



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 272 451**

51 Int. Cl.:
D01F 6/62 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Número de solicitud europea: **01917571 .0**

86 Fecha de presentación : **28.03.2001**

87 Número de publicación de la solicitud: **1275758**

87 Fecha de publicación de la solicitud: **15.01.2003**

54 Título: **Hilo monofilamento y procedimiento para su producción.**

30 Prioridad: **30.03.2000 JP 2000-93724**
23.05.2000 JP 2000-151868

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
01.05.2007

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
01.05.2007

73 Titular/es: **Asahi Kasei Kabushiki Kaisha**
2-6, Dojimahama 1-chome
Kita-ku, Osaka-shi, Osaka 530-8205, JP

72 Inventor/es: **Yuuki, Yasunori;**
Matsuo, Teruhiko y
Koyanagi, Tadashi

74 Agente: **Elzaburu Márquez, Alberto**

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

DESCRIPCIÓN

Hilo monofilamento y procedimiento para su producción.

5 **Campo técnico**

La presente invención se refiere a un hilo monofilamento de poli(tereftalato de trimetileno) (denominado en lo sucesivo PTT), a un método para producirlo y a cepillos que usan este hilo monofilamento.

10 **Antecedentes**

En la técnica anterior se usaban ampliamente monofilamentos preparados a partir de resinas termoplásticas, como nailon u otras fibras, como materia prima para cerdas de cepillos de dientes, cepillos cosméticos, cepillos del cabello y diversos cepillos industriales. Por ejemplo, se ha usado frecuentemente nailon 612 como cerdas de cepillos de dientes porque es suave al tacto durante su uso dañando apenas los dientes o encías y porque tiene una recuperación elástica relativamente favorable. Sin embargo, el nailon es muy absorbente de la humedad y, si absorbe humedad, disminuyen sus propiedades físicas y recuperación elástica y cambian mucho sus dimensiones por lo que existe el problema de que, si los cepillos se usan continuamente durante un tiempo largo, las cerdas se separan entre sí reduciéndose su duración. También, existe otro problema: que este material es costoso.

Desde hace mucho tiempo se conocen fibras de PTT y en las publicaciones de las patentes japonesas no examinadas números 52-5320 y 58-104216 se describen hilos monofilamentos para confeccionar ropa. También se describen hilos monofilamentos de PTT en las publicaciones de las patentes japonesas no examinadas números 5-26282 (documento A), 8-120521 (documento B) y 11-48631 (documento C) y se describen cepillos de dientes que usan hilos monofilamentos de PTT en la publicación de la patente japonesa no examinada número 8-173244 (documento D) y en la publicación WO 99/05936 (documento E).

En el documento A antes mencionado, se describe un hilo monofilamento de PTT adecuado para el cordaje de raquetas de tenis y, en el ejemplo 5 de este documento, se describe un hilo monofilamento de PTT para el cordaje de raquetas de tenis que tiene una viscosidad intrínseca de 1,05 dl/g y un tamaño de fibras de 657 denier (730 dtex).

En el documento B, se describe un hilo monofilamento de PTT para filtros de máquinas de fabricación de papel. En este documento B se describe que el hilo monofilamento de PTT se caracteriza por una baja concentración de grupos carboxilos terminales, por lo que es muy alta su resistencia a la hidrólisis (resistencia a calor húmedo). En el ejemplo 1, se describe un hilo monofilamento de PTT que tiene una viscosidad intrínseca de 0,95 dl/g y un diámetro de 0,4 mm (tamaño de fibras 1.716 dtex).

En el documento C, se describe una tela para mallas impresoras que usa hilos monofilamentos de PTT. En este documento C se describe que el hilo monofilamento de una tela para mallas impresoras tiene preferiblemente un tamaño de fibras en el intervalo de 8 a 55 dtex (7 a 50 denier). En el ejemplo 1 de este documento, se describe un hilo monofilamento de PTT que tiene una viscosidad intrínseca de 0,89 dl/g, un tamaño de fibras de 17 dtex y un alargamiento en la rotura de 45%.

Sin embargo, en ninguno de los documentos A, B y C hay descripción ni sugerencia alguna sobre la conveniencia de los hilos monofilamentos de PTT para cerdas de cepillos.

Los documentos D y E describen cepillos que usan hilos monofilamentos de PTT. En un ejemplo del documento E, se describen hilos monofilamentos adecuados para cepillos de dientes que tienen un diámetro de 0,175 mm (tamaño de fibras de aproximadamente 325 dtex) y un diámetro de 0,208 mm (tamaño de fibras de aproximadamente 460 dtex). Sin embargo, de acuerdo con los autores de la presente invención, se ha encontrado que, por una simple aplicación de hilos monofilamentos de PTT, no se puede obtener un cepillo de dientes satisfactorio en cuanto a recuperación de la flexión y estabilidad dimensional.

En el documento D se describe que la viscosidad intrínseca del hilo monofilamento de PTT es preferiblemente 0,5 dl/g o más y, en el ejemplo 1 de este documento, se describe un cepillo de dientes que se obtiene aplicando hilos monofilamentos que tienen un diámetro de 0,22 mm (tamaño de fibras de aproximadamente 515 dtex) producidos a partir de una resina de PTT que tiene una viscosidad intrínseca de 0,70 dl/g, que se hila, enfría y estira en caliente y después se somete a un tratamiento térmico a longitud constante a 140°C durante 10 minutos. Como el hilo monofilamento de PTT obtenido bajo estas condiciones tiene una viscosidad intrínseca baja (en otras palabras, tiene un grado de polimerización bajo), también tiene rigidez y recuperación elástica bajas. Por lo tanto, cuando se usa como cerdas de cepillos, se puede producir en un período corto rasgado, desgaste o separación de las cerdas debido a la fatiga de estas.

También, de acuerdo con el ejemplo descrito en el documento D, la contracción térmica residual es alta debido a condiciones inadecuadas de endurecimiento térmico después del proceso de estirado. Por ello, durante el proceso de aplicación de las cerdas para cepillos de dientes, la verticalidad (linealidad) inicial de las cerdas del cepillo es mala debido al calor generado cuando se recortan las cerdas (para alinear sus puntas) o se redondean los extremos (para redondear las puntas), lo cual origina flexión de las cerdas o separación de las cerdas. Además, debido al tratamiento

térmico después de que se ha completado el cepillo, como un tratamiento de esterilización a temperatura alta, se puede producir deformación, arrugamiento o separación de las cerdas, por lo que este hilo no es satisfactorio para cerdas de cepillos.

