



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 362 654**

51 Int. Cl.:

D01F 6/62 (2006.01)

D03D 15/00 (2006.01)

C08G 63/87 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **03786285 .1**

96 Fecha de presentación : **24.12.2003**

97 Número de publicación de la solicitud: **1584712**

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

54

Título: **Tela tricotada/tejida de fibra de poli(tereftalato de etileno).**

30

Prioridad: **09.01.2003 JP 2003-2878**
09.01.2003 JP 2003-2879
07.03.2003 JP 2003-61286
11.03.2003 JP 2003-64811

45

Fecha de publicación de la mención BOPI:
11.07.2011

45

Fecha de la publicación del folleto de la patente:
11.07.2011

73

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

72

Inventor/es: **Soeda, Tsuyoshi;**
Minato, Shuji y
Kamiyama, Norimitsu

74

Agente: **Elzaburu Márquez, Alberto**

ES 2 362 654 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).

DESCRIPCION

Tela tricotada/tejida de fibra de poli(tereftalato de etileno)

CAMPO TÉCNICO

5 La presente invención se refiere a una tela tricotada o tejida de fibra de poli(tereftalato de etileno). Más en particular, la presente invención se refiere a una tela tricotada o tejida de fibra de poli(tereftalato de etileno), formada a partir de una resina de poli(tereftalato de etileno) que tiene un buen tono de color y una conformabilidad excelente.

TECNICA ANTERIOR

10 Es bien sabido que las resinas de poliéster, en particular de poli(tereftalato de etileno), poli(naftalato de etileno), poli(tereftalato de trimetileno) y poli(tereftalato de tetrametileno), tienen unas excelentes propiedades mecánicas, físicas y químicas, y por ello se emplean mucho en fibras, películas y otros artículos conformados, y en particular, para telas tricotadas y tejidas, los productos de resina de poliéster tienen una excelente resistencia mecánica, estabilidad dimensional, resistencia térmica y resistencia a la luz.

15 Cada uno de los polímeros para fibras mencionados anteriormente, por ejemplo de poli(tereftalato de etileno), se produce normalmente, por ejemplo, preparando un éster de etilenglicol de ácido tereftálico y/o un oligómero del mismo, y después sometiendo a una reacción de policondensación el éster del monómero u oligómero en presencia de un catalizador de policondensación, bajo una presión reducida, al tiempo que se calienta el sistema de reacción hasta que se alcanza el grado de polimerización deseado de la resina de poliéster resultante. Otros poliésteres pueden producirse por procedimientos similares a los procedimientos mencionados anteriormente.

20 En cuanto a los procedimientos, es bien sabido que la calidad de la resina de poliéster resultante está influida en gran medida por el tipo de catalizador de policondensación y, como catalizador de policondensación para poli(tereftalato de etileno), los compuestos de antimonio son los más abundantemente empleados.

25 Sin embargo, cuando se usa un compuesto de antimonio como catalizador de policondensación, surge el problema siguiente: cuando el poliéster resultante es hilado en fusión en continuo durante un largo tiempo, alrededor de la hilera para el hilado en fusión se deposita materia extraña (que en adelante se denomina en el presente texto simplemente como materia extraña de la hilera), produciendo así un fenómeno de plegamiento de la corriente de polímero fundido extruído a través de la hilera, que da lugar a la aparición de pelusa y/o a la rotura de hilos de fibra obtenidos en la etapa de hilado y/o en la etapa de estirado. En particular, en la producción de filamentos (cuyo rendimiento ha de ser utilizado al máximo), se ha de resolver el problema mencionado anteriormente.

30 Para resolver el problema, se conoce el uso de un compuesto de titanio, por ejemplo tetrabutóxido de titanio, como catalizador de policondensación. En este caso, sin embargo, el polímero de poliéster resultante muestra una estabilidad térmica baja y, cuando se funde, el polímero sufre un importante deterioro. Por consiguiente, es difícil la producción de filamentos de poliéster que tengan una elevada resistencia mecánica. También, surge el problema de que el polímero de poliéster resultante está coloreado de amarillo, y las fibras que resultan al final muestran un tono de color insatisfactorio.

