



①9



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

①1 Número de publicación: **2 271 038**

⑤1 Int. Cl.:

D01F 6/62 (2006.01)

D01F 6/84 (2006.01)

①2

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

⑧6 Número de solicitud europea: **01948014 .4**

⑧6 Fecha de presentación : **13.07.2001**

⑧7 Número de publicación de la solicitud: **1304402**

⑧7 Fecha de publicación de la solicitud: **23.04.2003**

⑤4 Título: **Fibra de poliéster.**

③0 Prioridad: **14.07.2000 JP 2000-213948**
07.08.2000 JP 2000-238251

④5 Fecha de publicación de la mención BOPI:
16.04.2007

④5 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
16.04.2007

⑦3 Titular/es: **TEIJIN LIMITED**
6-7, Minamihonmachi 1-chome
Chuo-ku, Osaka-shi, Osaka 541-0054, JP

⑦2 Inventor/es: **Tsukamoto, Ryoji**

⑦4 Agente: **Elzaburu Márquez, Alberto**

ES 2 271 038 T3

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

DESCRIPCIÓN

Fibra de poliéster.

5 Campo técnico

La presente invención se refiere a fibras de poliéster y más particularmente se refiere a fibras de poliéster que poseen resistencias a la hidrólisis y a la fatiga por flexión a altos niveles, y que son adecuadamente utilizables en aplicaciones de fabricación de lonas, cubiertas estriadas de neumáticos y tejidos esterilizados.

10 Antecedentes de la técnica

Como se sabe, los copoliésteres se han usado extensamente en fibras, resinas, películas o análogos, debido a sus excelentes prestaciones. Especialmente, las fibras de poliéster son excelentes en cuanto a estabilidad dimensional, resistencias al calor, química y a la luz y otras propiedades, habiéndose utilizado en varios campos, tanto en usos en ropas como en otros usos.

En este ámbito, las fibras de poliéster se han utilizado recientemente incluso para la fabricación de lonas, tales como lonas secantes, cubiertas de neumáticos estriadas y tejidos esterilizados, tales como vestimentas médicas, desde el punto de vista de su excelencia en cuanto a resistencia física y resistencia a la fatiga por flexión. En las aplicaciones de lonas secantes y tejidos esterilizados se requieren, entre otras propiedades, altas resistencias a la fatiga y a la hidrólisis, suficientes para soportar usos a altas temperatura y humedad. Sin embargo, los copoliésteres presentan los problemas consistentes en que sufren hidrólisis a altas temperatura y humedad, disminuyendo el peso molecular entre otros efectos, debido a las características químicas de los mismos, con el resultado de que el copoliéster es inadecuado para usos durante largos periodos a altas temperatura y humedad.

Con objeto de resolver estos problemas, en los documentos, por ejemplo, JP-A n° 54-6051 (1976) y JP-A n° 3-104919 (1991) (de aquí en adelante, JP-A significa Publicación de Patente Japonesa no examinada) se proponen métodos para añadir un compuesto epoxi o un compuesto carbodiimida como métodos para reducir la concentración de grupos carboxilo terminales del poli(tereftalato de etileno). Si bien la resistencia a la hidrólisis se mejora en cierta extensión según estos métodos, los copoliésteres son incapaces de soportar usos durante largos periodos, de manera que los problemas no se han resuelto todavía.

Por otra parte, en el documento JP-A n° 8-120521 (1996) se propone el uso de filamentos en los que se usa un poli(tereftalato de trimetileno) como método para aumentar la resistencia a la fatiga por flexión. Si bien las resistencias tanto a la fatiga por flexión como a la hidrólisis se mejoran considerablemente, la resistencia de los filamentos a la hidrólisis durante largos periodos y usos continuos a altas temperaturas y humedad no ha alcanzado todavía un nivel suficiente debido al bajo punto de transición vítrea del poli(tereftalato de trimetileno).

En el documento EP 1006 220 A1 se describe una fibra de poliéster preparada usando como polímero poli(tereftalato de trimetileno) con el que se copolimeriza un tercer componente.

Descripción de la invención

Un objetivo de la presente invención es resolver los problemas encontrados hasta el momento en la técnica precedente anteriormente descrita y proporcionar fibras de poliéster que poseen resistencias tanto a la hidrólisis como a la fatiga por flexión y que son capaces de soportar usos continuos y durante largos periodos a altas temperatura y humedad.

50 Mejor modo de llevar a cabo la invención

El modo de llevar a cabo la presente invención será detallado más adelante.

En la presente invención es necesario, para el copoliéster que se forma en las fibras de poliéster, satisfacer los requisitos (a) a (c), expuestos en la reivindicación 1 adjunta.

Los respectivos requisitos (a) a (c) de la presente invención se detallarán más adelante.

Quando la cantidad total del componente ácido tereftálico y del componente ácido 2,6-naftalendicarboxílico es menor que 90 mol% con respecto a la totalidad de componente ácido dicarboxílico, las resistencias a la hidrólisis y al calor, la textura y otras propiedades de las fibras resultantes empeoran.

El caso en el que la cantidad de componente ácido tereftálico es 98 mol% o mayor y/o la cantidad de componente ácido 2,6-naftalendicarboxílico es menor que 2 mol% es desfavorable, debido a que la resistencia a la hidrólisis de las fibras resultantes se vuelve insuficiente.

Como cantidades de componente ácido tereftálico y componente ácido 2,6-naftalendicarboxílico, el componente ácido tereftálico se ajusta de 5 a 95 mol% y el componente ácido 2,6-naftalendicarboxílico se ajusta de 95 a 5 mol%, y

es preferible mantener la cantidad total de componente ácido tereftálico y componente ácido 2,6-naftalendicarboxílico dentro del intervalo de 92 mol% o más con respecto a la totalidad de componente ácido dicarboxílico, siendo más preferible ajustar el componente ácido tereftálico de 8 a 92 mol% y el componente ácido 2,6-naftalendicarboxílico de 92 a 8 mol% y mantener la cantidad total de componente ácido tereftálico y componente ácido 2,6-naftalendicarboxílico dentro del intervalo de 95 mol% o más con respecto a la totalidad de componente ácido dicarboxílico.

Los inventores han descubierto que cuando la cantidad total de componente trimetilenglicol y de componente 1,4-ciclohexanodimetanol es menor que 90 mol% con respecto a la totalidad de componente glicol, las resistencias a la hidrólisis y al calor, la textura y otras propiedades de las fibras resultantes empeoran.

