de absorción de agua/secado rápido (índice de absorción en mecha)

El índice usado para la absorción de agua y de comportamiento de secado rápido era el número de segundos hasta que las gotitas de agua dejadas caer no eran reflejadas por más tiempo desde la superficie de una tela de ensayo fabricada a partir de hilo de poliéster de falsa torsión (índice de absorción en mecha), basado en el método 5.1.1 Speed of Water Absorption (velocidad de absorción de agua) (método de goteo) en el método de ensayo de absorción de agua para los productos de fibra de acuerdo con el Documento JIS L1907. L_{10} representa el índice de absorción en mecha (segundos) después de lavar 10 veces mediante el método del Documento JIS L0844-A-2.

(11) Valor ($L^* \cdot b^*$)

La fibra de poliéster se tejió en un tejido de punto tubular de 30 cm de largo en un telar de género de punto circular de calibre 12, después de lo cual se usó un colorímetro diferencial tipo Hunter CR-200 de Minolta para la medida del valor L^* y del valor b^* , y se determinó la diferencia ($L^* \cdot b^*$).

Ejemplos 7-9

La preparación de un compuesto de titanio, un compuesto de fósforo y la producción de un oligómero se realizaron de la misma manera que en el Ejemplo 1.

Después de transferir 225 partes en peso del oligómero obtenido a un reactor de policondensación, se cargaron 3,34 partes en peso del "catalizador TP1-2,0" producido anteriormente como el catalizador de policondensación. A continuación se elevó la temperatura de reacción en el sistema desde 225°C a 280°C y la presión de reacción se bajó desde la presión atmosférica a 60 Pa en etapas, para la reacción de policondensación mientras que se separan fuera del sistema el agua y el etilenglicol generados en la reacción.

La extensión de la reacción de policondensación se confirmó mientras que se controlaba la carga sobre las palas de agitación del sistema, y la reacción se suspendió cuando se alcanzó el grado de polimerización deseado. A continuación el producto de reacción en el sistema se extruyó de manera continua en una hebra desde el puerto de vertido y a continuación se enfrió y se cortó para obtener gránulos granulares de aproximadamente 3 mm. La viscosidad intrínseca del poli(tereftalato de etileno) obtenido era de 0,630.

Por separado, se preparó de antemano una hilera basada en un tipo de abertura de vertido con la forma de la abertura de vertido que se muestra en la Figura 4, que tiene 24 grupos de aberturas de vertido cada una que consisten en una abertura de vertido redonda que forma núcleo (b_2 en la Figura 4) con un radio de 0,15 mm y aberturas de vertido formadoras de aletas con una anchura de ranura de 0,10 mm y una longitud de 0,88 mm desde el centro de la abertura de vertido redonda hasta el extremo (a_2 en la Figura 4) en el número que se muestra en la Tabla 1, y se incorporó en un devanador de hilado y se empaquetó en un bloque de hilado. Los gránulos de poli(tereftalato de etileno) antes mencionados se secaron a 150°C durante 5 horas y a continuación se fundieron con un aparato de hilado en masa fundida equipado con un extrusor de tipo husillo, se introdujo en el bloque de hilado a 295°C, y se extruyó desde la hilera a una velocidad de vertido de 40 g/min. A continuación, se sopló aire de enfriamiento a 25°C en el flujo de polímero en una proporción de 5 m³ N/min desde una pila de hilado del tipo de flujo transversal con una longitud de 60 cm situada con su parte superior 10 cm por debajo del plano de vertido de la hilera, para su enfriamiento y solidificación, después de lo cual se aplicó un lubricante de hilado y el filamento se bobinó a una velocidad de 3000 m/min para obtener filamentos de poli(tereftalato de etileno) que tienen cada uno la cristalinidad, relación de contracción en agua en ebullición, número de aletas y coeficiente de protrusión que se muestran en la Tabla 3. Este procedimiento de hilado en masa fundida se realizó de manera continua durante 7 días.

Los filamentos de poli(tereftalato de etileno) obtenidos se suministraron a una máquina de estirado-falsa torsión SDS-8 de Scragg Co., (unidad de estirado-falsa torsión de disco de triple eje, 216 husillos), para el estirado-falsa torsión en una relación de estirado de 1,65, una temperatura del calentador de 175°C, un número de torsiones o vueltas de 3300/m y una velocidad de estirado-falsa torsión de 600 m/min, para obtener hilo de estirado-falsa torsión de poli(tereftalato de etileno) con un tamaño de 84 dtex. Los valores de absorción en mecha (L_0 y L_{10}), los tactos de la tela, las roturas del hilo en el trabajo y los recuentos de copos en el trabajo para los Ejemplos 1-3 y el Ejemplo Comparativo 1 se resumen en la Tabla 3.

Ejemplo Comparativo 6

Se realizó el mismo procedimiento que en el Ejemplo 8, excepto que el catalizador de policondensación se cambió a una disolución al 1,3% de trióxido de antimonio en etilenglicol, la cantidad que se cargó era de 4,83 partes en peso, y además se cargó 0,121 partes en peso de una disolución al 25% de fosfato de trimetilo en etilenglicol como un estabilizador. Los resultados se muestran en la Tabla 3.

ES 2 323 458 T3

TABLA 3

	Ejemplo 7	Ejemplo 8	Ejemplo 9	Ejemplo Comparativo 6
Catalizador de polimerización	Producto de reacción de tetrabutóxido de titanio y fosfato de monolaurilo	Producto de reacción de tetrabutóxido de titanio y fosfato de monolaurilo	Producto de reacción de tetrabutóxido de titanio y fosfato de monolaurilo	Sb ₂ O ₃
Proporción de mezcla de compuesto de titanio y de compuesto de fósforo en el catalizador de polimerización ^{*1}	2,0	2,0	2,0	-
Número de aletas	3	4	6	4
Coefficiente de protrusión	0,51	0,48	0,48	0,48
Cristalinidad (%)	21	22	22	20
Relación de contracción en agua en ebullición (%)	59	56	55	57
Valor de la absorción en mecha L ₀ (s) L ₁₀ (s)	0 10	0 3	0 7	0 11
Altura de la acumulación en la hilera después de 7 días de hilado (µm)	3,0	2,5	3,7	89
Roturas del hilo de hilado durante 7 días	0,3	0,5	1,0	5,4
Recuento de copos (/10 ⁴ m)	2	3	1	31
Roturas del hilo de estirado-falsa torsión (%)	3,2	3,4	4,2	25,4
(L*-b*)	88	97	95	92
Graduación del tacto de la tela	Nivel 1	Nivel 1	Nivel 1	Nivel 1

*1: Relación molar de átomos de fósforo con respecto a los átomos de titanio

Ejemplos 10-11

Después de cargar 0,009 partes en peso de titanato de tetra-n-butilo (TBT) en una mezcla de 100 partes en peso de tereftalato de dimetilo y 70 partes en peso de etilenglicol en un reactor de acero inoxidable capaz de soportar una reacción a presión, se efectuó la presurización a 0,07 MPa para la reacción de transesterificación mientras se incrementa la temperatura desde 140°C a 240°C, y a continuación se añadió 0,035 partes en peso de fosfonoacetato de trietilo (TEPA) para terminar la reacción de transesterificación.

A continuación el producto de reacción se transfirió a un reactor de polimerización, la temperatura se elevó a 290°C y la reacción de policondensación se efectuó en un vacío elevado de no más de 26,67 Pa para obtener poli(tereftalato de etileno) con una viscosidad intrínseca de 0,630 y un contenido en dietilenglicol del 1,5%. El poli(tereftalato de etileno) obtenido se granuló a continuación de acuerdo con un método normal.