35 Como medio para resolver el problema, por ejemplo en la Publicación de Patente Japonesa Examinada No. 59-46258, se describe que un producto obtenido haciendo reaccionar un compuesto de titanio con ácido trimelítico es usado como catalizador para la preparación de un poliéster, y, por ejemplo, en la Publicación de Patente Japonesa pendiente de examen No. 58-38722, se describe que un producto obtenido haciendo reaccionar a compuesto de titanio con un éster fosfito es usado como catalizador para producir un poliéster. Aunque la estabilidad térmica del material fundido de poliéster ciertamente mejora hasta cierto punto mediante estos procedimientos, el grado de mejora es insuficiente y los poliésteres resultantes tienen un tono de color insuficiente. Por consiguiente, se precisa una mayor mejora del tono del color del poliéster.

45 Además, la publicación de Patente Japonesa pendiente de examen (Kokai) No. 7-138354 propone el uso de un complejo de un compuesto de titanio con un compuesto de fósforo, como catalizador para la preparación de un poliéster. Aunque la estabilidad térmica del material fundido de poliéster ciertamente mejora hasta cierto punto mediante este procedimiento, el grado de mejora sigue siendo insuficiente y el tono del color del poliéster resultante ha de mejorar más.

DESCRIPCIÓN DE LA INVENCION

50 Un objeto de la presente invención es proporcionar una tela de fibra de poli(tereftalato de etileno) tricotada o tejida formada a partir de fibras de poli(tereftalato de etileno), que tiene un buen tono de color (un valor de L* elevado y un valor de b* bajo) y una alta calidad.

La tela tricotada o tejida de fibra de poli(tereftalato de etileno) de la presente invención es una tela formada a partir de hilos que comprenden fibras de poli(tereftalato de etileno) que ha sido producido mediante la policondensación de un éster dicarboxilato aromático en presencia de un catalizador,

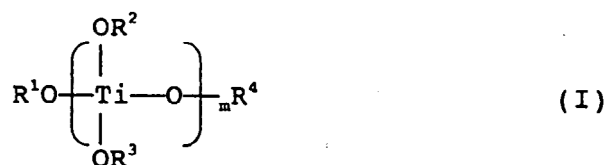
en la cual

5 el catalizador comprende al menos un miembro elegido entre mezclas (1) y productos de reacción (2);

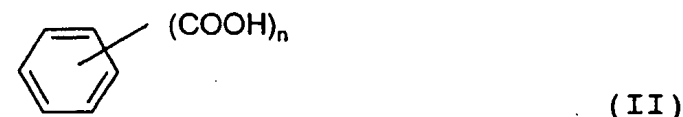
(1) las mezclas (1) para el catalizador comprenden un componente de compuesto de titanio (A) mezclado con un componente de compuesto de fósforo (B),

en las cuales mezclas (1),

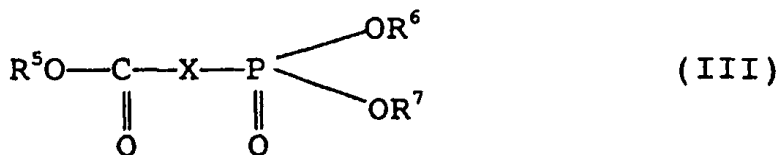
10 el componente (A) comprende el menos un miembro elegido entre el grupo consistente en (a) alcóxidos de titanio representados por la fórmula general (I):



15 en la cual fórmula (I), R¹, R², R³ y R⁴ respectiva e independientemente entre ellos representan un miembro elegido entre grupos alquilo que tienen de 1 a 20 átomos de carbono y un grupo fenilo, m representa un número entero de 1 a 4, y cuando m representa un número entero de 2, 3 o 4, los 2, 3 o 4 grupos R² y R³ pueden ser respectivamente iguales que cada uno de los demás o distintos de cada uno de los demás, y (b) productos de reacción de los compuestos de titanio de fórmula general (I) con ácidos policarboxílicos aromáticos representados por la fórmula (II):



en la cual fórmula (II), n representa un número entero de 2 a 4, o anhídridos de los ácidos de fórmula (II); y el componente (B) que comprende al menos un compuesto de fósforo representado por la fórmula general (III):