Los inventores han descubierto que cuando el componente ácido 2,6-naftalendicarboxílico no está contenido como componente ácido dicarboxílico del copoliéster, el caso en el que la cantidad de componente trimetilenglicol es menor que 22 mol% y/o la cantidad de componente 1,4-ciclohexanodimetanol es mayor que 78 mol% es desfavorable, debido a que las fibras resultantes son duras al tacto y el punto de fusión aumenta para disminuir la procesabilidad del moldeado. Además, los inventores han descubierto que la resistencia a la hidrólisis de las fibras resultantes se vuelve insuficiente si la cantidad de componente trimetilenglicol es 98 mol% o mayor y/o la cantidad de componente 1,4-ciclohexanodimetanol es menor que 2 mol%.

Además, es necesario que el valor total de la suma de mol% de componente ácido 2,6-naftalendicarboxílico y de mol% de componente 1,4-ciclohexanodimetanol en el copoliéster de la presente invención sea 2 mol% o mayor. El objetivo de la presente invención sólo puede alcanzarse si el valor total de la suma se mantiene dentro de este intervalo.

Pueden copolimerizarse con el copoliéster formado en las fibras de poliéster de la presente invención otros componentes diferentes del componente ácido tereftálico, componente ácido 2,6-naftalendicarboxílico, componente trimetilenglicol y componente 1,4-ciclohexanodimetanol, dentro del intervalo adecuado para no deteriorar las características del copoliéster, preferiblemente dentro del intervalo de 5 mol% o menos, con respecto a la totalidad de componente ácido dicarboxílico.

Ejemplos de componente de copolimerización incluyen ácidos dicarboxílicos aromáticos, tales como ácido isoftálico, ácido o-ftálico, ácido difenildicarboxílico, ácido difenil-éter-dicarboxílico, ácido difenilsulfonadicarboxílico, ácido benzofenona-dicarboxílico, ácido fenilindanodicarboxílico, una sal metálica del ácido 5-sulfoxiisoftálico o una sal de fosfonio del ácido 5-sulfoxiisoftálico; y difenoles, tales como hidroquinona, 2,2-bis(4-hidroxifenil)propano, resorcinol, catecol, dihidroxinaftaleno, dihidroxibifenilo o dihidroxidifenilsulfona. Los componentes pueden usarse individualmente o como combinación de dos o más tipos de los mismos.

La temperatura de transición vítrea del copoliéster formado en las fibras de la presente invención es preferiblemente 45°C o superior. Cuando la temperatura de transición vítrea es 45°C o superior, la resistencia a la hidrólisis es más elevada. El intervalo de temperaturas de transición vítrea es más preferiblemente 46°C o superior, siendo especialmente preferible 48°C o superior.

Cuando la temperatura de transición vítrea es demasiado alta, la moldeabilidad del polímero disminuye. Por tanto, la temperatura de transición vítrea puede ser normalmente 85°C o menor, siendo preferiblemente 80°C o menor.

El copoliéster formado en las fibras de poliéster de la presente invención posee una concentración de grupos carboxilo terminales preferiblemente dentro del intervalo de 30 eq/ton o menor. Cuando la concentración de grupos carboxilo terminales se encuentra en dicho intervalo, la resistencia de las fibras a la hidrólisis resulta más mejorada. La concentración de grupos carboxilo terminales se encuentra más preferiblemente dentro del intervalo de 25 eq/ton o menor, especial y preferiblemente dentro del intervalo de 20 eq/ton o menor.

Preferiblemente, se añade y se mezcla uniformemente un compuesto de tipo bisoxazolina en cantidad de 0,05% a 5% en peso con respecto al copoliéster, de manera que el hilado del fundido se lleva entonces a cabo preferiblemente cuando el copoliéster usado en la presente invención se ha hilado fundido y formado en las fibras de poliéster. Cuando la cantidad añadida de compuesto bisoxazolina está comprendida en este intervalo, la concentración de grupos carboxilo terminales de las fibras de poliéster resultantes se vuelve mucho más baja, con lo que, como resultado, se ejerce un efecto sobre la supresión de la disminución de la viscosidad intrínseca, mejorándose la resistencia a la hidrólisis y otras propiedades sin aumentar demasiado el grado de polimerización del copoliéster y sin disminuir la moldeabilidad del fundido o sin disminuir la resistencia de las fibras de poliéster resultantes al calor. La cantidad añadida de compuesto bisoxazolina se encuentra más preferiblemente en el intervalo de 0,07% a 4% en peso, especial y preferiblemente en el intervalo de 0,1% a 3% en peso.

Ejemplos de compuestos de tipo bisoxazolina útiles en este caso incluyen 2,2'-bis(2-oxazolina), 2,2'-bis(4-metil-2-oxazolina), 2,2'-bis(4,4-dimetil-2-oxazolina), 2,2'-bis(4-etil-2-oxazolina), 2,2'-bis(4,4'-dietil-2-oxazolina), 2,2'-bis(4-propil-2-oxazolina), 2,2'-bis(4-butil-2-oxazolina), 2,2'-bis(4-hexil-2-oxazolina), 2,2'-bis(4-fenil-2-oxazolina), 2,2'-bis(4-ciclohexil-2-oxazolina), 2,2'-bis(4-bencil-2-oxazolina), 2,2'-p-fenilen-bis(2-oxazolina), 2,2'-m-fenilen-bis(2-oxazolina), 2,2'-o-fenilen-bis(2-oxazolina), 2,2'-p-fenilen-bis(4-metil-2-oxazolina), 2,2'-p-fenilen-bis(4,4-dimetil-2-oxazolina), 2,2'-m-fenilen-bis(4-metil-2-oxazolina), 2,2'-m-fenilen-bis(4,4-dimetil-2-oxazolina), 2,2'-etilén-bis(2-oxazolina), 2,2'-tetrametilen-bis(2-oxazolina), 2,2'-hexametilen-bis(2-oxazolina), 2,2'-octametilen-bis(2-oxazolina), 2,2'-decametilen-bis(2-oxazolina), 2,2'-etilen-bis(4-metil-2-oxazolina), 2,2'-tetrametilen-bis(4,4-dimetil-2-oxa-

zolina), 2,2'-9,9'-difenoxtano-bis(2-oxazolona), 2,2'-ciclohexileno-bis(2-oxazolona), 2,2'-difenileno-bis(2-oxazolona) y análogos. Entre ellos, 2,2'-bis(2-oxazolona) es el de mayor preferencia desde el punto de vista de la reactividad con el copoliéster.

5 Además, se puede usar individualmente un tipo de compuesto bisoxazolona de los descritos anteriormente o se pueden usar dos o más tipos en combinación en la medida en que el compuesto bisoxazolona es efectivo para alcanzar el objetivo de la presente invención.