5 Descripción de la invención

Un objeto de la presente invención es proporcionar un hilo monofilamento excelente en cuanto suavidad, recuperación de la flexión y duración después de un uso prolongado y un método para producirlo.

10 Esto es, la presente invención se refiere a:

1. Un hilo monofilamento de PTT constituido por un PTT compuesto de 90% en moles o más de unidades repetitivas de tereftalato de trimetileno y 10% en moles o menos de unidades repetitivas de otros ésteres, en el que el filamento tiene un tamaño de fibras individuales de 50 dtex o más, una viscosidad intrínseca en el intervalo de 0,8 a 15 1,3 dl/g, una contracción en agua hirviendo de 2% o menos y una carga de rotura de 2,2 cN/dtex o más.

2. Un hilo monofilamento de PTT de acuerdo con el apartado 1, en el que la contracción en agua hirviendo está en el intervalo de 0 a 1,5%.

20 3. Un hilo monofilamento de PTT de acuerdo con los apartados 1 ó 2, en el que la temperatura correspondiente al valor máximo de la tangente de la pérdida mecánica está en el intervalo de 100 a 120°C.

4. Un hilo monofilamento de PTT de acuerdo con uno cualquiera de los apartados 1 a 3, en el que el hilo contiene partículas, en una proporción de 0,01 a 5% en peso, que tienen un diámetro medio en el intervalo de 0,01 a 5 µm.

25 5. Un cepillo provisto de cerdas del hilo monofilamento de PTT de acuerdo con uno cualquiera de los apartados 1 a 4.

6. Un método para producir un hilo monofilamento de PTT en el que, después de hilar y estirar un hilo monofilamento de PTT que tiene un tamaño de fibras de 50 dtex o más, el hilo monofilamento de PTT se somete a un tratamiento térmico bajo condiciones de un índice de relajación en el intervalo de -10 a +15% y una temperatura de tratamiento en el intervalo de 100 a 180°C.

35 7. Un método para producir un hilo monofilamento de PTT de acuerdo con el apartado 6, en el que el índice de relajación está en el intervalo de 1 a 15%.

Breve descripción del dibujo

40 La figura 1 es una vista esquemática que ilustra un método para producir un hilo monofilamento de PTT de acuerdo con la presente invención.

Descripción detallada de la invención

45 Los autores de la presente invención han estudiado diligentemente conseguir el objeto antes mencionado y han encontrado que se obtiene un hilo monofilamento excelente en cuanto a suavidad, recuperación de la flexión y duración seleccionando apropiadamente la viscosidad intrínseca de una resina de PTT y realizando un tratamiento térmico, después de estirar un hilo no estirado, bajo condiciones específicas, para tener una contracción térmica dentro de cierto intervalo. Así, se ha conseguido la presente invención.

50 El hilo monofilamento de la presente invención es aplicable a diversos usos. De estos, es adecuado para cerdas de cepillos porque tiene por lo menos la característica de que la aptitud de procesamiento y la verticalidad inicial son favorables cuando se fabrica el cepillo con cerdas de este hilo monofilamento, la sensación de uso es suave, no se produce separación debido a la fatiga de las cerdas incluso después de un uso prolongado y la estabilidad de su forma es excelente cuando se calienta.

55 A continuación se describirá la presente invención con más detalle.

60 El hilo monofilamento de PTT de acuerdo con la presente invención tiene un tamaño de fibras individuales de 50 dtex o más. El hilo monofilamento de PTT se caracteriza porque es muy blando debido a su bajo módulo de Young y a su excelente recuperación elástica. Si el tamaño de las fibras individuales es 50 dtex o más, la resistencia y recuperación de la flexión son lo suficientemente grandes para satisfacer las características funcionales requeridas en el uso deseado. El tamaño de las fibras individuales es preferiblemente 56 dtex o más, está más preferiblemente en el intervalo de 100 a 80.000 dtex, y se puede seleccionar convenientemente de acuerdo con su uso.

65 En la presente invención, PTT se refiere a un poliéster compuesto principalmente de 90% en moles o más de unidades repetitivas de tereftalato de trimetileno. En consecuencia, incluye PTT que contiene, como tercer componente, 10% en moles o menos de otro componente ácido y/o un componente del tipo de glicol.

ES 2 272 451 T3

El PTT se sintetiza por policondensación de ácido tereftálico o un derivado funcional del ácido tereftálico, como tereftalato de dimetilo, con trimetilglicol o un derivado funcional de éste en presencia de un catalizador y bajo condiciones de reacción adecuadas. En este proceso de síntesis, se puede añadir uno o más de un tercer componente originándose un poliéster copolimerizado. Se puede mezclar con PTT o hilar junto con PTT en forma de fibra compuesta (que tiene una sección transversal del tipo de envoltura/núcleo o del tipo lado a lado) un poliéster distinto de PTT, como poli(tereftalato de etileno) (denominado en lo sucesivo PET) o nailon.

Con respecto al proceso de hilatura de materiales compuestos, como se describe en las publicaciones de las patentes japonesas no examinadas (Kokai) números 43-19108, 11-189923, 2000-23997 y 2000-256918, se conocen materiales compuestos del tipo lado a lado o del tipo envoltura/núcleo no concéntricos en los que PTT usado como primer componente y PTT, un poliéster como PET o poli(tereftalato de butileno) o nailon usado como segundo componente están dispuestos de manera lado a lado o de manera no concéntrica. Particularmente, son favorables la combinación de PTT y copolímero de PTT o la combinación de dos clases de PTT que tienen valores diferentes de viscosidad intrínseca. De estos, como se describe en la publicación de la patente japonesa no examinada número 2000-239927, se prefiere particularmente un hilo compuesto del tipo lado a lado, formado por dos clases de PTT que tienen valores diferentes de viscosidad intrínseca y dispuestos de modo que el de viscosidad menor rodea al de viscosidad mayor teniendo una superficie de contacto curva, porque este hilo compuesto tiene mayor facilidad de estiramiento y mayor volumen.

A este respecto, como el hilo compuesto en el que están dispuestos dos tipos de polímeros diferentes de manera lado a lado o de manera no concéntrica puede desarrollar espontáneamente ondulaciones, este hilo compuesto se usa convenientemente en aplicaciones o campos en los que no se requiera linealidad en el hilo monofilamento.