20 en la cual fórmula (III) R⁵, R⁶ y R⁷ respectiva e independientemente entre ellos representan un grupo alquilo que tiene de 1 a 4 átomos de carbono, X representa un miembro elegido entre un grupo —CH₂— y un grupo —CH(Y)— (en donde Y representa un grupo fenilo),

25 siendo empleada la mezcla (1) para el catalizador para la policondensación en una cantidad que satisface los requerimientos representados por las siguientes expresiones de relación (i) y (ii):

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

y

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

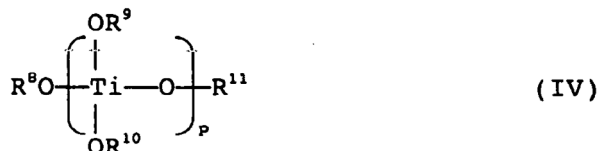
30 en donde M_{Ti} representa la relación en % del valor en milimoles de elemento titanio contenido en el componente de compuesto de titanio (A) al valor en moles de éster dicarboxilato aromático, y M_P representa la relación en % del

valor en milimoles de elemento fósforo contenido en el componente de compuesto de fósforo (B) al valor en moles de éster dicarboxilato aromático,

(2) los productos de reacción (2) para el catalizador comprenden un componente (C) reaccionado con un componente (D),

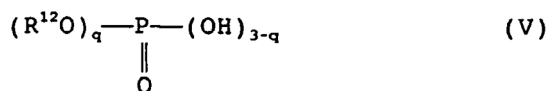
5 en los cuales productos de reacción (2),

el componente (C) comprende al menos un miembro elegido entre el grupo consistente en (C) alcóxidos de titanio representados por la fórmula general (IV):



10 en la cual fórmula (IV), R⁸, R⁹, R¹⁰ y R¹¹ respectiva e independientemente entre ellos representan un grupo alquilo que tiene de 1 a 20 átomos de carbono, p representa un número entero de 1 a 3, y cuando p representa un número entero de 2 o 3, 2 o 3 grupos R⁹ y R¹⁰ pueden ser respectivamente iguales que cada uno de los demás o distintos de cada uno de los demás, y (d) productos de reacción de los alcóxidos de titanio de fórmula general (IV) con ácidos policarboxílicos aromáticos representados por la general fórmula (II) mencionada anteriormente o anhídrido de los ácidos; y

15 el componente (D) comprende al menos un compuesto de fósforo representado por la fórmula general (V):



en la cual fórmula (V), R¹² representa un grupo alquilo que tiene de 1 a 20 átomos de carbono o un grupo arilo que tiene de 6 a 20 átomos de carbono, y q representa un número entero de 1 o 2,

20 y cuando la tela es una tela tricotada, la tela tricotada tiene una densidad de columna de 40 a 80 hilos/2,54 cm y una densidad de pasada de 30 a 70 hilos/2,54 cm, y cuando la tela es una tela tejida la tela tejida tiene un factor de cobertura (CF: cover factor) de 1000 a 3500, el cual factor de cobertura se define de la forma que sigue:

$$\text{CF} = (\text{DW}_p/1,1)^{1/2} \times \text{MW}_p + (\text{DW}_f/1,1)^{1/2} \times \text{MW}_f$$

25 en donde DW_p representa el espesor total en dtex de los hilos de urdimbre de la tela, MW_p representa la densidad de ligamento en hilos/2,54 cm de los hilos de urdimbre, DW_f representa el espesor total en dtex de los hilos de trama y MW_f representa la densidad de ligamento en hilos/2,54 cm de los hilos de trama.

En la tela tricotada o tejida de fibra de poli(tereftalato de etileno) de la presente invención, y preferentemente en cada uno del componente (A) de la mezcla (1) y el componente (C) de los productos de reacción (2) para el catalizador, la relación molar de reacción de cada uno de alcóxidos de titanio (a) y (c) al ácido policarboxílico aromático de fórmula general (II) o el anhídrido del mismo está en el intervalo de 2:1 a 2:5.

30 En la tela tricotada o tejida de fibra de poli(tereftalato de etileno) de la presente invención, y preferentemente en el producto de reacción (2) para el catalizador, la relación en cantidad de reacción del componente (D) al componente (C) está en el intervalo, en términos de relación (P/Ti) de la cantidad molar de átomos de fósforo contenidos en el componente (D) a la cantidad molar de átomos de titanio contenidos en el componente (C), de 1:1 a 3:1.