10 Aunque los métodos para añadir el compuesto bisoxazolona al copoliéster no están especialmente restringidos, cuando el compuesto bisoxazolona se añade al copoliéster en la presente invención se adoptan preferiblemente métodos para disolver el compuesto bisoxazolona, por ejemplo, en un disolvente orgánico no reactivo con el compuesto bisoxazolona, añadiendo el compuesto bisoxazolona a virutas de poliéster o a un poliéster en estado fundido y mezclando el compuesto bisoxazolona con las virutas de poliéster o con el poliéster en estado fundido; métodos para añadir el compuesto bisoxazolona en forma de polvo a las virutas de poliéster o al poliéster en estado fundido, mezclando el compuesto bisoxazolona con las virutas de poliéster o el poliéster en estado fundido; métodos para premezclar el compuesto bisoxazolona en un poliéster, por ejemplo, poli(tereftalato de trimetileno) o poli(tereftalato de etileno), proporcionando así una alta concentración y mezclando las virutas tratadas principales resultantes con las virutas de poliéster sin adición del compuesto; y métodos análogos.

20 Cuando el copoliéster usado en la presente invención se hila a partir del estado fundido y se forma en las fibras de poliéster, se añade preferiblemente y se mezcla uniformemente con el poliéster un compuesto de tipo policarbodiimida en una cantidad comprendida en el intervalo de 0,05% a 5% en peso con respecto al copoliéster. Cuando la cantidad de compuesto de tipo policarbodiimida añadida está en este intervalo, la concentración de grupos carboxilo terminales de las fibras de poliéster resultantes se vuelve mucho más baja, con lo que, como resultado, se ejerce un efecto sobre la supresión de la disminución de la viscosidad intrínseca, mejorándose la resistencia a la hidrólisis y otras propiedades sin aumentar demasiado el grado de polimerización del copoliéster y sin disminuir la moldeabilidad del fundido o sin disminuir la resistencia de las fibras de poliéster resultantes al calor. La cantidad añadida de compuesto policarbodiimida se encuentra preferiblemente en el intervalo de 0,07% a 4% en peso, especial y preferiblemente en el intervalo de 0,1% a 3% en peso.

30 El compuesto poli(2,4,6-triisopropilfenil)-1,3-carbodiimida es el de mayor preferencia como compuesto de tipo policarbodiimida desde el punto de vista de la reactividad con el copoliéster.

35 Aunque los métodos para añadir el compuesto policarbodiimida al copoliéster no están especialmente restringidos, cuando el compuesto policarbodiimida se añade al copoliéster en la presente invención se adoptan especial y preferiblemente métodos para premezclar el compuesto policarbodiimida con un poliéster, por ejemplo, poli(tereftalato de trimetileno) o poli(tereftalato de etileno), en alta concentración, proporcionando virutas tratadas principales, uniéndolas a continuación con las demás virutas y mezclando así el compuesto policarbodiimida con el copoliéster.

40 Se puede añadir adicionalmente un compuesto monocarbodiimida en una cantidad comprendida en el intervalo de 0,01% a 3% en peso con respecto al copoliéster cuando se añade el compuesto policarbodiimida para hilar el copoliéster fundido y formar el copoliéster en las fibras de poliéster en la presente invención. La cantidad de compuesto monocarbodiimida añadida se encuentra preferiblemente comprendida en el intervalo de 0,03% a 2% en peso, especial y preferiblemente en el intervalo de 0,05% a 1% en peso. El compuesto bis(2,6-diisopropilfenil)carbodiimida es el de mayor preferencia como compuesto de tipo monocarbodiimida desde el punto de vista de la reactividad con el copoliéster.

50 La viscosidad intrínseca del copoliéster formado en las fibras de poliéster en la presente invención es preferiblemente 0,52 a 1,6. Cuando la viscosidad intrínseca es menor que 0,52, las características mecánicas del copoliéster empeoran y la resistencia de las fibras finales obtenidas tiende a ser insuficiente. Cuando la viscosidad intrínseca sobrepasa el valor 1,6, existe una tendencia a disminuir la fluidez durante el fundido del polímero y a disminuir la moldeabilidad. La viscosidad intrínseca del copoliéster se encuentra comprendida preferiblemente en el intervalo de 0,53 a 1,5, más preferiblemente en el intervalo de 0,55 a 1,4.

55 El copoliéster puede producirse mediante un método conocido convencional, pudiendo adoptarse métodos para someter, por ejemplo, un componente ácido tereftálico, un componente ácido 2,6-naftalendicarboxílico y un componente glicol a reacción de esterificación, o someter componentes ésteres de alquilo inferiores del ácido tereftálico, el ácido 2,6-naftalendicarboxílico y el componente glicol a transesterificación en presencia de un catalizador de transesterificación, dando lugar a un bisglicol éster y/o un precondensado del mismo y sometiendo seguidamente el bisglicol resultante y/o el precondensado del mismo a reacción de policondensación en presencia de un catalizador de policondensación, y métodos análogos.

65 La polimerización en fase sólida, con objeto de elevar el grado de polimerización o de reducir el contenido en grupos carboxilo terminales del polímero, puede llevarse a cabo preferiblemente mediante un método conocido convencional.

Si es necesario, el copoliéster usado en la presente invención puede contener una pequeña cantidad de un aditivo, por ejemplo, un lubricante, pigmento, colorante, antioxidante, promotor de polimerización en fase sólida, blanqueador

ES 2 271 038 T3

fluorescente, agente antiestático, agente antimicrobiano, absorbente de radiación ultravioleta, estabilizante a la luz, estabilizante al calor, bloqueador de luz o agente deslustrante.

La viscosidad intrínseca de las fibras de poliéster de la presente invención se encuentra preferiblemente en el intervalo de 0,5 a 1,5. Cuando la viscosidad intrínseca se encuentra en este intervalo, la resistencia mecánica de las fibras finales obtenidas es suficientemente alta y la manipulación resulta mejorada. La viscosidad intrínseca se encuentra más preferiblemente en el intervalo de 0,52 a 1,4, especial y preferiblemente en el intervalo de 0,55 a 1,3.

La concentración de grupos carboxilo terminales de las fibras de poliéster de la presente invención se encuentra preferiblemente en el intervalo de 15 eq/ton o menor. Cuando la concentración de grupos carboxilo terminales se encuentra en este intervalo, la resistencia de las fibras a la hidrólisis resulta más mejorada. La concentración de grupos carboxilo terminales se encuentra más preferiblemente en el intervalo de 12 eq/ton o menor, especial y preferiblemente en el intervalo de 10 eq/ton o menor.

La resistencia a la tensión de las fibras de poliéster de la presente invención se encuentra preferiblemente en el intervalo de 1,5 a 4,5 cN/dtex. Cuando la resistencia a la tensión se encuentra en este intervalo, las prestaciones de los productos finales obtenidos son suficientes y su manipulación resulta mejorada. La resistencia a la tensión se encuentra más preferiblemente en el intervalo de 2,0 a 4,0 cN/dtex, especial y preferiblemente en el intervalo de 2,5 a 3,5 cN/dtex.