Por separado, se preparó de antemano una hilera basada en un tipo de abertura de vertido con la forma de la abertura de vertido que se muestra en la Figura 4, que tiene 24 grupos de aberturas de vertido cada una que consisten

ES 2 323 458 T3

en una abertura de vertido redonda que forma núcleo (b_2 en la Figura 4) con un radio de 0,15 mm y aberturas de vertido formadoras de aletas con una anchura de ranura de 0,10 mm y una longitud de 0,88 mm desde el centro de la abertura de vertido redonda hasta el extremo (a_2 en la Figura 4) en el número que se muestra en la Tabla 1, y se incorporó en un devanador de hilado y se empaquetó en un bloque de hilado. Los gránulos de poli(tereftalato de etileno) antes mencionados se secaron a 150°C durante 5 horas y a continuación se fundieron con un aparato de hilado en masa fundida equipado con un extrusor tipo husillo, se introdujo en el bloque de hilado a 295°C y se extruyó desde la hilera a una velocidad de vertido de 40 g/min. A continuación, se sopló aire de enfriamiento a 25°C en el flujo de polímero en una proporción de 5 m³ N/min desde una pila de hilado del tipo de flujo transversal con una longitud de 60 cm situada con su parte superior 10 cm por debajo del plano de vertido de la hilera, para su enfriamiento a solidificación, después de lo cual se aplicó un lubricante de hilado y el filamento se bobinó a una velocidad de 3000 m/min para obtener filamentos de poli(tereftalato de etileno) que tienen cada uno la cristalinidad, relación de contracción en agua en ebullición, número de aletas y coeficiente de protrusión que se muestran en la Tabla 4. Este procedimiento de hilado en masa fundida se realizó de manera continua durante 7 días.

Los filamentos de poli(tereftalato de etileno) obtenidos se suministraron a una máquina de estirado-falsa torsión SDS-8 de Scragg Co., (unidad de falsa torsión de disco de triple eje, 216 husillos), para el estirado-falsa torsión en una relación de estirado de 1,65, una temperatura del calentador de 175°C, un número de torsiones o vueltas de 3300/m y una velocidad de estirado-falsa torsión de 600 m/min, para obtener hilo de estirado-falsa torsión de poli(tereftalato de etileno) con un tamaño de 84 dtex. Los valores de absorción en mecha (L_0 y L_{10}), los tactos de la tela, las roturas del hilo en el trabajo y los recuentos de copos en el trabajo para los Ejemplos 1-3 y el Ejemplo Comparativo 1 se resumen en la Tabla 4.

Ejemplo Comparativo 7

Después de cargar 0,064 partes en peso de monohidrato de acetato de calcio en una mezcla de 100 partes en peso de tereftalato de dimetilo y 70 partes en peso de etilenglicol en un reactor de acero inoxidable capaz de soportar una reacción a presión, se efectuó la presurización a 0,07 MPa para la reacción de transesterificación mientras se incrementa la temperatura desde 140°C a 240°C, y a continuación se añadieron 0,044 partes en peso de una disolución acuosa de ácido fosfórico del 56% en peso para terminar la reacción de transesterificación.

A continuación el producto de reacción se transfirió a un reactor de polimerización, se añadió trióxido de diantimonio en la cantidad que se muestra en la Tabla, la temperatura se elevó a 290°C y la reacción de policondensación se efectuó en un vacío elevado de no más de 26,67 Pa para obtener poli(tereftalato de etileno) con una viscosidad intrínseca de 0,630. El poli(tereftalato de etileno) se granuló a continuación mediante un método normal.

Se realizó el mismo procedimiento que en el Ejemplo 2 excepto que se usaron gránulos de poli(tereftalato de etileno). Los resultados se muestran en la Tabla 4.

(Tabla pasa a página siguiente)

ES 2 323 458 T3

TABLA 4

5		Ejemplo 10	Ejemplo 11	Ejemplo 12	Ejemplo Comp. 7	
	Compuesto de Ti	Tipo	TBT	TBT	TBT	-
		Contenido (% mmol)	5	5	5	-
10	Compuesto de P	Tipo	TEPA	TEPA	TEPA	-
		Contenido (% mmol)	30	30	30	-
15	Compuesto de Sb	Tipo	-	-	-	Sb ₂ O ₃
		Contenido (% mmol)	-	-	-	31
	P/Ti		6	6	6	-
20	P + Ti		35	35	35	-
	Número de aletas		3	4	6	4
	Coeficiente de protrusión		0,51	0,48	0,48	0,48
25	Cristalinidad (%)		24	25	25	20
	Relación de contracción en agua en ebullición (%)		53	52	52	57
30	Valor de la absorción en mecha					
		L ₀ (s)	0	0	0	0
		L ₁₀ (s)	8	4	6	11
35	Altura de la acumulación en la hilera después de 7 días de hilado (µm)		5,4	3,6	8,1	89
	Roturas del hilo de hilado durante 7 días		1,4	0,3	2,5	5,4
	Recuento de copos (/10 ⁴ m)		1	1	0	31
40	Roturas del hilo de estirado-falsa torsión (%)		3,5	3,9	4,0	25,4
	(L*-b*)		90	96	91	88
45	Graduación del tacto de la tela		Nivel 1	Nivel 1	Nivel 1	Nivel 1

La presente invención se explicará ahora mediante los Ejemplos 13-34 y los Ejemplos Comparativos 8-11. Los parámetros para estos Ejemplos y los Ejemplos Comparativos se midieron mediante los métodos siguientes.

(1) *Forma de la sección transversal de los filamentos*

La superficie de la sección transversal del núcleo (S_A) y el diámetro (D_A) y la superficie de la sección transversal de la aleta (S_B) y la longitud máxima y la anchura máxima (W_B) se determinaron mediante observación de una fotografía con una ampliación de 3000x de la sección transversal del filamento antes de la reducción con álcali.

(2) *Propiedad de hilado*

El hilado se realizó de manera continua durante 8 horas, y se juzgó como "A" si no se produjo absolutamente ninguna rotura del hilo, "B" si se produjo una única rotura del filamento (copos) y "C" si se produjo la rotura del hilo.

ES 2 323 458 T3

(3) Separación de la aleta (S)

El número de aletas separadas se determinó mediante observación de una fotografía con una ampliación de 1000x del filamento después del tratamiento de reducción con álcali, y las tasas de separación S(%) de las aletas en la parte de la capa superficial del filamento y la parte del centro se calcularon mediante la fórmula siguiente.

$$S(\%) = (\text{número de aletas separadas/número total de aletas}) \times 100.$$

(4) Tacto de la tela tejida/tricotada

La propiedad de volumen, tacto suave y drapeado de la tela tejida o tricotada se asignaron mediante una evaluación organoléptica global sobre una escala de A (muy buena) a E (mala).

(5) Parámetro de compatibilidad χ

Los parámetros de solubilidad δ_a y δ_b del poliéster y del compuesto en la separación en microfasas con el poliéster se determinaron a partir de sus solubilidades en diferentes disolventes, y se determinó χ mediante la fórmula siguiente.

$$\chi = (V_a/RT)(\delta_a - \delta_b)^2$$

(en la que V_a representa el volumen molar (cm^3/mol) del poliéster, R representa la constante de los gases ($\text{J/mol} \cdot \text{K}$), T representa la temperatura absoluta (K) y δ_a y δ_b representan los parámetros de solubilidad ($\text{J}^{1/2}/\text{cm}^{3/2}$) del poliéster y del compuesto, respectivamente).

(6) Altura de la acumulación en la hilera

Después del hilado en masa fundida con el método y las condiciones descritas en cada Ejemplo, se sopló un agente de liberación dentro de la superficie de la hilera, la hilera se separó mientras que se evitaba la adhesión del polímero vertido, y se midió la altura de la acumulación en la hilera que se había adherido y acumulado alrededor de la abertura de vertido usando un microscopio. Se midieron las alturas de la acumulación en la hilera de todas las aberturas de vertido, y se registró su valor medio.

Ejemplos 13-21

A una mezcla agitada de 919 g de etilenglicol y 10 g de ácido acético se añadieron 71 g de tetrabutóxido de titanio para obtener una solución (transparente) de un compuesto de titanio en etilenglicol. A continuación, después de añadir 34,5 g de fosfato de monolaurilo a 656 g de etilenglicol se calentó y se agitó a 100°C, el calentamiento y la agitación se continuó hasta la disolución de la mezcla para obtener una disolución transparente.

A continuación, ambas disoluciones se mezclaron mediante agitación a 100°C y después de añadir las cantidades totales, la mezcla que se obtiene se agitó a una temperatura de 100°C durante 1 hora para obtener una disolución turbia. La relación de mezcla de las dos disoluciones se ajustó para una relación molar de átomo de fósforo de 2,0 con respecto a los átomos de titanio. El precipitado blanco obtenido se separó por filtración y a continuación se lavó con agua y se secó como el catalizador de polimerización.