35 En la tela tricotada o tejida de fibra de poli(tereftalato de etileno) de la presente invención, el compuesto de fósforo de fórmula general (V) para el producto de reacción (2) se elige preferentemente entre fosfatos de monoalquilo.

En la tela tricotada o tejida de fibra de poli(tereftalato de etileno) de la presente invención, el éster dicarboxilato aromático de dialquilo es producido preferentemente mediante una reacción de transesterificación de un éster dialquilo de un ácido dicarboxílico aromático con un alquilen glicol.

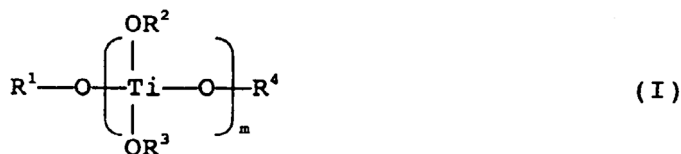
En la tela tricotada o tejida de fibra de poli(tereftalato de etileno) de la presente invención, el polímero de poliéster tiene preferentemente un valor L* de 77 a 85 y un valor b* de 2 a 5, determinados de acuerdo con la especificación de color L*a*b* de JIS Z 8729.

MODO MEJOR DE LLEVAR A CABO LA INVENCION.

- 5 La tela tricotada o tejida de fibra de poli(tereftalato de etileno) de la presente invención está formada a partir de hilos que comprenden fibras de poli(tereftalato de etileno) preparadas mediante la policondensación de un éster dicarboxilato aromático en presencia de un catalizador. El catalizador de policondensación comprende al menos un miembro elegido entre mezclas (1) de un componente de compuesto de titanio (A) con un componente de compuesto de fósforo (B) como se especifica más adelante, y productos de reacción de un componente de compuesto de titanio (C) y un componente de compuesto de fósforo (D) como se especifica más adelante.

El componente de compuesto de titanio (A) para la mezcla (1) para el catalizador de policondensación comprende al menos un miembro elegido entre el grupo consistente en:

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



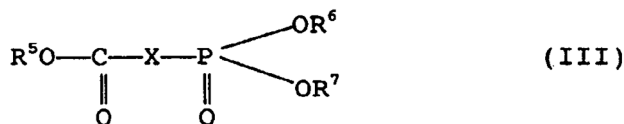
- 15 en la cual fórmula (I), R¹, R², R³ y R⁴ respectiva e independientemente entre ellos representan un miembro elegido entre grupos alquilo que tienen de 1 a 20 átomos de carbono, preferentemente de 1 a 6 átomos de carbono, y un grupo fenilo, m representa un número entero de 1 a 4, preferentemente de 2 a 4, y cuando m representa un número entero de 2, 3 o 4, los 2, 3 o 4 grupos R² y R³ pueden ser respectivamente iguales que cada uno de los demás o distintos de cada uno de los demás, y

- 20 (b) productos de reacción de los compuestos de titanio de la fórmula general (I) con ácidos policarboxílicos aromáticos representados por la fórmula general (II):



en la cual fórmula (II), n representa un número entero de 2 a 4, preferentemente 3 o 4, o anhídridos de los ácidos de la fórmula (II).

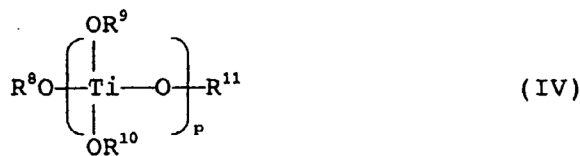
- 25 El componente de compuesto de fósforo (B) para la mezcla (1) para el catalizador de policondensación comprende al menos un compuesto representado por la fórmula general (III):



- 30 en la cual fórmula (III), R⁵, R⁶ y R⁷ respectiva e independientemente entre ellos representan un grupo alquilo que tiene de 1 a 4 átomos de carbono, X representa un miembro elegido entre un grupo —CH₂— y un grupo —CH(Y)— (en donde Y representa a fenilo grupo).