Cuando se producen las fibras de poliéster de la presente invención, las etapas de hilado del fundido y estirado no están especialmente restringidas, de manera que las fibras de poliéster se pueden producir mediante un proceso conocido convencional para producir fibras de poliéster. Por ejemplo, métodos para hilar el poliéster, seguidos de devanado del hilo no estirado y separadamente de estiramiento del hilo no estirado; métodos para estirar continuamente el hilo no estirado sin devanar una vez el hilo no estirado; y métodos para hilar el poliéster fundido seguidos de enfriamiento y solidificación del hilo no estirado en un baño de coagulación y estirado subsiguiente del hilo no estirado en condiciones de calentamiento por contacto, tales como en un medio de calentamiento o con un rodillo caliente o similar, o con un medio de calentamiento del tipo sin contacto o similar.

Cuando se permite que la proporción de estirado total esté comprendida en el intervalo de 2,5 a 6,0 veces el estirado del hilo fundido hilado no estirado, la resistencia a la hidrólisis y la resistencia a la tensión de las fibras finales obtenidas puede hacerse compatible a altos niveles, la proporción de ruptura del hilo en la etapa de estirado es baja y la productividad resulta más mejorada. La proporción de estirado total se encuentra más preferiblemente en el intervalo de 2,8 a 5,5 veces, especial y preferiblemente en el intervalo de 3,0 a 5,0 veces.

La etapa de estirado puede tener lugar a través de sólo una fase de estirado o de dos o más fases de estirado. Cuando, por ejemplo, se adoptan dos fases de estirado, la proporción de estirado en la primera fase puede ser de 2,0 a 5,5 veces, la proporción de estirado en la segunda fase puede ser aproximadamente de 1,0 a 2,0 veces y la proporción de estirado total puede ajustarse a 2,5 a 6,0 veces.

La forma de la hiladora usada para el hilado cuando se producen las fibras de poliéster de la presente invención no está restringida, pudiendo adoptarse cualquier una entre las formas circular, de sección cruzada modificada, maciza, hueca y así sucesivamente.

Ejemplos

La presente invención se detalla de manera más específica mediante los Ejemplos que se dan a continuación, si bien no se pretende de ninguna manera que estos Ejemplos limiten la presente invención. Los valores respectivos de los Ejemplos siguientes se midieron según los siguientes métodos:

(1) Viscosidad intrínseca

Las medidas se efectuaron utilizando o-clorofenol como disolvente a una temperatura de 35°C, determinándose la viscosidad intrínseca a partir de la viscosidad relativa según el método convencional.

(2) Resistencia a la tensión y elongación a la tensión

Las medidas se llevaron a cabo según el método descrito en el documento JIS L1070.

(3) Concentración de grupos carboxilo terminales

Las medidas se efectuaron según el método descrito en el artículo Makromol. Chem., 26, 226 (1958).

(4) Contenidos en ácido tereftálico y ácido 2,6-naftalendicarboxílico del polímero

Se colocó una muestra, junto con una cantidad de metanol en exceso, en un tubo que se cerró herméticamente. Se sometió la muestra a descomposición con el metanol a 260°C durante 4 horas en autoclave y se determinó el contenido en tereftalato de dimetilo y 2,6-naftalendicarboxilato de dimetilo del producto de descomposición resultante mediante

ES 2 271 038 T3

el uso de un cromatógrafo de gases (HP6890 Series GC System, fabricado por HEWLETT PACKARD CO.), con objeto de determinar la relación molar de ácido tereftálico a ácido 2,6-naftalendicarboxílico.

(5) *Contenido del polímero en trimetilenglicol*

Se colocó una muestra, junto con una cantidad de metanol en exceso, en un tubo que se cerró herméticamente. Se sometió la muestra a descomposición con el metanol a 260°C durante 4 horas en autoclave y se determinó el contenido en trimetilenglicol y el contenido en tereftalato de dimetilo del producto de descomposición resultante mediante el uso de un cromatógrafo de gases (HP6890 Series GC System, fabricado por HEWLETT PACKARD CO.), con objeto de determinar la relación molar de trimetilenglicol con respecto al tereftalato de dimetilo.

(6) *Evaluación de la resistencia a la hidrólisis*

Se trató una muestra de hilo no estirado con calor húmedo en autoclave bajo las condiciones de 130°C de temperatura, durante 30 horas y con una humedad relativa del 100%. Se midió la disminución de la viscosidad intrínseca antes y después del tratamiento con calor húmedo, con objeto de indicar el porcentaje de retención de la misma. La retención de la resistencia a la hidrólisis, que es el objetivo de la presente invención, es 90% o superior.

(7) *Evaluación de la resistencia a la fatiga por flexión*

La resistencia al nudo se midió según el método descrito en el documento JIS L1070 y se calculó el porcentaje de resistencia al nudo con respecto a la resistencia a la tensión, con objeto de efectuar una evaluación relativa.

(8) *Temperatura de transición vítrea*

Se calentó una muestra a una temperatura de 260°C con una velocidad de calentamiento de 10°C/min en un equipamiento DSC2010 Differential Scanning Calorimeter fabricado por TA Instruments Inc. usado como calorímetro diferencial de barrido (DSC). La muestra se enfrió rápidamente a 0°C en un tubo de ensayo, transformándose al estado amorfo. La muestra resultante se calentó seguidamente a una velocidad de calentamiento de 10°C/min, con objeto de medir el punto medio de transición vítrea según el documento JIS K7121.

Ejemplo 1

Se cargó un reactor equipado con un agitador, una columna de destilación y un refrigerante para condensar el destilado de metanol con 90 partes de tereftalato de dimetilo, 12,6 partes de 2,6-naftalendicarboxilato de dimetilo, 54,9 partes de trimetilenglicol y 0,078 partes de tetrabutóxido de titanio como catalizador. La transesterificación tuvo lugar a partir de los 140°C de temperatura, mientras se calentaba gradualmente la muestra y se retiraba del sistema el destilado de metanol producido como resultado de la reacción. La temperatura interna alcanzó los 210°C en el transcurso de las 3 horas siguientes al comienzo de la reacción.

El producto de reacción resultante se transfirió a continuación a otro reactor provisto de un agitador y un refrigerante para condensar el glicol destilado. La reacción de polimerización tuvo lugar mientras se calentaba gradualmente el producto de reacción desde 210°C a 265°C y se reducía la presión, desde la presión atmosférica hasta un alto vacío de 70 Pa. Se monitorizó la viscosidad del fundido del sistema de reacción, terminando la reacción de polimerización cuando la viscosidad intrínseca llegó a 0,75.

El polímero fundido del fondo del reactor se extruyó a un estado fibroso en agua fría, se cortó con una cuchilla para fibras y se convirtió en virutas.