Una suspensión preparada mediante mezcla de 179 partes en peso de ácido tereftálico de elevada pureza y 95 partes en peso de etilenglicol se suministró a un ritmo constante dentro de un reactor capaz de contener 225 partes en peso de un oligómero mientras se agita en una atmósfera de nitrógeno manteniendo condiciones de 255°C, presión normal, y la reacción de esterificación se efectuó durante mientras que se separaban del sistema por destilación el agua y el etilenglicol generados por la reacción. La tasa de esterificación era $\geq 98\%$ y el grado de polimerización del oligómero producido era de aproximadamente 5-7.

Después de transferir 225 partes en peso del oligómero obtenido mediante la reacción de esterificación dentro de un reactor de policondensación, 3,34 partes en peso del catalizador preparado anteriormente se cargó en él como el catalizador de policondensación y se añadió y mezcló con el mismo un compuesto para la separación en microfasas con el poliéster, después de lo cual la presión de reacción se redujo adicionalmente a 1 mm de Hg para la polimerización de acuerdo con el método normal descrito más adelante, y los gránulos se cortaron para obtener partículas de poli(tereftalato de etileno) con una viscosidad intrínseca de 0,63 (en adelante denominados "virutas de poli(tereftalato de etileno)"). Los compuestos añadidos y mezclados, los valores de χ de los compuestos y sus cantidades de adición se muestran en la Tabla 5.

ES 2 323 458 T3

Estas virutas de poli(tereftalato de etilo) se vertieron en masa fundida a 275°C desde una hilera provista con 24 conjuntos de aberturas de vertido que tienen la forma que se muestra en la Figura 6B, y el enfriamiento se efectuó en una pila de hilado de soplado transversal mientras que se juntan los núcleos y aletas obtenidos, seguido de su bobinado a una velocidad de 1000 m/min.

5

El hilo de filamento bobinado se sometió a un tratamiento térmico de estirado en una relación de estirado de 2,55 usando una máquina de estirado equipada con un rodillo caliente a 90°C y un calentador de ranura a 150°C, para obtener hilo de 60 dtex/24 filamentos.

10

El hilo de filamentos obtenido se conformó en una tela de tricotado tubular de calibre 20, y la tela tricotada tubular se calentó a ebullición durante 20 minutos en una disolución acuosa de hidróxido de sodio de 40 g/litro para un tratamiento de reducción con álcali.

15

La propiedad de hilado, la altura de la acumulación en la hilera, el tacto de la tela, etc. para cada Ejemplo se muestran en la Tabla 5.

Ejemplos Comparativos 8, 9

20

Se produjeron virutas de poli(tereftalato de etileno) de la misma manera que en los Ejemplos 15 y 18, excepto por el uso de trióxido de antimonio como catalizador de polimerización, y estas virutas se usaron para producir hilo de filamento para los Ejemplos Comparativos 8 y 9. La propiedad de hilado, la altura de la acumulación en la hilera, el tacto de la tela, etc. para cada Ejemplo se muestran en la Tabla 5.

25

(Tabla pasa a página siguiente)

30

35

40

45

50

55

60

65

Tabla 5

	Compuesto	X	Cantidad añadida (% en peso)	Número de aletas	S _B /S _A	L _B /D _A	W _B /D _A	Propiedad de hilado	Altura de la acumulación (μm)	Separación de aletas		Tacto de la tela
										Sección superficial (%)	Sección central	
Ejemplo 13	PEG	0,08	3,0	4	1/4	1,0	1/5	A	12	62	44	B
Ejemplo 14	PEG	0,08	3,0	6	1/4	0,8	1/5	A	9	66	47	A
Ejemplo 15	PEG injertado con C ₁₆ H ₃₁	0,25	3,0	4	1/4	1,0	1/5	A	10	72	51	A
Ejemplo 16	Copolímero PE (30)-PMMA (70)	0,33	3,0	4	1/4	1,0	1/5	A	13	78	59	A
Ejemplo 17	Copolímero PE (90)-PMMA (10)	1,3	3,0	4	1/4	1,0	1/5	A	12	89	68	A
Ejemplo 18	PE	2,2	3,0	4	1/4	1,0	1/5	A	14	70	52	B
Ejemplo 19	PMMA	2,3	3,0		1/4	1,0	1/5	A	21	71	54	B
Ejemplo 20	PEG injertado con C ₁₆ H ₃₁	0,25	0,3	4	1/4	1,0	1/5	A	17	63	41	B
Ejemplo 21	PEG injertado con C ₁₆ H ₃₁	0,25	4,0	4	1/4	1,5	1,4	A	15	79	60	A
Ejemplo Comp. 8	PEG injertado con C ₁₆ H ₃₁	0,25	3,0	4	1/4	1,0	1/5	B	55	70	53	A
Ejemplo Comp. 9	PE	2,2	3,0	4	1/4	1,0	1/5	C	61	71	53	B

ES 2 323 458 T3

Ejemplos 22, 23

Para el Ejemplo 22, el hilo de filamento A obtenido en el Ejemplo 15 y un hilo B de 40 dtex/18 filamentos obtenido mediante vertido en masa fundida de virutas de poli(tereftalato de etileno) de una hilera provista de 18 conjuntos de aberturas de vertido planas ($L/D = 5$), se bobinaron a 1500 m/min y a continuación se estiraron a una temperatura de precalentamiento de 90°C y una relación de estirado de 2,7, se entrelazaron con una tobera de entrelazamiento a una presión de aire de 1,5 Kg/cm² y una relación de sobrealimentación del 1,5%, para producir hilo de filamento combinado.

Este hilo de filamento combinado se sometió a torsión en S300T/M y se usó como hilo de urdimbre e hilo de trama para el tejido de una tela tejida habutae (tejido de seda). Después del tratamiento de relajación, la tela se sometió a su fijado térmico y a continuación se sometió al tratamiento de reducción con álcali del 20%. La Tabla 6 muestra las relaciones de contracción y la relación de combinación para el hilo de filamento A y el hilo de filamento B, así como también la separación de aletas en la tela tejida y el tacto de la tela.

Para el Ejemplo 23, virutas de poli(tereftalato de etileno) con una viscosidad intrínseca de 0,64 que contienen óxido de titanio en una cantidad del 0,05% en peso como un agente deslustrante se vertieron en masa fundida a 275°C desde una hilera provista con 24 conjuntos de aberturas de vertido teniendo cada una la forma que se muestra en la Figura 6B, y el enfriamiento se efectuó en una pila de hilado de soplado transversal mientras se juntan los núcleos y las aletas vertidos, seguido de su bobinado a una velocidad de 2500 m/min, y después del subsiguiente estirado a una temperatura de precalentamiento de 90°C y una relación de estirado de 1,8, se realizó el tratamiento de relajación térmica usando un calentador sin contacto a 150°C con una tasa de sobrealimentación de 2% para obtener un hilo A de 60 dtex/24 filamentos.

Por separado, las virutas de poli(tereftalato de etileno) se vertieron en masa fundida desde una hilera que tiene 18 aberturas de vertido redondas, se bobinaron a 1500 m/min y se estiraron a una temperatura de precalentamiento de 90°C y una relación de estirado de 3,0 para obtener un hilo B de 40 dtex/18 filamentos.

El hilo de filamento A y el hilo de filamento B se combinaron y se usaron para su tejido y el tratamiento de reducción con álcali mediante el mismo método que en el Ejemplo 23.

La Tabla 6 muestra las relaciones de contracción y la relación de combinación del hilo de filamento A y del hilo de filamento B obtenidos en los Ejemplos 22 y 23, así como también la separación de aletas en la tela tejida que se obtiene y el tacto de la tela. La relación de combinación es la relación de hilo de filamento A combinado con respecto al hilo de filamento combinado completo (peso del hilo de filamento A + peso del hilo de filamento B).