También, el componente de compuesto de titanio (C) para los productos de reacción (2) para el catalizador de policondensación comprende al menos un miembro elegido entre el grupo consistente en:

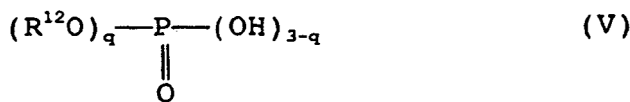
(c) alcóxidos de titanio representados por la fórmula general (IV):



5 en la cual fórmula (IV), R^8 , R^9 , R^{10} y R^{11} respectiva e independientemente entre ellos representan un grupo alquilo que tiene de 1 a 20 átomos de carbono, y preferentemente de 1 a 6 átomos de carbono, p representa un número entero de de 1 a 3, y preferentemente de 1 a 2, y cuando p representa un número entero de 2 o 3, los 2 o 3 grupos R^9 y R^{10} pueden ser respectivamente iguales que cada uno de los demás o distintos de cada uno de los demás, y

(d) productos de reacción de los alcóxidos de titanio de la fórmula general (IV) con ácidos policarboxílicos aromáticos representados por la fórmula general (II) mencionada anteriormente o el anhídrido de los ácidos.

El componente de compuesto de fósforo (D) para los productos de reacción (2) para el catalizador de policondensación comprende al menos un compuesto representado por la fórmula general (V):



10 en la cual fórmula (V) R^{12} representa un grupo alquilo que tiene de 1 a 20 átomos de carbono o un grupo arilo que tiene de 6 a 20 átomos de carbono, y q representa un número entero de 1 o 2.

15 En el caso en el que se emplean mezclas (1) de un componente de compuesto de titanio (A) con un componente de compuesto de fósforo (B), o productos de reacción de un componente de compuesto de titanio (C) con un componente de compuesto de fósforo (D), como catalizador de la policondensación, el alcóxido de titanio (a) o (c) representado por la fórmula general (I) o (IV) y utilizable para el componente de compuesto de titanio (A) o (C), y el producto de reacción (b) o (d) de alcóxido de titanio (a) o (c) con un ácido policarboxílico aromático representado por la fórmula general (II) o con un anhídrido del mismo, tienen una elevada solubilidad en el polímero de poliéster, o una elevada afinidad por el mismo, y así el catalizador que comprende la mezcla (1) o el producto de reacción (2) muestra una elevada solubilidad en el polímero de poliéster o una elevada afinidad por el mismo, que es suficiente en la práctica. Por consiguiente, incluso si la mezcla (1) o el producto de reacción (2) para el catalizador queda en el polímero de poliéster producido por el procedimiento de policondensación, y el polímero de poliéster es hilado en fusión, no se acumula materia extraña alrededor de la hilera de hilado en fusión, y así pueden producirse filamentos de poliéster que tienen una elevada calidad con una elevada eficiencia de hilado en fusión.

25 El alcóxido de titanio (a) de la fórmula general (I) utilizable para el componente de compuesto de titanio (A) para el catalizador de policondensación se elige preferentemente entre tetraisopropóxido de titanio, tetrapropóxido de titanio, tetra-n-butóxido de titanio, tetraetóxido de titanio, tetrafenóxido de titanio, trititanatos de octaalquilo y dititanatos de hexaalquilo.

30 El alcóxido titanio (C) de la fórmula general (IV) utilizable para el componente de compuesto de titanio (C) para el catalizador de policondensación se elige preferentemente entre tetraalcóxidos de titanio, por ejemplo, tetrabutóxido de titanio, tetraisopropóxido de titanio, tetrapropóxido de titanio, y tetraetóxido de titanio; y titanatos de alquilo, por ejemplo, trititanatos de octaalquilo y dititanatos de hexaalquilo. En particular, el tetrabutóxido de titanio, que tiene una elevada reactividad con el componente de compuesto de fósforo, es el que se usa preferentemente.

35 Los ácidos policarboxílicos aromáticos de la fórmula general (II) y los anhídridos de los mismos, que han de reaccionar con los alcóxidos de titanio (a) o (c), se eligen preferentemente entre ácido ftálico, ácido trimelítico, ácido hemimelítico, ácido piromelítico y anhídridos de los ácidos mencionados anteriormente. En particular, cuando se usa anhídrido trimelítico el producto de reacción resultante (b) muestra una elevada afinidad por el polímero de poliéster, y así contribuye a prevenir la acumulación de la materia extraña.