Como tercer componente a estar contenido en el PTT, se incluye un ácido alifático dicarboxílico (ácido oxálico, ácido adípico u otros), un ácido alicíclico dicarboxílico (ácido ciclohexanodicarboxílico u otros), un ácido aromático dicarboxílico (ácido isoftálico, ácido sodiosulfoisoftálico u otros), un glicol alifático (etilenglicol, 1,2-propilenglicol, tetrametilenglicol u otros), un glicol alicíclico (ciclohexanodimetanol u otros), un glicol alifático que contenga grupos aromáticos [1,4-bis(β -hidroxietoxi)benzeno u otros], un polieterglicol (polietilenglicol, polipropilenglicol u otros), un ácido alifático oxicarboxílico (ácido ω -oxicaprónico u otros) o un ácido aromático oxicarboxílico (ácido p-oxibenzoico u otros). También, se pueden usar compuestos que tengan 1, 3 ó más grupos funcionales formadores de éster (como ácido benzoico o glicerol) con la condición de que el polímero resultante sea sustancialmente lineal.

Se pueden añadir aditivos al hilo monofilamento de PTT, por ejemplo, un desabrillantador (como óxido de titanio), un estabilizador (como ácido fosfórico), un absorbente de radiaciones ultravioletas (como un derivado de la hidroxibenzofenona), un núcleo de cristalización (como talco), un lubricante (como Aerosil), un antioxidante (como un derivado impedido estéricamente de fenol), un agente antifúngico, un agente ignífugo, un agente antiestático, un pigmento, un blanqueante fluorescente, un absorbente de radiaciones infrarrojas o un agente antiespumante.

Como se requiere lisura durante el proceso de producir hilos monofilamentos, el hilo monofilamento de PTT de la presente invención contiene partículas que tienen un diámetro medio en el intervalo de 0,01 a 5 μ m, preferiblemente de 0,01 a 2 μ m, en una proporción en el intervalo de 0,01 a 5% en peso. Si las partículas que tienen un diámetro medio en el intervalo de 0,01 a 5 μ m están contenidas en una proporción en el intervalo de 0,01 a 5% en peso, se puede obtener un hilo monofilamento de PTT muy suave, de excelente aptitud de hilatura y de resistencia elevada.

Las partículas contenidas son preferiblemente de óxido de titanio o de un pigmento. Por ejemplo, en la aplicación en la que se requiera blancura a las cerdas del cepillo, como en un cepillo de dientes, preferiblemente las partículas contenidas son de óxido de titanio en una proporción en el intervalo de 0,50 a 5% en peso. Como el hilo monofilamento de PTT tiene un grado mayor de transparencia que el hilo monofilamento de PET, preferiblemente se añade ligeramente más óxido de titanio al hilo monofilamento de PTT para conseguir el mismo grado de blancura que el del hilo monofilamento de PET. Aunque se pueden obtener hilos monofilamentos de color tiñendo el hilo monofilamento después de haber sido hilado, en la aplicación para cepillos de dientes o en otras aplicaciones, preferiblemente el hilo monofilamento se hila junto con un polímero coloreado que contiene un pigmento.

La viscosidad intrínseca del hilo monofilamento de PTT está en el intervalo de 0,8 a 1,3 dl/g, preferiblemente de 0,8 a 1,1 dl/g. Si la viscosidad intrínseca es 0,8 dl/g o más, el hilo monofilamento de PTT resultante es de rigidez y recuperación elástica elevadas por lo que, si se usa como cerdas de cepillos, no se produce rasgado, desgaste o separación de las cerdas del cepillo, incluso después de un uso prolongado. También, si la viscosidad intrínseca es 1,3 dl/g o menos, el hilo monofilamento no se curva durante el proceso de tratamiento térmico por lo que, cuando se usa como cerdas de cepillos, se puede mantener su linealidad facilitándose la producción del cepillo. Esto es, manteniendo la viscosidad intrínseca en el intervalo de 0,8 a 1,3 dl/g, es posible obtener un hilo monofilamento de PTT excelente en cuanto a linealidad, rigidez y recuperación de la flexión.

A este respecto, la viscosidad intrínseca $[\eta]$ se calcula por la siguiente ecuación basada en la relación η_{esp}/C (siendo η_{esp} la viscosidad específica y C la concentración en g/100 ml), medida usando un viscosímetro Ostwald y o-clorofenol a 35°C, relación que se extrapola a la concentración cero:

$$[\eta] = \lim(\eta_{\text{esp}}/C)$$

$$C \rightarrow 0$$

5

El hilo monofilamento de PTT de acuerdo con la presente invención tiene una contracción en agua hirviendo de 2% o menos, preferiblemente menor que 2%, más preferiblemente en el intervalo de 0 a 1,5%. Aunque el hilo monofilamento de PTT es superior al hilo monofilamento de nailon o de PET en cuanto a recuperación elástica del alargamiento, se caracteriza por tener una contracción térmica alta. Si la contracción en agua hirviendo es 2% o menos, la contracción térmica del hilo es pequeña durante el procesamiento o uso de un producto, como un cepillo, por lo que apenas se produce cambio dimensional, deformación o arrugamiento del hilo monofilamento. Por ejemplo, durante el proceso de producción de un cepillo de dientes, en general, después de introducir en los orificios del mango del cepillo de dientes un conjunto de hilos monofilamentos cortados a una longitud predeterminada, se realiza el recorte uniforme (para disponer al mismo nivel las puntas de las cerdas) y el redondeado final (para redondear las puntas de las cerdas). En este tiempo, se genera calor porque las puntas de las cerdas se erosionan con una piedra abrasiva que gira a una gran velocidad. Incluso en este caso, si la contracción en agua hirviendo es 2% o menos, no se produce deformación, arrugamiento o separación de las cerdas del cepillo debido al calor así generado ni se deteriora la verticalidad inicial de las cerdas del cepillo.

Además, en los campos en los que se use el hilo monofilamento (como cepillos de dientes o hilos de conexión en tejidos tridimensionales), frecuentemente se requiere una recuperación elevada de la flexión. De acuerdo con el estudio realizado por los autores de la presente invención, se ha encontrado que cuanto menor sea la contracción térmica, mayor será la recuperación de la flexión. Controlando la contracción en agua hirviendo a 2% o menos, se puede obtener un hilo monofilamento de PTT que tiene una recuperación elevada de la flexión y, si se aplica a cerdas de cepillos, estas son extremadamente excelentes en cuanto a resistencia a la separación incluso después de un uso prolongado.

Para controlar la contracción en agua hirviendo dentro del intervalo apropiado, después de haber sido hilado y estirado, el hilo monofilamento de PTT se somete a un tratamiento térmico bajo condiciones adecuadas. Aunque el tratamiento térmico puede ser realizado después del hilado y estirado, preferiblemente el hilo monofilamento de PTT se somete a tratamiento térmico después de haber sido bobinado.