Las virutas resultantes se secaron a una temperatura de 160°C durante 2 horas y se sometieron a reacción de polimerización en fase sólida a una temperatura de 200°C bajo un vacío de 70 Pa y flujo de gas nitrógeno mediante el uso de un equipamiento de polimerización en fase sólida de tipo tambor. En la Tabla 1 se presentan los resultados de viscosidad intrínseca y concentración de grupos carboxilo terminales del polímero obtenido.

El polímero resultante se fundió e hiló, con un caudal de procesamiento de 14,3 g/min y una velocidad de emisión de 400 m/min, mediante una máquina de hilatura por extrusión equipada con una hiladora provista de 24 orificios de hilado circulares con un diámetro de orificio de 0,27 mm. El hilo no estirado obtenido se introdujo en una máquina de tratamiento de estirado equipada con un rodillo de calentamiento a una temperatura de 60°C y una placa calefactora calentada a una temperatura de 160°C, sometándose a tratamiento de estirado a una relación de estirado de 3,8 veces, para proporcionar un hilo estirado de 94 dtex/24-filamentos. Los resultados se presentan en la Tabla 1.

Ejemplo 2

Los procedimientos se llevaron a cabo de la misma manera que en el Ejemplo 1, excepto que el componente ácido dicarboxílico del Ejemplo 1 se sustituyó por 70 partes de tereftalato de dimetilo y 37,7 partes de 2,6-naftalendicarboxilato de dimetilo. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

ES 2 271 038 T3

Ejemplo 3

Los procedimientos se llevaron a cabo de la misma manera que en el Ejemplo 1, excepto que el componente ácido dicarboxílico del Ejemplo 1 se sustituyó por 50 partes de tereftalato de dimetilo y 62,9 partes de 2,6-naftalendicarboxilato de dimetilo. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

Ejemplo 4

Los procedimientos se llevaron a cabo de la misma manera que en el Ejemplo 1, excepto que el componente ácido dicarboxílico del Ejemplo 1 se sustituyó por 20 partes de tereftalato de dimetilo y 100,6 partes de 2,6-naftalendicarboxilato de dimetilo. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

Ejemplo 5

(Comparativo)

Los procedimientos se llevaron a cabo de la misma manera que en el Ejemplo 1, excepto que el componente ácido dicarboxílico del Ejemplo 1 se sustituyó por 125,7 partes de 2,6-naftalendicarboxilato de dimetilo. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

Ejemplo Comparativo 1

Se fundió a una temperatura de 285°C un poli(tereftalato de etileno) con una viscosidad intrínseca de 0,97 y se hiló, con un caudal de procesamiento de 12,8 g/min y una velocidad de emisión de 400 m/min, mediante el uso de una máquina de hilatura por extrusión equipada con una hiladora provista de 24 orificios de hilado circulares con un diámetro de orificio de 0,27 mm. El hilo no estirado resultante se introdujo en una máquina de tratamiento de estirado equipada con un rodillo de calentamiento a una temperatura de 85°C y una placa calefactora calentada a una temperatura de 160°C, sometiéndose a tratamiento de estirado a una relación de estirado de 4,3 veces, para proporcionar un hilo estirado de 93 dtex/24-filamentos. Los resultados se presentan en la Tabla 1.

Ejemplo Comparativo 2

Los procedimientos se llevaron a cabo de la misma manera que en el Ejemplo 1, excepto que el componente ácido dicarboxílico del Ejemplo 1 se sustituyó por sólo 100 partes de tereftalato de dimetilo para proporcionar un homopolímero de poli(tereftalato de trimetileno). Los resultados se muestran en la Tabla 1.

Ejemplo 6

(Comparativo)

Se cargó un reactor equipado con un agitador, una columna de destilación y un refrigerante para condensar el destilado de metanol con 100 partes de tereftalato de dimetilo, 49,4 partes de trimetilenglicol, 10,4 partes de 1,4-ciclohexanodimetanol y 0,078 partes de tetrabutoóxido de titanio como catalizador. La transesterificación tuvo lugar a partir de los 140°C de temperatura, mientras se calentaba gradualmente la muestra y se retiraba del sistema el destilado de metanol producido como resultado de la reacción. La temperatura interna alcanzó los 210°C en el transcurso de las 3 horas siguientes al comienzo de la reacción.

El producto de reacción resultante se transfirió a continuación a otro reactor provisto de un agitador y un refrigerante para condensar el glicol destilado. La reacción de polimerización tuvo lugar mientras se calentaba gradualmente el producto de reacción desde 210°C a 265°C y se reducía la presión, desde la presión atmosférica hasta un alto vacío de 70 Pa. Se monitorizó la viscosidad del fundido del sistema de reacción, terminando la reacción de polimerización cuando la viscosidad intrínseca llegó a 0,75.

El polímero fundido del fondo del reactor se extruyó a un estado fibroso en agua fría, se cortó con una cuchilla para fibras y se convirtió en virutas.

Las virutas resultantes se secaron a una temperatura de 160°C durante 2 horas y se sometieron a reacción de polimerización en fase sólida a una temperatura de 200°C bajo un vacío de 70 Pa y flujo de gas nitrógeno. En la Tabla 1 se presentan los resultados de viscosidad intrínseca y concentración de grupos carboxilo terminales del polímero obtenido.

El polímero resultante se fundió a una temperatura de 265°C y se hiló, con un caudal de procesamiento de 14,5 g/min y una velocidad de emisión de 400 m/min, mediante una máquina de hilatura por extrusión equipada con una hiladora provista de 24 orificios de hilado circulares con un diámetro de orificio de 0,27 mm. El hilo no estirado obtenido se introdujo en una máquina de tratamiento de estirado equipada con un rodillo de calentamiento a una temperatura de 60°C y una placa calefactora calentada a una temperatura de 160°C, sometiéndose a tratamiento de estirado a una relación de estirado de 3,8 veces, para proporcionar un hilo estirado de 95 dtex/24-filamentos. Los resultados se presentan en la Tabla 1.