TABLA 6

	Filamento A			Filamento B	Separación de aletas		Tacto de la tela
	Relación de contracción en agua en ebullición (%)	Relación de contracción en calentamiento en seco (%)	Relación de combinación (%)	Relación de contracción en agua en ebullición (%)	Sección de la capa superficial (%)	Sección central (%)	
Ejemplo 22	8	0,5	60	8	53	38	B
Ejemplo 23	6	-5	54	6	52	37	A

Ejemplos 24-32

Después de cargar 0,009 partes en peso de titanato de tetra-n-butilo (TBT) en una mezcla de 100 partes en peso de tereftalato de dimetilo y 70 partes en peso de etilenglicol en un reactor de acero inoxidable capaz de soportar una reacción a presión, se efectuó la presurización a 0,07 MPa para la reacción de transesterificación mientras se incrementa la temperatura desde 140°C a 240°C, y a continuación se añadieron 0,035 partes en peso de fosfonoacetato de trietilo (TEPA) para terminar la reacción de transesterificación. En este Ejemplo, $M_p/M_{Ti} = 3$, y $M_p + M_{Ti} = 35$.

A continuación el producto de reacción se transfirió a un reactor de polimerización, la temperatura se elevó a 290°C, y la reacción de policondensación se efectuó en un vacío elevado de no más de 26,67 Pa para obtener poli(tereftalato de etileno) que tiene una viscosidad intrínseca de 0,63 y un contenido en dietilenglicol del 1,5%. El poli(tereftalato de etileno) obtenido se conformó en virutas mediante un método normal.

ES 2 323 458 T3

Las virutas de poli(tereftalato de etileno) se vertieron en masa fundida a 275°C desde una hilera provista con 24 conjuntos de aberturas de vertido que tienen la forma que se muestra en la Figura 6B, y el enfriamiento se efectuó en una pila de hilado de soplado transversal mientras que se juntan los núcleos y las aletas obtenidos, seguido de su bobinado a una velocidad de 1000 m/min.

5

El hilo de filamento bobinado se sometió a un tratamiento térmico de estirado en una relación de estirado de 2,55 usando una máquina de estirado equipada con un rodillo caliente a 90°C y un calentador de ranura a 150°C, para obtener un hilo de 60 dtex/24 filamentos.

10

El hilo de filamento obtenido se conformó en una tela de tricotado tubular de calibre 20, y la tela de tricotado tubular se calentó a ebullición durante 20 minutos en una disolución acuosa de hidróxido de sodio de 40 g/litro para un tratamiento de reducción con álcali.

15

La propiedad de hilado, la altura de la acumulación en la hilera, el tacto de la tela, etc. para cada Ejemplo se muestran en la Tabla 7.

Ejemplos Comparativos 10, 11

20

Después de cargar 0,064 partes en peso de monohidrato de acetato de calcio en una mezcla de 100 partes en peso de tereftalato de dimetilo y 70 partes en peso de etilenglicol en un reactor de acero inoxidable capaz de soportar una reacción a presión, se efectuó la presurización a 0,07 MPa para la reacción de transesterificación mientras se incrementa la temperatura desde 140°C a 240°C, y a continuación se añadieron 0,044 partes en peso de una disolución acuosa de ácido fosfórico del 56% en peso para terminar la reacción de transesterificación.

25

A continuación el producto de reacción se transfirió a un reactor de polimerización, se añadió trióxido de diantimonio en la cantidad que se muestra en la Tabla, la temperatura se elevó a 290°C, y la reacción de policondensación se efectuó en un vacío elevado de no más de 26,67 Pa para obtener poli(tereftalato de etileno). El poli(tereftalato de etileno) obtenido se conformó en virutas mediante un método normal.

30

El hilo de filamento se produjo de la misma manera que en los Ejemplos 26 y 29, excepto por el uso de las virutas de poli(tereftalato de etileno) antes mencionadas, y estas se usaron para los Ejemplos Comparativos 10 y 11. La propiedad de hilado, la altura de la acumulación en la hilera, el tacto de la tela, etc. para cada Ejemplo se muestran en la Tabla 7.

35

(Tabla pasa a página siguiente)

40

45

50

55

60

65

Tabla 7

Ejemplo	Compuesto	Compuesto de Ti		Compuesto de P		Compuesto de Sb		X	Cantidad de adición % en peso	Número de aletas	S _p /S _A	L _p /D _A	W _p /D _A	Propiedad de hilado	Altura de la acumulación μm	Separación de aletas		Tacto de la tela
		Tipo	Contenido % en moles	Tipo	Contenido % en moles	Tipo	Contenido % en moles									Sección de la capa superficial %	Sección central %	
Ejemplo 24	PEG	TBT	5	TEPA	30	-	-	0,08	3,0	4	A	3,0	1/5	A	10	63	40	B
Ejemplo 25	PEG	TBT	5	TEPA	30	-	-	0,08	3,0	6	1/4	0,8	1/5	A	8	67	46	A
Ejemplo 26	PEG injertado con C ₁₈ H ₃₁ -	TBT	5	TEPA	30	-	-	0,25	3,0	4	1/4	1,0	1/5	A	10	71	52	A
Ejemplo 27	Copolímero de PE (30) - PMMA (70)	TBT	5	TEPA	30	-	-	0,33	3,0	4	1/4	1,0	1/5	A	12	77	61	A
Ejemplo 28	Copolímero de PE (90) - PMMA (10)	TBT	5	TEPA	30	-	-	1,3	3,0	4	1/4	1,0	1/5	A	11	86	67	A
Ejemplo 29	PE	TBT	5	TEPA	30	-	-	2,2	3,0	4	1/4	1,0	1/5	A	14	71	52	B
Ejemplo 30	PMMA	TBT	5	TEPA	30	-	-	2,3	3,0	4	1/4	1,0	1/5	A	22	70	53	B
Ejemplo 31	PEG injertado con C ₁₈ H ₃₁ -	TBT	5	TEPA	30	-	-	0,25	0,3	4	1/4	1,0	1/5	A	16	66	43	B
Ejemplo 32	PEG injertado con C ₁₈ H ₃₁ -	TBT	5	TEPA	30	-	-	0,25	4,0	6	1/3	1,5	1/4	A	16	80	59	A
Ejemplo Comp. 10	PEG injertado con C ₁₈ H ₃₁ -	-	-	-	-	Sb ₂ O ₃	31	0,25	3,0	4	1/4	1,0	1/5	B	57	71	52	A
Ejemplo Comp. 11	Copolímero de PE (30) - PMMA (70)	-	-	T-	-	Sb ₂ O ₃	31	2,2	3,0	4	1/4	1,0	1/5	C	65	73	52	B

ES 2 323 458 T3

Ejemplos 33, 34

5 Para el Ejemplo 33, el hilo de filamento A obtenido en el Ejemplo 26 y un hilo B de 40 dtex/18 filamentos obtenido mediante vertido en masa fundida de virutas de poli(tereftalato de etileno) de una hilera provista de 18 conjuntos de aberturas de vertido planas ($L/D = 5$), se bobinaron a 1500 m/min y a continuación se estiraron a una temperatura de precalentamiento de 90°C y una relación de estirado de 2,7, se entrelazaron con una tobera de entrelazamiento a una presión de aire de 1,5 Kg./cm² y una relación de sobrealimentación del 1,5%, para producir hilo de filamento combinado.

10 Este hilo de filamento combinado se sometió a torsión en S300T/M y se usó como hilo de urdimbre e hilo de trama para el tejido de una tela tejida habutae. Después del tratamiento de relajación, la tela se sometió a su fijado térmico y a continuación se sometió al tratamiento de reducción con álcali del 20%. La Tabla 8 muestra las relaciones de contracción y la relación de combinación para el hilo de filamento A y el hilo de filamento B, así como también la separación de aletas en la tela tejida y el tacto de la tela.

15 Para el Ejemplo 34, virutas de poli(tereftalato de etileno) con una viscosidad intrínseca de 0,64 que contienen óxido de titanio en una cantidad del 0,05% en peso como un agente deslustrante se vertieron en masa fundida a 275°C desde una hilera provista con 24 conjuntos de aberturas de vertido que tienen la forma que se muestra en la Figura 6B, y el enfriamiento se efectuó en una pila de hilado de soplado transversal mientras se juntan los núcleos y las aletas vertidos, seguido de su bobinado a una velocidad de 2500 m/min, y después del subsiguiente estirado a una temperatura de precalentamiento de 90°C y una relación de estirado de 1,8, se realizó el tratamiento de relajación térmica usando un calentador sin contacto a 150°C con una tasa de sobrealimentación de 2% para obtener un hilo A de 60 dtex/24 filamentos.