Siempre que la contracción en agua hirviendo esté dentro del intervalo definido por la presente invención, el tratamiento térmico puede ser bajo condiciones de relajación, de longitud constante o de estiramiento. Preferiblemente se realiza bajo relajación, con un índice de relajación dentro del intervalo de -10 a +15%, calculándose el índice de relajación por la siguiente fórmula:

$$\text{Índice de relajación (\%)} = \{(L_0 - L_1)/L_0\} \times 100$$

40

en la que L_0 es la longitud del hilo monofilamento antes del tratamiento térmico y L_1 es la longitud del hilo monofilamento restringido durante el tratamiento térmico.

El tratamiento térmico se realiza con un índice de relajación mayor que 0%, por lo que el hilo monofilamento se puede contraer libremente o se puede contraer limitadamente en una proporción determinada con respecto a la longitud del hilo anterior al tratamiento térmico. Preferiblemente el hilo monofilamento de PTT se somete a un tratamiento térmico con un índice de relajación igual o algo menor que la contracción térmica a la temperatura del tratamiento térmico porque el hilo monofilamento es recto después del tratamiento. En concreto, el índice de relajación está preferiblemente en el intervalo de 1 a 15%, más preferiblemente de 5 a 12%. Si el índice de relajación es superior a 15%, esto es, si el hilo monofilamento está en estado flojo, incluso después del tratamiento térmico, es probable que se deteriore la linealidad del hilo monofilamento.

Un tratamiento térmico a longitud constante es uno que se realiza con un índice de relación de 0% con lo que se evita que la longitud del hilo monofilamento cambie antes y después del tratamiento térmico. Un tratamiento térmico con estiramiento es uno que se realiza con un índice de relajación menor que 0%; esto es, el hilo monofilamento se trata térmicamente con un estiramiento predeterminado con respecto a la longitud antes del tratamiento térmico. Cuando el hilo monofilamento de PTT se somete a un tratamiento térmico a longitud constante o con estiramiento, el índice de relajación está preferiblemente en el intervalo de -10 a +15%. A este respecto, para obtener una contracción en agua hirviendo de 2% o menos, en el tratamiento térmico a longitud constante o con estiramiento se necesita una temperatura alta. Sin embargo, una temperatura excesivamente alta puede originar rotura del hilo o disminuir la resistencia del hilo durante el tratamiento térmico.

La temperatura del tratamiento térmico del hilo monofilamento de PTT está preferiblemente en el intervalo de 100 a 180°C, más preferiblemente de 120 a 160°C. Como es posible disminuir la contracción en agua hirviendo a 2% o menos sin un tratamiento térmico en estado flojo si la temperatura del tratamiento térmico es 100°C o más, no se daña la linealidad del hilo monofilamento. Por otro lado, si la temperatura del tratamiento térmico es 180°C o menos, no se produce rotura del hilo durante el tratamiento térmico ni se disminuye la resistencia del hilo.

65

El tiempo del tratamiento térmico se puede seleccionar adecuadamente de acuerdo con el estado del conjunto de hilos monofilamentos que han de ser tratados. Por ejemplo, cuando se somete a tratamiento térmico un conjunto en forma de madeja de aproximadamente 200 a 400 hilos monofilamentos de PTT, que tienen cada uno un diámetro de 0,2 mm (tamaño de fibras de aproximadamente 430 dtex), el tiempo del tratamiento térmico es preferiblemente 20 minutos o más, más preferiblemente 30 minutos o más, con el fin de que sea suficiente para tratar los monofilamentos de la parte interior de la madeja. Si el tratamiento térmico es demasiado corto, es difícil disminuir la contracción en agua hirviendo a 2% o menos y se produce un envejecimiento térmico no uniforme entre los respectivos hilos monofilamentos y/o en la dirección longitudinal de estos, originándose una contracción térmica no uniforme. En consecuencia, cuando el hilo se use para cerdas de cepillos, el calor aplicado al hilo durante la producción de los cepillos o el tratamiento de esterilización de los cepillos a temperatura alta puede originar deformación o arrugamiento de las cerdas o separación de las cerdas.

Por otro lado, cuando los hilos monofilamentos de PTT estirados se someten a un tratamiento térmico en estado flojo sin formar un conjunto en el que estén en contacto entre sí, se acorta el tiempo del tratamiento térmico siempre que se satisfaga el requisito de la presente invención, por ejemplo, a un minuto o menos porque el calor se transfiere fácilmente a los hilos monofilamentos individuales.

El hilo monofilamento de PTT de acuerdo con la presente invención tiene una temperatura correspondiente al valor máximo de la tangente de la pérdida mecánica (representada en lo sucesivo como T_{max}), obtenida por medición de la viscoelasticidad dinámica, preferiblemente en el intervalo de 100 a 120°C, más preferiblemente de 105 a 114°C. Para controlar la T_{max} dentro de este intervalo, el hilo monofilamento se trata térmicamente bajo condiciones adecuadas, por ejemplo, después de ser hilado y estirado. Si la T_{max} está dentro de este intervalo, la contracción en agua hirviendo es 2% o menos, por lo que se puede obtener un hilo monofilamento excelente en cuanto a recuperación de la flexión y linealidad.

El hilo monofilamento de PTT de acuerdo con la presente invención tiene preferiblemente un grado de orientación cristalina en el intervalo de 90 a 95%. Un grado de orientación cristalina de 95% es el valor máximo que se puede conseguir en el hilo monofilamento de PTT y un grado de 90 a 95% es eficaz para obtener un hilo monofilamento de PTT excelente en cuanto a rigidez y/o recuperación de la flexión.

El hilo monofilamento de PTT de acuerdo con la presente invención tiene preferiblemente un alargamiento en la rotura en el intervalo de 35 a 65%, más preferiblemente de 35 a 55%. Si el alargamiento en la rotura está dentro de este intervalo, el hilo monofilamento es rígido y las cerdas del cepillo no se rasgan cuando éste se use durante un tiempo prolongado y tampoco existen irregularidades de espesor en la dirección longitudinal del hilo monofilamento, mejorándose el valor del producto.

El hilo monofilamento de PTT de acuerdo con la presente invención tiene preferiblemente una carga de rotura de 2,2 cN/dtex o más. Si la carga de rotura es 2,2 cN/dtex o más, la resistencia es suficiente para evitar que se rasguen o desgasten las cerdas de los cepillos, incluso después de usarlos durante un tiempo prolongado.

El tamaño de las fibras del hilo monofilamento de PTT de acuerdo con la presente invención se puede seleccionar adecuadamente de acuerdo con los usos del hilo monofilamento. Por ejemplo, cuando se usan para cerdas de cepillos de dientes, este tamaño está preferiblemente en el intervalo de 200 a 600 dtex, más preferiblemente de 250 a 550 dtex. Si el tamaño de las fibras está dentro de este intervalo, la contaminación presente en los dientes puede ser eliminada suficientemente sin dañar las encías porque la dureza de las cerdas del cepillo de dientes es adecuada y no quedará cogida ninguna cerda en los huecos existentes entre los dientes.