ES 2 271 038 T3

Ejemplo 7

(Comparativo)

- 5 Los procedimientos se llevaron a cabo de la misma manera que en el Ejemplo 6, excepto que el componente glicol del Ejemplo 6 se sustituyó por 43,9 partes de trimetilenglicol y 20,8 partes de 1,4-ciclohexanodimetanol. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

Ejemplo 8

10 (Comparativo)

- 15 Los procedimientos se llevaron a cabo de la misma manera que en el Ejemplo 6, excepto que el componente glicol del Ejemplo 6 se sustituyó por 16,5 partes de trimetilenglicol y 72,7 partes de 1,4-ciclohexanodimetanol. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

TABLA 1

	(1)						(2)					(3)	
	(4)	(5)	(6)	(7)	(8)	(9)	(5)	(6)	(10)	(11)	(12)	(13)	(14)
20 Ej. 1	PTT	1,01	11	90/10	100/0	47	0,93	16	94	4,5	30	92	83
25 Ej. 2	PTT	0,95	13	70/30	100/0	53	0,88	17	95	4,7	32	95	80
Ej. 3	(15)	0,94	12	50/50	100/0	63	0,86	18	93	4,6	33	96	78
30 Ej. 4	PTN	0,91	14	20/80	100/0	74	0,82	19	93	4,8	25	99	76
Ej. 5	PTN	0,90	14	0/100	100/0	83	0,84	20	92	5,2	20	100	75
35 Ej. 6	PTT	1,02	9	100/0	92/8	49	0,94	16	95	4,5	35	95	88
Ej. 7	PTT	1,01	10	100/0	75/25	56	0,98	15	95	4,4	36	97	85
40 Ej. 8	PCT	0,97	12	100/0	22/78	84	0,90	17	93	4,7	30	99	80
(16)	PET	0,97	8	100/0	-(18)	76	0,87	15	93	6,1	20	62	70
(17)	PTT	1,00	10	100/0	100/0	44	0,93	17	95	4,5	37	85	90

45 Notas:

DMT: Tereftalato de dimetilo

50 DMN: 2,6-naftalendicarboxilato de dimetilo

TMG: Trimetilenglicol

CHDM: 1,4-ciclohexanodimetanol

55 EG: Etilenglicol

PTT: Poli(tereftalato de trimetileno)

60 PTN: Poli(2,6-naftalato de trimetileno)

PET: Poli(tereftalato de etileno)

PCT: Poli(tereftalato de 1,4-ciclohexanodimetileno)

65 Ej. significa "Ejemplo".

ES 2 271 038 T3

- (1) significa "Propiedad física del copoliéster".
- (2) significa "Propiedad física del hilo estirado".
- 5 (3) significa "Propiedad física del hilo estirado después del tratamiento con calor húmedo".
- (4) significa "Polímero principal".
- (5) significa "Viscosidad intrínseca".
- 10 (6) significa "Concentración de grupos carboxilo terminales (eq/ton)".
- (7) significa "DMT/DMN (relación molar)".
- 15 (8) significa "TMG/CHDM (relación molar)".
- (9) significa "Punto de transición vítrea (°C)".
- (10) significa "Finura (dtex)".
- 20 (11) significa "Resistencia a la tensión (cN/dtex)".
- (12) significa "Elongación a la tensión (%)".
- 25 (13) significa "Resistencia a la hidrólisis (%)".
- (14) significa "Resistencia a la fatiga por flexión (%)".
- (15) significa "PTT/PTN".
- 30 (16) significa "Ejemplo Comparativo 1".
- (17) significa "Ejemplo Comparativo 2".
- 35 (18) significa "(Uso de EG)".

Ejemplo 9

40 Se cargó un reactor equipado con un agitador, una columna de destilación y un refrigerante para condensar el destilado de metanol con 90 partes de tereftalato de dimetilo, 12,6 partes de 2,6-naftalendicarboxilato de dimetilo, 70 partes de trimetilenglicol y 0,053 partes de tetrabutoxido de titanio como catalizador. La transesterificación tuvo lugar a partir de los 140°C de temperatura, mientras se calentaba gradualmente la muestra y se retiraba del sistema el destilado de metanol producido como resultado de la reacción. La temperatura interna alcanzó los 210°C en el transcurso de las 3 horas siguientes al comienzo de la reacción.

45 El producto de reacción resultante se transfirió a continuación a otro reactor provisto de un agitador y un refrigerante para condensar el glicol destilado. La reacción de polimerización tuvo lugar mientras se calentaba gradualmente el producto de reacción desde 210°C a 265°C y se reducía la presión, desde la presión atmosférica hasta un alto vacío de 70 Pa. Se monitorizó la viscosidad del fundido del sistema de reacción, terminando la reacción de polimerización cuando la viscosidad intrínseca llegó a 0,75.

El polímero fundido del fondo del reactor se extruyó a un estado fibroso en agua fría, se cortó con una cuchilla para fibras y se convirtió en virutas.

55 Las virutas resultantes se secaron a una temperatura de 130°C durante 5 horas y se sometieron a reacción de polimerización en fase sólida a una temperatura de 190°C bajo un vacío de 70 Pa y flujo de gas nitrógeno mediante el uso de un equipamiento de polimerización en fase sólida de tipo tambor. En la Tabla 2 se presentan los resultados de viscosidad intrínseca y concentración de grupos carboxilo terminales de las virutas obtenidas. Se añadió una disolución de 2,2'-bisoxazolina en diclorometano al 5% en peso desde un alimentador lateral a una velocidad adecuada para proporcionar la cantidad mencionada en la Tabla 3, se mezcló con las virutas resultantes, se fundió seguidamente la mezcla a una temperatura de 255°C y se hiló, con un caudal de procesamiento de 14,5 g/min y una velocidad de emisión de 400 m/min, mediante una máquina de hilatura por extrusión equipada con una hiladora provista de 24 orificios de hilado circulares con un diámetro de orificio de 0,27 mm. El hilo no estirado obtenido se introdujo en una máquina de tratamiento de estirado equipada con un rodillo de calentamiento a una temperatura de 60°C y una placa calefactora calentada a una temperatura de 160°C, sometiéndose a tratamiento de estirado con una proporción de 65 estirado de 75% de la proporción de estirado máximo, para proporcionar un hilo estirado. Los resultados se presentan en la Tabla 3.

Ejemplo 10

(Comparativo)

5 Los procedimientos se llevaron a cabo de la misma manera que en el Ejemplo 9, excepto que se usaron 126 partes de 2,6-naftalendicarboxilato de dimetilo como componente ácido dicarboxílico, la viscosidad intrínseca antes de la polimerización en fase sólida fue 0,65 y el rodillo de calentamiento se usó a una temperatura de 85°C con respecto al Ejemplo 9. Los resultados se muestran en las Tablas 2 y 3.

10 Ejemplo 11

(Comparativo)

15 Los procedimientos se llevaron a cabo de la misma manera que en el Ejemplo 9, excepto que el componente glicol del Ejemplo 9 se sustituyó por 62 partes de trimetilenglicol y 20 partes de 1,4-ciclohexanodimetanol. Los resultados se muestran en las Tablas 2 y 3.

Ejemplo 12

20 (Comparativo)

Los procedimientos se llevaron a cabo de la misma manera que en el Ejemplo 9, excepto que el componente glicol del Ejemplo 9 se sustituyó por 25 partes de trimetilenglicol y 55 partes de 1,4-ciclohexanodimetanol. Los resultados se muestran en las Tablas 2 y 3.