25 Por separado, las virutas de poli(tereftalato de etileno) se vertieron en masa fundida desde una hilera que tiene 18 aberturas de vertido redondas, se bobinaron a 1500 m/min y se estiraron a una temperatura de precalentamiento de 90°C y una relación de estirado de 3,0 para obtener un hilo de 40 dtex/18 filamentos.

30 El hilo de filamento A y el hilo de filamento B se combinaron y se usaron para su tejido y el tratamiento de reducción con álcali mediante los mismos métodos que en el Ejemplo 33.

35 La Tabla 8 muestra las relaciones de contracción y la relación de combinación del hilo de filamento A y del hilo de filamento B obtenidos en los Ejemplos 32 y 34, así como también la separación de aleta en la tela tejida que se obtiene y el tacto de la tela.

TABLA 8

	Multifilamento A			Multifilamento B	Separación de aletas		Tacto de la tela
	Relación de contracción en agua en ebullición (%)	Relación de contracción térmica en seco (%)	Relación de combinación (%)	Relación de contracción en agua en ebullición (%)	Sección de la capa superficial (%)	Sección central (%)	
Ejemplo 33	8,3	0,6	60	15,6	50	35	B
Ejemplo 34	6,1	-4,0	54	16,1	56	39	A

55 La presente invención se explicará ahora adicionalmente mediante los Ejemplos 35-40 y los Ejemplos Comparativos 12-13. Los parámetros para estos Ejemplos se midieron mediante los métodos siguientes.

(1) *Viscosidad intrínseca*

60 Ésta se midió a 35°C usando ortoclorofenol como disolvente.

(2) *Estado de vertido del polímero*

65 El estado de vertido del polímero cuando se vierte de la hilera se observó durante el hilado, y el estado del vertido se clasificó según la escala siguiente. La observación se efectuaba a partir de la 1ª hora, tercer día y séptimo día después del comienzo del hilado conjugado.

Nivel 1: El filamento vertido trazó una línea de caída consistente con un desplazamiento estable.

ES 2 323 458 T3

Nivel 2: pequeños pliegues, deformaciones o turbulencias en el filamento vertido.

Nivel 3: grandes pliegues, deformaciones o turbulencias en el filamento vertido. El contacto parcial del polímero con la superficie de la hilera, da lugar a una rotura frecuente del filamento.

(3) Huecos (%)

La superficie de la sección hueca (A) de cada sección transversal de fibra única y la superficie (B) que rodea la sección transversal se midieron a partir de una micrografía de las secciones transversales de la fibra de poliéster, y el valor medio de todas las secciones transversales laterales de fibra única calculados mediante la fórmula siguiente se registró como el % de huecos.

$$\% \text{ de huecos} = A/B \times 100$$

(4) Tamaño de la irregularidad (U%)

Ésta se midió usando un Aparato de Ensayo USTER-4 de Zellweger Uster, con una velocidad de operación de 400 m/min.

(5) Recuento de copos (/10⁶ m)

Al colocar fibras de poliéster enrolladas en bobina (o enrolladas en carrete) a través de una máquina bobinadora de urdimbre equipada con un detector de copos, los hilos se urdieron y se estiraron durante 42 horas a una velocidad de 400 m/min. La máquina bobinadora de urdimbre se paró periódicamente y la presencia de copos se confirmó visualmente, y el recuento total de copos confirmados se calculó por 10⁶ m de la longitud de la hebra y se registró como el recuento de copos.

(6) Manchas de colorante

Las fibras de poliéster se tricotaron a un tejido tricotado tubular de 30 cm. de longitud con una máquina de tricotado circular de calibre 12, se usó un colorante (Terasil Blue GFL) para su tinción a 100°C durante 40 minutos, y se graduó su propiedad de nivel de tinción de acuerdo con la siguiente escala basada en el examen visual por un examinador.

Nivel 1: Tinción uniforme, virtualmente sin manchas de colorante.

Nivel 2: Algunas manchas de colorante en forma de rayas o moteadas.

Nivel 3: Cantidad significativa de manchas de colorante en forma de rayas o moteadas sobre un lado.

(7) Tenacidad y alargamiento

Estas propiedades se midieron de acuerdo con el Documento JIS-L1013.

(8) Tacto

El tacto estridente, el volumen, la flexibilidad y la sensación de ligereza se clasificaron sobre una escala de tres niveles de muy bueno (excelente), bueno (satisfactorio) o malo (inaceptable) mediante un panel de 5 expertos, y se calcularon los valores medios.

Ejemplo 35

La preparación de un compuesto de titanio, del compuesto de fósforo y del catalizador y la producción de un oligómero se realizaron de la misma manera que en el Ejemplo 1.

Después de transferir 225 partes en peso del oligómero obtenido mediante la reacción de esterificación a un reactor de policondensación, 3,34 partes en peso del "catalizador TPI-2,0" producido anteriormente se cargó en él como el catalizador de policondensación. A continuación la temperatura de reacción en el sistema se elevó desde 255°C a 280°C y la presión de reacción se redujo desde la presión atmosférica a 60 Pa en etapas, para la reacción de policondensación mientras que se separan del sistema el agua y el etilenglicol generado por la reacción y a continuación se añadió 0,6% en peso de un alquilsulfonato de sodio C₈-C₂₀ (media = C₁₄), y después de la terminación de la reacción, el producto de reacción en el sistema se extruyó de manera continua desde el puerto de vertido en una hebra y se enfrió y se cortó para obtener gránulos granulares de aproximadamente 3 mm de tamaño. La viscosidad intrínseca del poli(tereftalato de etileno) obtenido era de 0,63.

Después de secar los gránulos de poliéster obtenidos mediante un método normal, se introdujeron en una máquina de hilar equipada con un extrusor de masa fundida (extrusor de husillo) y se fundieron, posteriormente se introdujeron en un devanador colocado en un bloque de hilado mantenido a 290°C y a continuación se vertieron en masa fundida,

ES 2 323 458 T3

5 y el filamento vertido se enfrió hasta su solidificación, después de lo cual se aplicó un lubricante con anterioridad a su entrelazamiento y a continuación se bobinaron a una velocidad de bobinado de 1400 m/min. El filamento sin estirar obtenido se estiró a una temperatura del rodillo de precalentamiento de 90°C, una temperatura del calentador de fijado térmico (del tipo sin contacto) de 200°C, una relación de estirado de 2,3 y una velocidad de estirado de 800 m/min, y finalmente se entrelazaron para obtener fibras de poliéster de sección transversal modificada de 83 dtex/24 filamentos con una proporción de huecos del 15%. No se encontró acumulación de materia extraña alrededor de las aberturas de vertido de la hilera durante el hilado, y el estado del vertido de polímero era estable durante un período de tiempo prolongado.

10 Los filamentos obtenidos se usaron como hilo de urdimbre e hilo de trama para el tejido de una tela tejida habutae, y a continuación el lavado, fijado térmico, reducción con álcali (intensidad de reducción: 15%) y tinción se realizaron mediante métodos normales para obtener una tela de tejido de tafetán teñida. Los resultados de la evaluación de las fibras y de la tela tejida se muestran en la Tabla 9.

15 Ejemplo Comparativo 12

Se realizó el mismo procedimiento que en el Ejemplo 35 excepto que el catalizador de policondensación se cambió a una disolución del 1,3% de trióxido de antimonio en etilenglicol, la cantidad cargada era de 4,83 partes en peso, y se cargaron adicionalmente 0,121 partes en peso de una disolución del 25% de fosfato de trimetilo en etilenglicol como un estabilizador, para obtener un poliéster con una viscosidad intrínseca de 0,63. El poliéster se hiló y se estiró con el mismo método y condiciones que en el Ejemplo 1 para obtener fibras de poliéster de sección transversal modificada de 83 dtex/24 filamentos. Se encontró un crecimiento de materia acumulada alrededor de las aberturas de vertido de la hilera durante el curso del hilado, mientras que se observaron también pliegues, deformaciones y turbulencias en los filamentos vertidos. Se obtuvo también una tela tejida teñida de la misma manera que en el Ejemplo 1. Los resultados de las fibras y de las telas obtenidas se muestran en la Tabla 9.