Cuando el hilo monofilamento de PTT de acuerdo con la presente invención se use como hilo de conexión para acoplar entre sí capas tricotadas de un tejido tricotado tridimensional, el tamaño de las fibras está preferiblemente en el intervalo de 50 a 1.200 dtex, más preferiblemente es 560 dtex o menos, aún más preferiblemente es 280 dtex o menos.

Cuando el hilo monofilamento de PTT de acuerdo con la presente invención se use para el cordaje de raquetas de tenis o bádminton, el tamaño de las fibras está preferiblemente en el intervalo de 7.000 a 22.000 dtex. Cuando se use para cuerdas de instrumentos musicales, como guitarras, el tamaño de las fibras está preferiblemente en el intervalo de 2.000 a 14.000 dtex y cuando se use para tapicería de sillas está preferiblemente en el intervalo de 50 a 2.500 dtex.

También, el hilo monofilamento de PTT de acuerdo con la presente invención puede ser un hilo doblado o un hilo trenzado con una pluralidad de hilos individuales.

El hilo monofilamento de PTT de acuerdo con la presente invención puede tener un espesor uniforme o irregular en la dirección longitudinal o estar provisto de ondulaciones. La sección transversal del hilo puede ser de diversas formas, como circular, triangular, en forma de L, en forma de T, en forma de Y, en forma de W, en forma octolobular, en forma plana o en forma engrosada en la que se pueden incluir una forma poligonal, una forma multilobular, una forma hueca o incluso una forma indefinida.

También, cuando se use para cerdas de cepillos u otros usos, un extremo libre del hilo monofilamento de PTT puede ser redondo o terminado en punta o un extremo libre y/o una superficie del hilo puede tener cráteres o microin-

dentaciones. Para obtener estas modificaciones del extremo libre o de la superficie del hilo monofilamento de PTT se puede emplear cualquier método. Por ejemplo, se puede adoptar una reducción alcalina del peso.

El hilo monofilamento de PTT de acuerdo con la presente invención puede ser hilado y estirado mediante cualquier método convencional, por ejemplo, por el siguiente:

En la figura 1, se secan gránulos de PTT en el secador 1 y se alimentan a la extrusora 2 para producir PTT fundido. El PTT se suministra a una cabeza hiladora 4 a través del conducto 3 dosificado por una bomba de engranajes 5 montada en aquella y es convertido en hilo a través de la hilera 6. El PTT fundido convertido así en un filamento 7 se enfría en un baño de agua de enfriamiento 8 y es arrastrado con un tamaño de fibras predeterminado por medio de un primer grupo de rodillos 9 que giran a una velocidad constante, convirtiéndose en hilo monofilamento no estirado. Después, el hilo monofilamento no estirado es estirado en un baño de agua caliente 10 a una temperatura predeterminada por un segundo grupo de rodillos 11 con los que se somete a un primer estirado. Después, el hilo monofilamento es sometido a un tratamiento térmico a longitud constante o con relajación en un baño de vapor de agua 12 a una temperatura predeterminada y recogido por una bobinadora 14 después de pasar por un tercer grupo de rodillos 13.

El estirado en el baño de agua caliente no está limitado a un estirado en una sola etapa sino que puede ser un estirado en varias etapas. Se puede ajustar la contracción en agua hirviendo de acuerdo con la temperatura, índice de relajación y/o índice de estirado durante el tratamiento térmico.

El hilo monofilamento de PTT de acuerdo con la presente invención contiene preferiblemente un agente de acabado para reducir la resistencia al rozamiento o facilitar propiedades antiestáticas y mejorar la facilidad de procesamiento en un proceso posterior. Además, se puede aplicar también un agente hidrófobo o un absorbente de la humedad, de acuerdo con las funciones requeridas. El agente de acabado se aplica preferiblemente entre el baño de vapor de agua 12 y el tercer grupo de rodillos 13.

Aunque los tipos de agente de acabado no están limitados, preferiblemente se usa una mezcla de agentes de acabado que comprende un éster alifático, un aceite mineral, un poliéter, un tensioactivo no iónico y/o un tensioactivo iónico en proporciones adecuadas.

La cantidad de agente de acabado está preferiblemente en el intervalo de 0,01 a 0,3% en peso.

A continuación se describirá la presente invención con más detalle con referencia a los ejemplos y ejemplos comparativos. Sin embargo, la presente invención no está limitada a estos ejemplos.

A este respecto, las mediciones y los métodos de evaluación son los siguientes:

(1) Carga de rotura, alargamiento en la rotura y contracción en agua hirviendo

La carga de rotura, alargamiento en la rotura y contracción en agua hirviendo se midieron de acuerdo con JIS-L-1013; método B de contracción en agua caliente (contracción de filamentos). En las respectivas mediciones se calculó el valor medio de diez determinaciones.

(2) Temperatura correspondiente al valor máximo de la tangente de la pérdida mecánica

Para representar la curva de la tangente de la pérdida mecánica ($\tan \delta$) en función de la temperatura, se usó un dispositivo de medición de la viscoelasticidad dinámica del tipo Rheovibron DDV-EIIA fabricado por Toyo Baldwin K.K. y una muestra de ensayo de aproximadamente 0,1 mg a la temperatura respectiva en aire seco, con una frecuencia de medición de 110 Hz y una velocidad de incremento de la temperatura de 5°C/min. A partir de esta curva se determinó la temperatura ($T_{\max}$) a la que la $\tan \delta$ presenta un máximo.

(3) Grado de cristalinidad

Usando un dispositivo de rayos X se representó la curva de la intensidad de difracción de una muestra de ensayo de aproximadamente 0,5 μm de espesor entre los ángulos de difracción de 7 y 35 grados.

Las condiciones de medición fueron: 30 kV, 80 A, velocidad de escaneo 1°/min, velocidad del gráfico 10 mm/min, tiempo constante de 1 segundo y ranura de recepción de 0,3 mm.

La reflexión representada a un ángulo $2\theta = 16^\circ$ y 22° fueron las caras (010) y (110) respectivamente. Además, se representó la curva de la intensidad de difracción orientando la cara (010) en una dirección del ángulo de orientación de -180 a $+180$ grados. Se obtuvo el valor medio de la curva de la intensidad de difracción a ± 180 grados y se trazó una recta horizontal como recta de referencia. Se trazó una recta vertical desde el punto máximo hasta la recta de referencia y se determinó el punto medio de la altura de la recta vertical. Se trazó una recta horizontal que pasa por el punto medio atravesando la curva de la intensidad de difracción y se midió la distancia entre los dos puntos de corte. La distancia así obtenida se convirtió en el ángulo de orientación H.