25 Ejemplo 13

Los procedimientos se llevaron a cabo de la misma manera que en el Ejemplo 9, excepto que se usó e hiló el fundido de las virutas secadas a una temperatura de 130°C durante 5 horas sin llevar a cabo la polimerización en fase sólida del Ejemplo 9. Los resultados se muestran en las Tablas 2 y 3.

Ejemplo Comparativo 3

35 Los procedimientos se llevaron a cabo de la misma manera que en el Ejemplo 9, excepto que el componente ácido dicarboxílico del Ejemplo 9 fue 100 partes de tereftalato de dimetilo. Los resultados se muestran en las Tablas 2 y 3.

Ejemplo 14

40 Se cargó un reactor equipado con un agitador, una columna de destilación y un refrigerante para condensar el destilado de metanol con 90 partes de tereftalato de dimetilo, 12,6 partes de 2,6-naftalendicarboxilato de dimetilo, 70 partes de trimetilenglicol y 0,053 partes de tetrabutóxido de titanio como catalizador. La transesterificación tuvo lugar a partir de los 140°C de temperatura, mientras se calentaba gradualmente la muestra y se retiraba del sistema el destilado de metanol producido como resultado de la reacción. La temperatura interna alcanzó los 210°C en el transcurso de las 3 horas siguientes al comienzo de la reacción.

45 El producto de reacción resultante se transfirió a continuación a otro reactor provisto de un agitador y un refrigerante para condensar el glicol destilado. La reacción de polimerización tuvo lugar mientras se calentaba gradualmente el producto de reacción desde 210°C a 265°C y se reducía la presión, desde la presión atmosférica hasta un alto vacío de 70 Pa. Se monitorizó la viscosidad del fundido del sistema de reacción, terminando la reacción de polimerización cuando la viscosidad intrínseca llegó a 0,75.

El polímero fundido del fondo del reactor se extruyó a un estado fibroso en agua fría, se cortó con una cuchilla para fibras y se convirtió en virutas.

55 Las virutas resultantes se secaron a una temperatura de 130°C durante 5 horas y se sometieron a reacción de polimerización en fase sólida a una temperatura de 190°C bajo un vacío de 70 Pa y flujo de gas nitrógeno mediante el uso de un equipamiento de polimerización en fase sólida de tipo tambor. En la Tabla 2 se presentan los resultados de viscosidad intrínseca y concentración de grupos carboxilo terminales de las virutas obtenidas.

60 Las virutas resultantes se sometieron a mezclado de las virutas con virutas tratadas con policarbodiimida [virutas de poli(tereftalato de etileno) que contienen un 15% en peso de componente poli(2,4,6-(triisopropilfenil)-1,3-carbodiimida] en la cantidad mencionada en la Tabla 3. Las virutas mezcladas se fundieron a continuación a una temperatura de 255°C y se hilaron, con un caudal de procesamiento de 14,5 g/min y una velocidad de emisión de 400 m/min, mediante una máquina de hilatura por extrusión equipada con una hiladora provista de 24 orificios de hilado circulares con un diámetro de orificio de 0,27 mm. El hilo no estirado obtenido se introdujo en una máquina de tratamiento de estirado equipada con un rodillo de calentamiento a una temperatura de 60°C y una placa calefactora calentada a una temperatura de 160°C, sometiéndose a tratamiento de estirado con una proporción de estirado de 75% de la proporción de estirado máximo, para proporcionar un hilo estirado. Los resultados se presentan en la Tabla 3.

Ejemplo 15

(Comparativo)

- 5 Los procedimientos se llevaron a cabo de la misma manera que en el Ejemplo 14, excepto que el componente ácido dicarboxílico se sustituyó por 126 partes de 2,6-naftalendicarboxilato de dimetilo, la viscosidad intrínseca antes de la polimerización en fase sólida fue 0,65 y el rodillo de calentamiento se usó a una temperatura de 85°C con respecto al Ejemplo 14. Los resultados se muestran en las Tablas 2 y 3.

10 Ejemplo 16

(Comparativo)

- 15 Los procedimientos se llevaron a cabo de la misma manera que en el Ejemplo 14, excepto que el componente ácido dicarboxílico del Ejemplo 14 fue 100 partes de tereftalato de dimetilo y que el componente glicol se sustituyó por 62 partes de trimetilenglicol y 20 partes de 1,4-ciclohexanodimetanol. Los resultados se muestran en las Tablas 2 y 3.

Ejemplo 17

20 (Comparativo)

- Los procedimientos se llevaron a cabo de la misma manera que en el Ejemplo 14, excepto que el componente ácido dicarboxílico del Ejemplo 14 fue 100 partes de tereftalato de dimetilo y que el componente glicol se sustituyó por 25 partes de trimetilenglicol y 55 partes de 1,4-ciclohexanodimetanol. Los resultados se muestran en las Tablas 2 y 3.

25 Ejemplo 18

- Los procedimientos se llevaron a cabo de la misma manera que en el Ejemplo 14, excepto que no se llevó a cabo la polimerización en fase sólida del Ejemplo 14. Los resultados se muestran en las Tablas 2 y 3.

30 Ejemplo 19

- Los procedimientos se llevaron a cabo de la misma manera que en el Ejemplo 14, excepto que se añadió bis (2,6-diisopropilfenil)carbodiimida fundida a una temperatura de 75°C desde un alimentador lateral, a una velocidad adecuada para proporcionar la cantidad mencionada en la Tabla 3, a las virutas mezcladas mediante el uso de una máquina de hilatura por extrusión equipada con una hiladora provista de 24 orificios de hilado circulares con un diámetro de orificio de 0,27 mm del Ejemplo 14. Los resultados se muestran en las Tablas 2 y 3.

40

(Tabla pasa a página siguiente)

45

50

55

60

65

ES 2 271 038 T3

TABLA 2

	Propiedad física del copoliéster						
	Composición			(1)		(2)	
	(3)	(4)	(5)	(6)	(7)	(6)	(7)
Ej. 9	PTT	90/10	100/0	0,75	23	1,05	12
Ej. 10	PTN	0/100	100/0	0,65	19	0,94	10
Ej. 11	PTT	100/0	80/20	0,75	21	1,03	9
Ej. 12	PTT/PCT	100/0	42/58	0,75	18	1,01	8
Ej. 13	PTT	90/10	100/0	0,75	23	-	-
Ej. 14	PTT	90/10	100/0	0,75	20	1,05	12
Ej. 15	PTN	0/100	100/0	0,65	19	0,94	10
Ej. 16	PTT	100/0	80/20	0,75	12	1,03	9
Ej. 17	PTT/PCT	100/0	42/58	0,75	18	1,01	8
Ej. 18	PTT	100/0	100/0	0,75	23	-	-
Ej. 19	PTT	90/10	100/0	0,75	23	1,07	11
(8)	PTT	100/0	100/0	0,75	23	1,07	11

Notas:

DMT: Tereftalato de dimetilo

DMN: 2,6-naftalendicarboxilato de dimetilo

TMG: Trimetilenglicol

CHDM: 1,4-ciclohexanodimetanol

PTT: Poli(tereftalato de trimetileno)

PTN: Poli(2,6-naftalato de trimetileno)

PET: Poli(tereftalato de etileno)

PCT: Poli(tereftalato de 1,4-ciclohexanodimetileno)

(1) significa "Antes de la polimerización en fase sólida".