TABLA 9

30

35

40

45

50

55

60

65

	Ejemplo 35	Ejemplo Comparativo 12
Catalizador de policondensación	TP1 - 2,0	Sb ₂ O ₃
Estado del vertido de polímero (nivel)		
Después de 1 hora del hilado	1	2
Después de 3 días del hilado	1	3
Después de 7 días del hilado	1	3
Irregularidad del tamaño (U%)		
Después de 1 hora del hilado	0,6	0,8
Después de 3 días del hilado	0,5	1,2
Después de 7 días del hilado	0,5	1,8
Recuento de copos (/10 ⁶ m)		
Después de 1 hora del hilado	0,06	1,1
Después de 3 días del hilado	0,07	2,5
Después de 7 días del hilado	0,07	3,2
Manchas de colorante (nivel)		
Después de 1 hora del hilado	1	2
Después de 3 días del hilado	1	3
Después de 7 días del hilado	1	3
Tacto	Excelente	Excelente
Tenacidad (cN/dtex)	2,2	2,1
Alargamiento (%)	33	32

ES 2 323 458 T3

Ejemplos 36-37

El hilado y el estirado se realizaron con el mismo método y condiciones que en el Ejemplo 35, excepto que las formas de la sección transversal lateral de la fibra única tenían los valores mostrados en la Tabla 10, para obtener fibras de poliéster de sección transversal modificada. Las telas tejidas teñidas se obtuvieron también de la misma manera que en el Ejemplo 35. Los tactos de las telas tejidas obtenidas se muestran en la Tabla 10.

Ejemplo Comparativo 13

El hilado y el estirado se realizaron con el mismo método y condiciones que en el Ejemplo 35, excepto que las formas de la sección transversal lateral de la fibra única era una sección transversal redonda, para obtener fibras de poliéster. Se obtuvo también una tela tejida teñida de la misma manera que en el Ejemplo 35. El tacto de la fibra tejida obtenida se muestra en la Tabla 10 (no exhibió absolutamente un tacto estridente).

TABLA 10

	Ejemplo 36	Ejemplo 37	Ejemplo Comparativo 13
L1/L2	2,0	0,8	-
H2/h1	5,3	5,3	-
Tacto	excelente	excelente	malo

Ejemplos 38-40

El hilado y el estirado se realizaron con el mismo método y condiciones que en el Ejemplo 35, excepto que los valores del porcentaje de huecos para las fibras eran los que se muestran en la Tabla 11, para obtener fibras de poliéster de sección transversal modificada. Se obtuvieron también telas tejidas teñidas de la misma manera que en Ejemplo 35. Los resultados para las fibras obtenidas y las telas tejidas se muestran en la Tabla 11.

TABLA 11

	Ejemplo 38	Ejemplo 39	Ejemplo 40
Porcentaje de huecos (%)			
Estado del vertido de polímero (nivel)			
Después de 1 hora del hilado	1	1	1
Después de 3 días del hilado	1	1	1
Después de 7 días del hilado	1	1	1
Irregularidad del tamaño (U%)			
Después de 1 hora del hilado	0,5	0,4	0,4
Después de 3 días del hilado	0,5	0,3	0,4
Después de 7 días del hilado	0,5	0,4	0,4
Recuento de copos (/10 ⁶ m)			
Después de 1 hora del hilado	0,05	0,04	0,5
Después de 3 días del hilado	0,05	0,03	0,04
Después de 7 días del hilado	0,04	0,04	0,05
Manchas de colorante (nivel)			
Después de 1 hora del hilado	1	1	1
Después de 3 días del hilado	1	1	1
Después de 7 días del hilado	1	1	1
Tacto	Excelente	Excelente	Excelente
Tenacidad (cN/dtex)	2,6	2,2	1,8
Alargamiento (%)	39	33	24

REIVINDICACIONES

1. Fibras de poliéster de sección transversal modificada que comprenden, como un componente principal, un polí-
5 mero de poliéster y que tiene una sección transversal modificada,

en las que

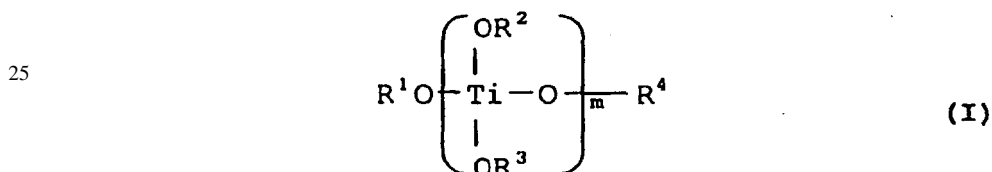
10 el polímero de poliéster se produce mediante policondensación de un éster de dicarboxilato aromático en presencia de un catalizador,

el catalizador comprende al menos un ingrediente seleccionado de entre la mezcla (1) y el producto de reacción
(2) más adelante,

15 la mezcla (1) es una mezcla de los componentes (A) y (B) siguientes:

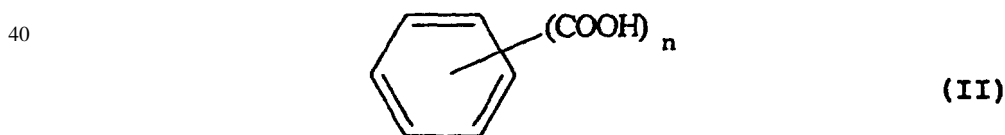
(A) un componente de compuesto de titanio que comprende al menos un compuesto seleccionado del grupo que
consiste en:

20 (a) alcóxidos de titanio representados por la fórmula general (I) siguiente:



30 en la que R¹, R², R³ y R⁴ cada uno independientemente representan unas especies seleccionadas de entre grupos alquilo que tienen 1 a 20 átomos de carbono y grupos fenilo, m representa un número entero de 1-4, y cuando m es un número entero de 2, 3 ó 4, los dos, tres o cuatro grupos R² y R³ pueden ser el mismo o diferente, y

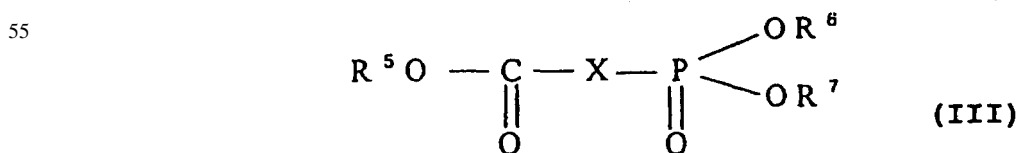
35 (b) los productos de reacción de alcóxidos de titanio de fórmula general (I) anterior con ácidos carboxílicos poli-
valentes aromáticos representados por la fórmula general (II):



45 en la que n representa un número entero de 2-4

o sus anhídridos, y

50 (B) un componente de compuesto de fósforo que comprende al menos un compuesto representado por la formula
general (III) siguiente:



en la que R⁵, R⁶ y R⁷ cada uno independientemente representan grupos alquilo que tienen 1 a 4 átomos de carbono, y
X representa al menos unas especies seleccionadas de entre el grupo -CH₂- y el grupo -CH(Y)- (en el que Y representa
un grupo fenilo,

65 la mezcla (1) para el catalizador se usa con una relación de mezcla tal que la relación (%) M_{Ti} de los milimoles
de elemento de titanio en el componente de compuesto de titanio (A) con respecto al número de moles del éster de
dicarboxilato aromático y la relación (%) M_P de los milimoles de elemento de fósforo en el componente de compuesto

ES 2 323 458 T3

de fósforo (B) con respecto al número de moles del éster de dicarboxilato aromático satisfagan las expresiones (i) y (ii):

$$1 \leq M_p/M_{Ti} \leq 15 \quad (i)$$

$$10 \leq M_p + M_{Ti} \leq 100 \quad (ii),$$

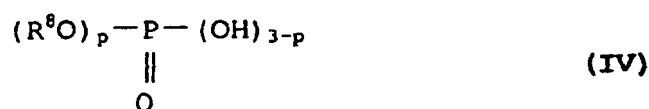
y el producto de reacción (2) es el producto de reacción de los componentes siguientes (C) y (D):

(C) un componente de compuesto de titanio que comprende al menos un compuesto seleccionado del grupo que consiste en:

(c) alcóxidos de titanio representados por la fórmula (I) anterior y

(d) los productos de reacción de alcóxidos de titanio de la fórmula general (I) anterior con ácidos carboxílicos polivalentes aromáticos representados por la fórmula general (II) anterior o sus anhídridos, y

(D) un componente de compuesto de fósforo que comprende al menos un compuesto de fósforo representado por la fórmula general (IV) siguiente:



en la que R^8 representa grupos alquilo que tienen 1 a 20 átomos de carbono o grupos arilo que tienen 6 a 20 átomos de carbono, y p representa un número entero de 1 ó 2.