ES 2 272 451 T3

El grado de cristalinidad viene dado por la siguiente ecuación:

$$\text{Grado de cristalinidad (\%)} = [(180 - H)/180] \times 100$$

5

(4) *Recuperación de la flexión (resistencia de las cerdas a separarse)*

10 La recuperación de la flexión se midió de acuerdo con JIS-S-3016 que define un ensayo de recuperación de las cerdas, calculándose el valor medio de diez mediciones. A este respecto, para el tratamiento térmico se usaron dos niveles de temperatura del agua caliente: $60 \pm 2^\circ\text{C}$ y $35 \pm 2^\circ\text{C}$, aplicando una carga.

(5) *Verticalidad inicial de las cerdas*

15 Se fabricó un cepillo de dientes cortando cerdas de una longitud de $7,00 \pm 0,15$ mm a lo largo de un plano horizontal y se observó a simple vista la verticalidad (linealidad) inicial. Los resultados se evaluaron de acuerdo con el siguiente criterio:

O: no se observó deformación o arrugamiento de las cerdas

20 Δ : se observó una ligera deformación o arrugamiento de las cerdas

X: se observó una deformación o arrugamiento significativo de las fibras.

25 (6) *Duración frente a separación*

Diez analistas usaron cepillos de dientes durante una semana y se determinó la separación media de las cerdas de los diez cepillos de dientes de acuerdo con el siguiente criterio:

30 O: apenas se observó separación

Δ : se observó una separación discernible

35 X: se observó una separación significativa.

(7) *Daño de las cerdas*

40 Diez analistas usaron cepillos de dientes durante una semana y se determinó el daño medio de las cerdas de los diez cepillos de dientes de acuerdo con el siguiente criterio:

O: no se observó rasgado o desgaste de la punta de las cerdas

45 Δ : se observó un rasgado o desgaste ligero de las cerdas

X: se observó un rasgado o desgaste significativo de las cerdas.

50 (8) *Ensayo de abrasión de una chapa de cobre (posibilidad de dañar dientes y encías)*

Se pusieron en contacto cerdas de un cepillo de dientes con una chapa de cobre que tenía una superficie lisa, a ángulos rectos y bajo una carga de 70 N por unidad de superficie (cm^2). En este ensayo, la superficie de la chapa de cobre se frotó con el cepillo durante 10 segundos, con una longitud de carrera de 1 cm y una velocidad de 120 carreras/minuto. Después, se observó a simple vista la superficie de la chapa de cobre y se valoró de acuerdo con el siguiente criterio, calculándose el valor medio de diez mediciones:

5: sin daño visible

4: visible un ligero daño a cierto ángulo de observación

60

3: daño visible a cualquier ángulo de observación

2: claramente visible un daño grande

65

1: superficie significativamente dañada

ES 2 272 451 T3

Diez analistas usaron cepillos de dientes durante una semana y se determinó la sensación de uso mediante un ensayo sensorial con el siguiente criterio (se calculó la media de los valores evaluados por los diez analistas):

- 5 5: muy suave
 4: ligeramente suave
 3: normal
10 2: duro
 1: muy duro.

Ejemplo 1

- 15 Se produjo un hilo monofilamento de PTT a partir de un polímero PTT que tenía una viscosidad intrínseca $[\eta]$ de 0,92 dl/g y contenía 0,1% en peso de óxido de titanio, bajo las siguientes condiciones:

- 20 Velocidad de extrusión del polímero: 2,52 g/min
 Temperatura de hilado: 260°C
 Temperatura del agua del baño de enfriamiento: 40°C
25 Velocidad periférica del rodillo tomador (primer rodillo): 15,8 m/min
 Temperatura del agua del baño de estirado: 55°C
 Velocidad periférica del rodillo de estirado (segundo rodillo): 79,2 m/min
30 Temperatura del vapor de agua del baño de tratamiento térmico: 120°C
 Velocidad periférica del tercer rodillo: 72 m/min
35 Velocidad de bobinado: 72 m/min

El hilo monofilamento de PTT obtenido de acuerdo con las condiciones antes especificadas tenía las siguientes propiedades físicas:

- 40 Viscosidad intrínseca: 0,90 dl/g
 Diámetro del hilo: 0,18 mm
 Tamaño de las fibras: 355 dtex
45 Carga de rotura: 3,0 cN/dtex
 Alargamiento en la rotura: 48,1%
50 Contracción en agua hirviendo: 6,4%

El hilo monofilamento de PTT así producido se bobinó para formar una madeja de 400 cabos que después se sometió a un tratamiento térmico bajo las siguientes condiciones:

- 55 Temperatura del tratamiento térmico: 120°C
 Tiempo del tratamiento térmico: 60 min
 Índice de relajación: 5%

- 60 El hilo monofilamento de PTT resultante se suministró a un proceso ordinario de producción de cepillos de dientes.

Las propiedades físicas y recuperación de la flexión del hilo monofilamento y la evaluación de los cepillos de dientes así obtenidos se muestran en la tabla 1.

65

ES 2 272 451 T3

Ejemplos 2 a 6

Se obtuvieron hilos monofilamentos de PTT y cepillos de dientes de la misma manera que en el ejemplo 1, excepto que el tratamiento térmico se realizó bajo las condiciones indicadas en la tabla 1. Las propiedades físicas y recuperación de la flexión de los hilos monofilamentos y la evaluación de los cepillos de dientes así obtenidos se muestran en la tabla 1.

Ejemplo 7

Se produjo un hilo monofilamento de PTT de la misma manera que en el ejemplo 1 a partir de un polímero PTT que tenía una viscosidad intrínseca $[\eta]$ de 1,13 dl/g y contenía 0,1% en peso de óxido de titanio. Este hilo monofilamento se sometió también a un tratamiento térmico bajo las condiciones del ejemplo 3 originándose un hilo monofilamento de PTT de acuerdo con la presente invención. A partir del hilo monofilamento resultante se produjeron cepillos de dientes de la misma manera que en el ejemplo 1.

Las propiedades físicas y recuperación de la flexión del hilo monofilamento y la evaluación de los cepillos de dientes así obtenidos se muestran en la tabla 1.