(2) significa "Después de la polimerización en fase sólida".

(3) significa "Polímero principal".

(4) significa "DMT/DMN (relación molar)".

(5) significa "TMG/CHDM (relación molar)".

(6) significa "Viscosidad Intrínseca".

(7) significa "Concentración de Grupos Carboxilo Terminales (eq/ton)".

(8) significa "Ejemplo Comparativo 3".

Ej. significa "Ejemplo".

ES 2 271 038 T3

TABLA 3

	(1)				(2)					(3)	
	(4)	(5)	(6)	(7)	(8)	(9)	(10)	(11)	(12)	(13)	(14)
Ej. 9	0,1	-	-	3,9	1,09	5	93	4,7	31	95	85
Ej. 10	0,2	-	-	3,6	1,01	6	100	5,4	19	100	78
Ej. 11	0,2	-	-	3,6	1,12	5	101	4,6	37	99	88
Ej. 12	0,1	-	-	3,7	1,04	4	98	4,5	39	97	81
Ej. 13	0,5	-	-	3,5	0,99	9	104	4,4	35	98	87
Ej. 14	-	0,3	-	3,8	0,98	6	95	4,3	33	97	84
Ej. 15	-	0,5	-	3,5	0,89	6	104	5,0	22	100	76
Ej. 16	-	0,5	-	3,6	0,96	5	104	4,4	34	98	85
Ej. 17	-	0,3	-	3,6	0,97	6	101	4,4	35	96	80
Ej. 18	-	0,75	-	3,6	0,90	8	101	4,5	35	90	88
Ej. 19	-	0,3	0,3	3,5	1,01	8	104	4,6	30	96	82
(15)	-	-	-	3,6	0,91	18	100	4,3	39	80	92

Notas:

- (1) significa "Fabricación de hilo".
- (2) significa "Propiedad física de hilo estirado".
- (3) significa "Propiedad física de hilo estirado después del tratamiento con calor húmedo".
- (4) significa "Cantidad de compuesto bisoxazolina añadida (% en peso)".
- (5) significa "Cantidad de compuesto policarboxidiimida añadida (% en peso)".
- (6) significa "Cantidad de compuesto monocarbodiimida añadida (% en peso)".
- (7) significa "Relación de estirado"
- (8) significa "Viscosidad Intrínseca".
- (9) significa "Concentración de grupos carboxilo terminales (eq/ton)".
- (10) significa "Finura (dtex)".
- (11) significa "Resistencia a la tensión (cN/dtex)".
- (12) significa "Elongación a la tensión (%)".
- (13) significa "Resistencia a la hidrólisis (%)".
- (14) significa "Resistencia a la fatiga por flexión (%)".
- (15) significa "Ejemplo Comparativo 3".
- Ej. significa "Ejemplo".

Aplicabilidad industrial

Según la presente invención, se pueden proporcionar fibras de poliéster que poseen resistencias tanto a la hidrólisis como a la fatiga por flexión a altos niveles, pudiendo utilizarse beneficiosamente en aplicaciones que requieren uso continuo y durante largos periodos a altas temperatura y humedad, tales como fabricación de lonas, cubiertas estriadas de neumáticos, tejidos esterilizados y análogos, siendo grande la significación industrial de las fibras de poliéster.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

REIVINDICACIONES

1. Fibras de poliéster que comprenden un copoliéster que satisface simultáneamente los siguientes requisitos res-
pectivos (a) a (c):

(a) un componente ácido tereftálico en cantidad de 5 a 95 mol% y un componente ácido 2,6-naftalendicarboxílico en cantidad de 95 a 5 mol%, ambos con respecto a la totalidad de componente ácido dicarboxílico, en el que la cantidad total del componente ácido tereftálico y del componente ácido 2,6-naftalendicarboxílico constituye 90 mol% o más con respecto a la totalidad de componente ácido dicarboxílico,

(b) un componente trimetilenglicol que constituye 100 mol% y un componente 1,4-ciclohexanodimetanol que constituye 0 mol%, ambos con respecto a la totalidad de componente glicol, en el que la cantidad total del componente trimetilenglicol y del componente 1,4-ciclohexanodimetanol constituye 90 mol% o más con respecto a la totalidad de componente glicol, y

(c) el valor de la suma total de mol% del componente ácido 2,6-naftalendicarboxílico y de mol% del componente 1,4-ciclohexanodimetanol es 2 mol% o mayor.

2. Las fibras de poliéster según la reivindicación 1, en las que la temperatura de transición vítrea del copoliéster es 45°C o superior.

3. Las fibras de poliéster según la reivindicación 1, en las que las fibras de poliéster comprenden un copoliéster que posee una concentración de grupos carboxilo terminales de 30 eq/ton o inferior.

4. Las fibras de poliéster según la reivindicación 1, en las que las fibras de poliéster se obtienen después de añadir al copoliéster un compuesto bisoxazolina en cantidad de 0,05% a 5% en peso con respecto al copoliéster, mezclar uniformemente el compuesto bisoxazolina con el copoliéster y llevar a cabo seguidamente la hilatura del fundido, y poseen una concentración de grupos carboxilo terminales de 15 eq/ton o inferior.

5. Las fibras de poliéster según la reivindicación 4, en las que el compuesto bisoxazolina es 2,2'-bis(2-oxazolina).

6. Las fibras de poliéster según la reivindicación 1, en las que las fibras de poliéster se obtienen después de añadir al copoliéster un compuesto policarbodiimida en cantidad de 0,05% a 5% en peso con respecto al copoliéster, mezclar uniformemente el compuesto policarbodiimida con el copoliéster y llevar a cabo seguidamente la hilatura del fundido, y poseen una concentración de grupos terminales de 15 eq/ton o inferior.

7. Las fibras de poliéster según la reivindicación 6, en las que el compuesto policarbodiimida es poli(2,4,6-triisopropilfenil)-1,3-carbodiimida.

8. Las fibras de poliéster según la reivindicación 6, en las que se añade adicionalmente al copoliéster un compuesto monocarbodiimida en cantidad de 0,01% a 3% en peso con respecto al copoliéster.

9. Las fibras de poliéster según la reivindicación 8, en las que el compuesto monocarbodiimida es bis(2,6-diisopropilfenil)carbodiimida.