2. Las fibras de poliéster de sección transversal modificada de acuerdo con la reivindicación 1, en las que el componente (A) de la mezcla (1) para el catalizador y el componente (C) del producto de reacción (2) para el catalizador contienen el respectivo alcóxido de titanio (a) y alcóxido de titanio (c) cada uno en una relación molar de reacción en el intervalo de 2:1 a 2:5 con respecto al ácido carboxílico polivalente aromático representado por la fórmula general (II) o sus anhídridos.

3. Las fibras de poliéster de sección transversal modificada de acuerdo con la reivindicación 1 ó 2, en las que en el producto de reacción (2) para el catalizador, la relación de reacción del componente (D) con respecto al componente (C) está en el intervalo de 1:1 a 3:1, en términos de la relación de los moles de átomos de fósforo en el componente (D) a los moles de átomos de titanio en el componente (C).

4. Las fibras de poliéster de sección transversal modificada de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en las que el compuesto de fósforo de fórmula general (IV) usado en el producto de reacción (2) para el catalizador se selecciona de entre fosfatos de monoalquilo.

5. Las fibras de poliéster de sección transversal modificada de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en las que el éster de dicarboxilato aromático es un diéster producido mediante transesterificación de un éster de dialquilo de un ácido dicarboxílico aromático y un éster de un alquilenglicol, en la presencia de un catalizador que contiene un compuesto de titanio.

6. Las fibras de poliéster de sección transversal modificada de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en las que el ácido dicarboxílico aromático se selecciona de entre ácido tereftálico, ácido 1,2-naftalendicarboxílico, ácido ftálico, ácido isoftálico, ácido difenildicarboxílico y ácido difenoxiletanodicarboxílico y el alquilenglicol se selecciona de entre etilenglicol, butilenglicol, trimetilenglicol, propilenglicol, neopentilglicol, hexanometilenglicol y dodecanometilenglicol.

7. Las fibras de poliéster de sección transversal modificada de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en las que la sección transversal lateral de la fibra única es de una forma plana, y la forma plana es una forma con 3-6 formas de sección transversal redonda unidas en la dirección longitudinal.

8. Las fibras de poliéster de sección transversal modificada de acuerdo con la reivindicación 7, que comprenden partículas inorgánicas en 0,2-10% en peso basado en el peso de las fibras.

9. Las fibras de poliéster de sección transversal modificada de acuerdo con la reivindicación 7 u 8, en las que la sección transversal lateral de la fibra, la lisura representada por A/B como la relación de la anchura A del eje largo a la anchura máxima B del eje corto perpendicular al eje largo B es 3-6.

ES 2 323 458 T3

10. Las fibras de poliéster de sección transversal modificada de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 7 a 9, en las que la sección transversal lateral de la fibra única, la irregularidad representada por B/C como la relación de la anchura máxima B del eje corto a la anchura mínima C (anchura mínima en las uniones de las formas de sección transversal redonda) es superior a 1 e inferior a 5.

11. Las fibras de poliéster de sección transversal modificada de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en las que la sección transversal lateral de la fibra única comprende un núcleo y 3-8 aletas que sobresalen hacia afuera desde el núcleo, y el coeficiente de protrusión según se define mediante la fórmula (iii) más adelante está entre 0,3 y 0,7,

$$\text{Coeficiente de protrusión} = (a_1 - b_1)/a_1 \quad (\text{iii})$$

en donde a_1 representa la longitud desde el centro de un círculo inscrito en la pared interior de la sección transversal de la fibra única al extremo de la aleta, y b_1 representa el radio del círculo inscrito en la pared interior de la sección transversal de la fibra.

12. Las fibras de poliéster de sección transversal modificada de acuerdo con la reivindicación 11, en las que la cristalinidad de la fibra no es superior al 30%.

13. Las fibras de poliéster de sección transversal modificada de acuerdo con la reivindicación 11 ó 12, en las que la relación de contracción en agua en ebullición de la fibra es de 15-70%.

14. Las fibras de poliéster de sección transversal modificada de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en las que la fibra única de poliéster comprende un núcleo y múltiples aletas que sobresalen de una forma radial desde el núcleo a lo largo de la dirección longitudinal del núcleo, y las fibras únicas con formas de sección transversal que satisfacen todas de las relaciones (iv) a (vi) siguientes se someten a un tratamiento de reducción con álcali para separar al menos alguna de las aletas de los núcleos,

$$1/20 \leq S_B/S_A \leq 1/3 \quad (\text{iv})$$

$$0,6 \leq L_B/D_A \leq 3,0 \quad (\text{v})$$

$$W_B/D_A \leq 1/4 \quad (\text{vi})$$

en donde S_A representa la superficie de la sección transversal del núcleo, D_A representa el diámetro del núcleo si la sección transversal es un círculo o el diámetro del círculo circunscrito si ella no es un círculo, y S_B , L_B y W_B representan la superficie de la sección transversal, la longitud máxima y la anchura mínima de las aletas, respectivamente.

15. Las fibras de poliéster de sección transversal modificada de acuerdo con la reivindicación 14, en las que un compuesto que tiene un parámetro de compatibilidad χ representado por la relación (vii) más adelante de 0,1-2,0 se incluye en la fibra de poliéster con anterioridad a su tratamiento con álcali a 0,5-5,0% en peso con respecto al peso de la fibra de poliéster,

$$\chi = (V_a/RT)(\delta_a - \delta_b)^2 \quad (\text{vii})$$

en donde V_a representa el volumen molar (cm^3/mol) del poliéster, R representa la constante de los gases ($\text{J}/\text{mol} \cdot \text{K}$), T representa la temperatura absoluta (K) y δ_a y δ_b representan los parámetros de solubilidad ($\text{J}^{1/2}/\text{cm}^{3/2}$) del poliéster y del compuesto, respectivamente.

16. Las fibras de poliéster de sección transversal modificada de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en las que la forma de la sección transversal lateral de la fibra única es una forma que comprende una sección de forma triangular y una protrusión que se extiende desde un vértice de la forma triangular, en las que se satisfacen ambas de las relaciones siguientes (viii) y (ix), y que tienen una parte hueca en la sección de forma triangular que constituyen el 3-15% de la misma,

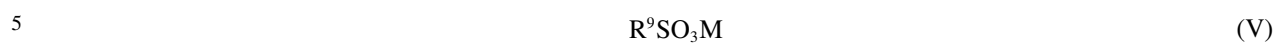
$$0,7 \leq L1/L2 \leq 3,0 \quad (\text{viii})$$

$$3,0 \leq h2/h1 \leq 10,0 \quad (\text{ix})$$

en donde L1 representa la distancia desde el punto de conexión entre la sección de forma triangular y la protrusión en el extremo de la protrusión, L2 representa la distancia entre el punto de conexión entre la sección de forma triangular y la protrusión y el lado de la sección de forma triangular opuesto al punto de conexión, h1 representa la anchura de la protrusión y h2 representa la longitud del lado de la sección de forma triangular opuesto al punto de conexión entre la sección de forma triangular y la protrusión.