Ejemplos 8 a 10

Se produjeron hilos monofilamentos de PTT de la misma manera que en el ejemplo 1, excepto que se cambió el contenido de óxido de titanio a 0% (ejemplo 8), 3% en peso (ejemplo 9) y 6% en peso (ejemplo 10) respectivamente y después se sometieron a un tratamiento térmico bajo las mismas condiciones que en el ejemplo 3 originándose hilos monofilamentos de PTT de acuerdo con la presente invención. Los hilos monofilamentos de PTT resultantes se suministraron después a un proceso de producción de cepillos de dientes.

Las propiedades físicas y recuperación de la flexión de los hilos monofilamentos y la evaluación de los cepillos de dientes así obtenidos se muestran en la tabla 1.

Ejemplos comparativos 1 y 2

Se obtuvieron hilos monofilamentos de PTT y cepillos de dientes de la misma manera que en el ejemplo 1, excepto que el tratamiento térmico se realizó bajo las condiciones definidas en la tabla 2. Las propiedades físicas y recuperación de la flexión de los hilos monofilamentos y la evaluación de los cepillos de dientes así obtenidos se muestran en la tabla 2.

Ejemplo comparativo 3

Se produjo un hilo monofilamento a partir de un polímero PTT que tenía una viscosidad intrínseca $[\eta]$ de 0,70 dl/g y contenía 0,1% en peso de óxido de titanio bajo las mismas condiciones que en el ejemplo 1. Este hilo monofilamento de PTT se sometió después a un tratamiento térmico bajo las mismas condiciones que en el ejemplo 3 originándose un hilo monofilamento final de PTT. Se prepararon cepillos de dientes usando el hilo monofilamento resultante de la misma manera que en el ejemplo 1.

Las propiedades físicas y recuperación de la flexión de los hilos monofilamentos y la evaluación de los cepillos de dientes así obtenidos se muestran en la tabla 2.

Ejemplo comparativo 4

Se obtuvo un hilo monofilamento final de PTT bajo las mismas condiciones de producción que en el ejemplo 1 y las mismas condiciones de tratamiento térmico que en el ejemplo 3, excepto que el tamaño de fibras medido después del tratamiento térmico fue 44 dtex.

Se prepararon cepillos de dientes usando el hilo monofilamento resultante de la misma manera que en el ejemplo 1.

Las propiedades físicas y recuperación de la flexión de los hilos monofilamentos y la evaluación de los cepillos de dientes así obtenidos se muestran en la tabla 2.

Ejemplo comparativo 5

Se prepararon cepillos de dientes de la misma manera que en el ejemplo 1 a partir de hilo monofilamento de nailon 612 (denominado en lo sucesivo N612) que había sido tratado térmicamente bajo las condiciones indicadas en la tabla 2. Las propiedades físicas y recuperación de la flexión de los hilos monofilamentos y la evaluación de los cepillos de dientes así obtenidos se muestran en la tabla 2.

Tabla 1

Ejemplo	Clase de polímero	Viscosidad intrínseca del hilo (dl/g)	Tratamiento térmico			Tamaño del hilo (dtex)	Diámetro (mm)	Carga de rotura (cN/dtex)	Alargamiento en la rotura (%)
			Temperatura (°C)	Tiempo (min)	Índice de relajación (%)				
1	PTT	0,90	120	60	5	373	0,19	2,8	54,2
2	PTT	0,90	140	60	5	375	0,19	2,6	53,1
3	PTT	0,90	160	60	10	393	0,20	2,4	60,3
4	PTT	0,90	110	60	5	372	0,19	2,8	53,8
5	PTT	0,90	160	60	0	358	0,18	2,9	46,5
6	PTT	0,90	160	60	-2	350	0,18	2,9	40,7
7	PTT	1,09	160	60	10	391	0,20	3,3	50,5
8	PTT	0,90	160	60	10	396	0,20	2,5	59,2
9	PTT	0,90	160	60	10	395	0,20	2,2	54,8
10	PTT	0,90	160	60	10	398	0,20	2,1	51,7

Tabla 1 (continuación)

Ejemplo	Contracción en agua hirviendo (%)	T _{max} (°C)	Grado de cristalinidad (%)	Recuperación de la flexión		Verticalidad inicial	Resistencia a la separación	Daño al hilo	Ensayo de abrasión de la chapa de cobre	Sensación de uso
				35°C	60°C					
1	1,4	119,3	93,1	77,3	38,5	O	O	O	4,3	4,6
2	1,2	113,0	93,0	78,9	40,1	O	O	O	4,2	4,5
3	0,6	110,0	91,9	82,7	48,3	O	O	O	4,1	4,3
4	1,8	119,5	93,7	76,3	38,1	O	O	O	4,3	4,7
5	1,5	111,2	93,3	78,1	38,4	O	O	O	4,2	4,2
6	1,7	113,4	93,8	75,9	37,9	O	O	O	4,1	4,1
7	0,8	112,8	92,5	83,7	47,1	O	O	O	4,1	4,1
8	0,6	109,8	92,1	83,0	49,0	O	O	O	4,2	4,4
9	0,5	109,4	91,4	81,6	47,9	O	O	O	3,9	4,1
10	0,5	109,6	91,2	80,4	43,2	O	O	Δ	3,7	3,8

Tabla 2

Ejemplo comparativo	Clase de polímero	Viscosidad intrínseca del hilo (dl/g)	Tratamiento térmico			Tamaño del hilo (dtex)	Diámetro (mm)	Carga de rotura (cN/dtex)	Alargamiento en la rotura (%)
			Temperatura (°C)	Tiempo (min)	Índice de relajación (%)				
1	PTT	0,90	90	30	3	363	0,18	2,9	50,1
2	PTT	0,90	190	60	12	396	0,20	1,9	68,4
3	PTT	0,67	160	60	10	391	0,20	1,8	48,6
4	PTT	0,90	160	60	10	44	0,07	2,5	57,7
5	N612	-	110	60	10	248	0,18	3,7	28,4

Tabla 2 (continuación)

Ejemplo Comparativo	Contracción en agua hirviendo (%)	T _{max} (°C)	Grado de cristalinidad (%)	Recuperación de la flexión		Verticalidad inicial	Resistencia a la abertura	Daño al hilo	Ensayo de abrasión de la chapa de cobre	Sensación de uso
				35°C	60°C					
1	3,5	121,3	93,7	63,3	28,0	X	X	O	4,3	4,8
2	0,3	104,5	91,2	85,4	49,2	O	O	X	3,7	3,7
3	0,5	107,0	88,2	65,2	34,3	O	X	X	4,2	4,6
4	0,7	110,3	92,6	70,2	35,0	O	Δ	Δ	4,7	4,7
5	0,5	-	-	68,6	33,4	O	X	X	2,6	2,8

De las tablas anteriores se deduce:

De acuerdo con los ejemplos 1 a 10, cualquiera de los hilos monofilamentos de PTT de la presente invención tiene una contracción en agua hirviendo apropiada, por lo que los cepillos de dientes resultantes no sufren deformación ni arrugamiento de las cerdas y tienen una verticalidad inicial excelente. También, la recuperación de la flexión fue lo suficientemente alta para exhibir una resistencia excelente a la separación en un ensayo real. Apenas se observó daño en las cerdas, lo cual indica una duración grande. En el ensayo de abrasión de la chapa de cobre, la superficie de la chapa de cobre quedó dañada ligeramente y la sensación de uso fue muy suave. Así, el hilo monofilamento de PTT es adecuado para cerdas de cepillos de dientes.

En el ejemplo comparativo 1, como la contracción del hilo monofilamento en agua hirviendo fue excesivamente alta, se observó deformación o arrugamiento de las cerdas del cepillo de dientes resultante y la verticalidad inicial de las cerdas no fue favorable. También, el hilo monofilamento tuvo una baja recuperación de la flexión y, por lo tanto, las cerdas se separaron mucho en el ensayo de uso real del cepillo de dientes.

En el ejemplo comparativo 2, se produjo rotura durante el tratamiento térmico porque la temperatura del tratamiento térmico fue demasiado alta. Como el hilo monofilamento resultante tiene baja contracción en agua hirviendo y baja resistencia, se produjo rasgado o desgaste de las cerdas del cepillo de dientes en el ensayo de uso real. También, la sensación de uso fue algo dura.

En el ejemplo comparativo 3, como la viscosidad intrínseca del hilo monofilamento fue demasiado baja, la carga de rotura y la recuperación de la flexión fueron también bajas, por lo que se produjo rasgado o desgaste de las cerdas durante el ensayo de uso real. También, la resistencia de las cerdas a la separación fue baja.

En el ejemplo comparativo 4, como el tamaño de las fibras del hilo monofilamento fue demasiado pequeño, la resistencia absoluta del hilo monofilamento individual fue insuficiente y la recuperación de la flexión fue baja, por lo que se observó algo de rasgado o desgaste en el ensayo de uso real del cepillo de dientes. También, la separación de las cerdas fue algo grande.

En el ejemplo comparativo 5, el hilo monofilamento de N612 tuvo baja recuperación de la flexión. En el ensayo real de uso del cepillo de dientes, se observó rasgado o desgaste de las cerdas. El grado de daño de la superficie de la chapa de cobre fue ligeramente grande y la sensación de uso fue dura.

Capacidad de explotación en la industria

El hilo monofilamento de la presente invención tiene un módulo de Young bajo y es blando. Cuando se aplica, por ejemplo, a un cepillo de dientes, la aptitud de procesamiento durante la producción es excelente. El cepillo resultante tiene una sensación suave de uso. Los dientes y/o encías no son dañados por un cepillo de dientes que usa el hilo monofilamento de la presente invención. El hilo monofilamento tiene contracción térmica baja y, por lo tanto, un cepillo de dientes fabricado a partir de este hilo monofilamento tiene una calidad tal que el cepillo es excelente en cuanto a verticalidad (linealidad) inicial de las cerdas y no sufre deformación o arrugamiento de las cerdas a causa de un tratamiento térmico, como esterilización con agua caliente. Además, como el hilo monofilamento de la presente invención tiene una rigidez, recuperación del estiramiento o recuperación de la flexión favorables, un cepillo de dientes fabricado con cerdas de este hilo monofilamento no sufre daño, desgaste o separación de las cerdas, por lo que tiene una duración excelente.

El hilo monofilamento de PTT de la presente invención es útil para cerdas de cepillos, incluidos cepillos de dientes, cepillos cosméticos, cepillos del cabello y diversos cepillos industriales. También es útil para redes de pescar, cuerdas de cañas de pescar, céspedes artificiales, cremalleras, cierres mágicos, cordajes de raquetas de tenis, cuerdas de instrumentos musicales, hilos de conexión para tejidos tridimensionales, telas tejidas o tricotadas para tapicerías de sillas, fieltros para máquinas de fabricación de papel, mallas para máquinas de fabricación de papel, tamices, filtros, correas, hilo para cosidos industriales y cuerdas.

REIVINDICACIONES

5 1. Un hilo monofilamento de poli(tereftalato de trimetileno), constituido por un poli(tereftalato de trimetileno) compuesto de 90% en moles o más de unidades repetitivas de poli(tereftalato de trimetileno) y 10% en moles o menos de unidades repetitivas de otros ésteres, en el que el hilo tiene un tamaño de fibras individuales de 50 dtex o más, una viscosidad intrínseca en el intervalo de 0,8 a 1,3 dl/g, una contracción en agua hirviendo de 2% o menos y una carga de rotura de 2,2 cN/dtex o más.

10 2. Un hilo monofilamento de poli(tereftalato de trimetileno) de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la contracción en agua hirviendo está en el intervalo de 0 a 1,5%.

3. Un hilo monofilamento de poli(tereftalato de trimetileno) de acuerdo con la reivindicación 1 ó 2, en el que la temperatura correspondiente al valor máximo de la tangente de la pérdida mecánica está en el intervalo de 100 a 120°C.

15 4. Un hilo monofilamento de poli(tereftalato de trimetileno) de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que el hilo contiene partículas, en una proporción de 0,01 a 5% en peso, que tienen un diámetro medio en el intervalo de 0,01 a 5 μm .

20 5. Un cepillo provisto de cerdas del hilo monofilamento de poli(tereftalato de trimetileno) de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4.

25 6. Un método para producir un hilo monofilamento de poli(tereftalato de trimetileno), en el que después de hilar y estirar un hilo monofilamento de poli(tereftalato de trimetileno) que tiene un tamaño de fibras de 50 dtex o más, el hilo monofilamento de poli(tereftalato de trimetileno) se somete a un tratamiento térmico realizado bajo un índice de relajación en el intervalo de -10 a +15% y a una temperatura de tratamiento térmico en el intervalo de 100 a 180°C, en el que el índice de relajación se calcula de acuerdo con la siguiente fórmula:

$$30 \quad \text{Índice de relajación (\%)} = \{(L_0 - L_1)/L_0\} \times 100$$

en la que L_0 es la longitud del hilo monofilamento antes del tratamiento térmico y L_1 es la longitud del hilo monofilamento restringido durante el tratamiento térmico.

35 7. Un método de acuerdo con la reivindicación 6, en el que el índice de relajación está en el intervalo de 1 a 15%.

40

45

50

55

60

65

Fig.1