ES 2 323 458 T3

17. Las fibras de poliéster de sección transversal modificada de acuerdo con la reivindicación 16, en las que una sal de metal de un ácido sulfónico orgánico representado por la fórmula general (V) más adelante se incluye en 0,5-2,5% en peso con respecto al peso de la fibra de poliéster,



10 en la que R^9 representa grupos alquilo que tienen 3 a 30 átomos de carbono o grupos arilo o alquilarilo que tienen 7 a 40 átomos de carbono, y M representa un metal alcalino o un metal alcalino-térreo.

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

Fig. 1



Fig. 2

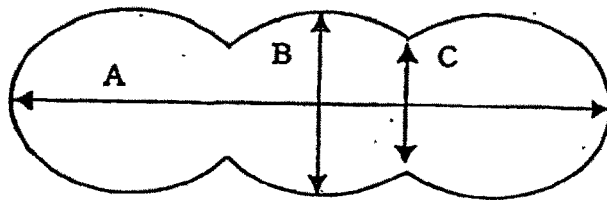


Fig. 3

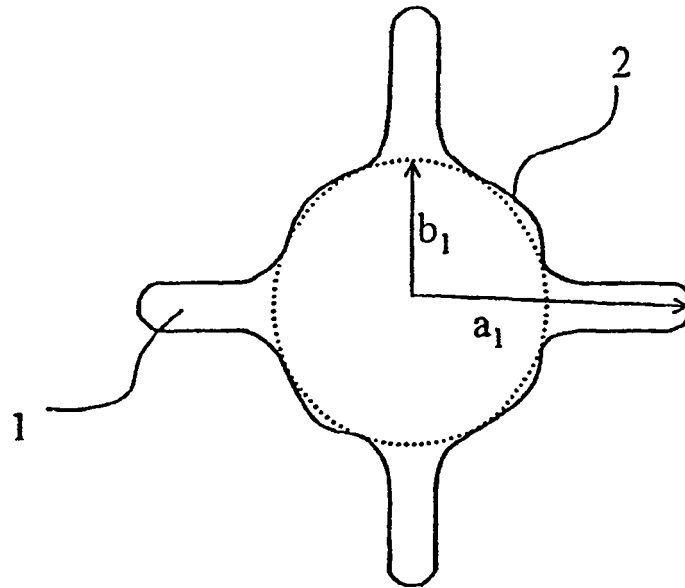


Fig. 4

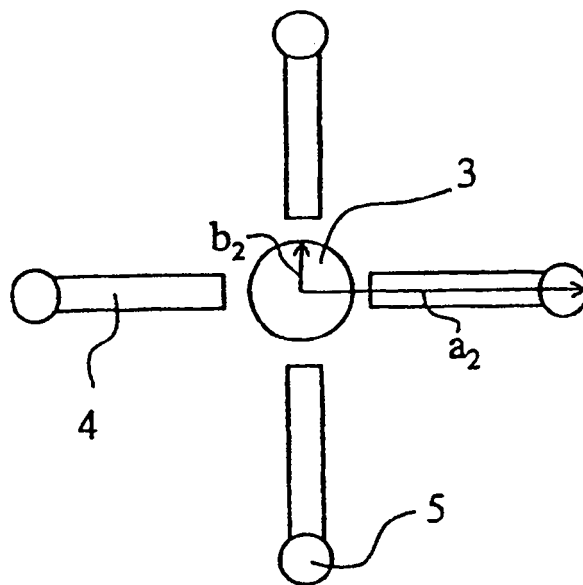


Fig. 5

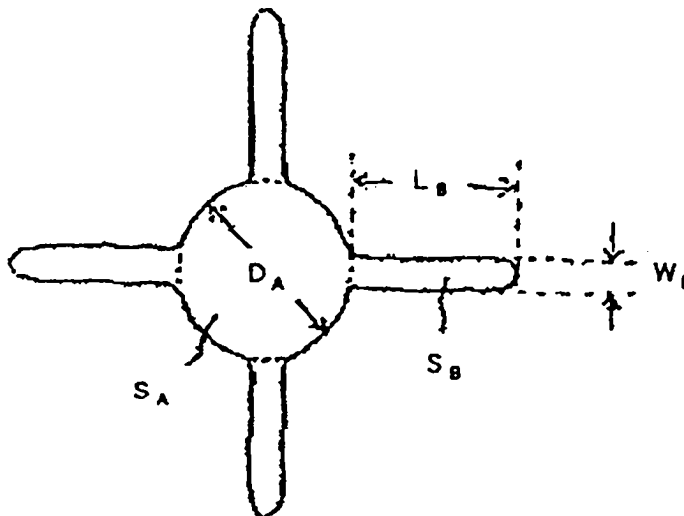


Fig. 6

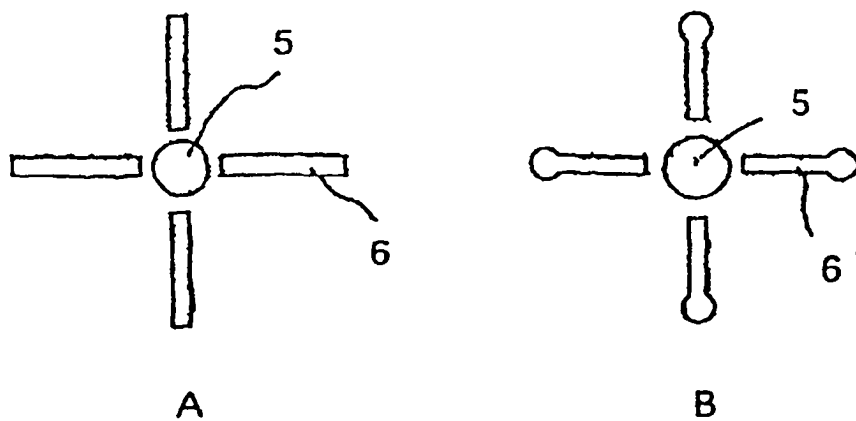


Fig. 7

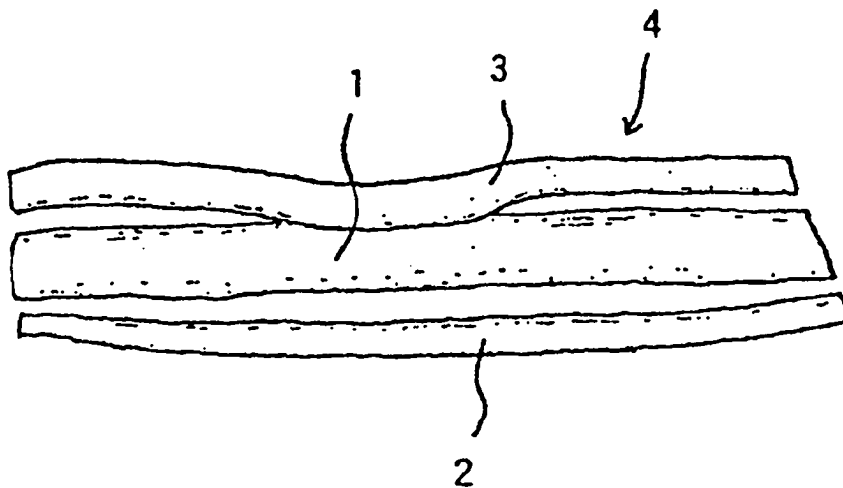


Fig. 8

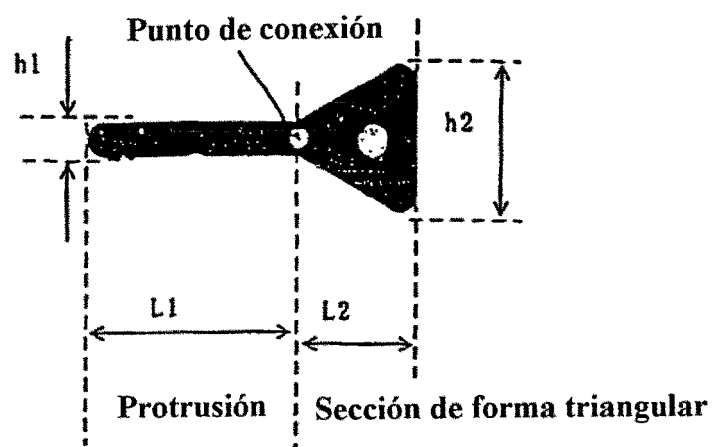


Fig. 9