40 Para que reaccione el alcóxido de titanio (a) o (c) con el ácido policarboxílico aromático de fórmula general (II) o el anhídrido del mismo, preferentemente el ácido policarboxílico aromático o el anhídrido del mismo se disuelve, por ejemplo, en un disolvente; al líquido mixto resultante se añade gota a gota un alcóxido de titanio (a) o (c); y la mezcla se calienta a una temperatura de 0 a 200°C durante al menos 30 minutos. El disolvente mencionado anteriormente se elige opcionalmente entre etil alcohol, etilenglicol, trimetilenglicol, tetrametilenglicol, benceno y xileno.

45 No hay ninguna limitación para la relación molar para la reacción del alcóxido de titanio (a) o (c) respecto al ácido policarboxílico aromático de la fórmula general (II) o el anhídrido del mismo. Sin embargo, si la proporción de alcóxi-

do de titanio es demasiado alta, el polímero de poliéster resultante puede tener un tono de color degradado y/o un punto de reblandecimiento demasiado bajo. Por el contrario, si la proporción del alcóxido de titanio es demasiado baja, la velocidad de reacción de policondensación puede descender. En consecuencia, la relación molar de reacción del alcóxido de titanio (a) o (c) respecto al ácido policarboxílico aromático de la fórmula general (II) o el anhídrido del mismo está preferentemente en el intervalo de (2:1) a (2:5).

El producto de reacción (b) o (d) producido por la reacción mencionada anteriormente puede emplearse sin refinar o después de refinarlo mediante la recristalización del mismo utilizando acetona, metil alcohol y/o acetato de etilo.

En la presente invención, el compuesto de fósforo (compuestos fosfonato) de la fórmula general (III), utilizable para el componente de compuesto de fósforo (B) para la mezcla (1) para el catalizador de policondensación, se elige preferentemente entre derivados de ésteres de ácido fosfónico, por ejemplo, derivados dimetil ésteres, dietil ésteres, dipropil ésteres y dibutil ésteres de ácido fosfónico, por ejemplo, ácido carbometoximetanofosfónico, ácido carboetoximetano fosfónico, ácido carbopropoximetano fosfónico, ácido carbobutoximetano fosfónico, ácido carboxifenilmetano fosfónico, ácido carboetoxifenilmetano fosfónico, ácido carbopropoxifenilmetano fosfónico, y ácido carbobutoxifenilmetano fosfónico.

Cuando el componente de compuesto de fósforo (B) que comprende el componente de fósforo (compuesto fosfonato) de la fórmula general (III) es empleado para la reacción de policondensación del éster dicarboxilato aromático, la reacción del mismo con el componente de compuesto de titanio (A) puede tener lugar a una velocidad de reacción relativamente baja en comparación con el compuesto de fósforo convencional que se usa normalmente como estabilizante convencional y, así, durante el procedimiento de policondensación, la actividad catalítica del componente de compuesto de titanio (A) puede mantenerse elevada durante un tiempo prolongado. Por consiguiente, como consecuencia, la relación cuantitativa de componente de compuesto de titanio (A) a éster dicarboxilato aromático en el sistema de policondensación puede hacerse baja. También, incluso si el sistema de policondensación que contiene el componente de compuesto de fósforo (B) que comprende el compuesto de fósforo de la fórmula general (III) es añadido con una gran cantidad de un estabilizante, la estabilidad térmica del polímero de poliéster resultante no disminuye y el tono de color del polímero de poliéster no se ve afectado.

En la presente invención, en el caso en el que la mezcla (1) es empleada para el catalizador de policondensación, la mezcla (1) se emplea en una cantidad que satisface los requerimientos representados por las siguientes expresiones de relación (i) y (ii):

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

y

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

en las que M_{Ti} representa la relación en % del valor en milimoles de elemento titanio contenido en el componente de compuesto de titanio (A) al valor en moles de éster dicarboxilato aromático, y M_P representa la relación en % del valor en milimoles de elemento fósforo contenido en el componente de compuesto de fósforo (A) al valor en moles de éster dicarboxilato aromático.

La relación M_P/M_{Ti} es 1 o más pero no es mayor que 15, preferentemente 2 o más pero no mayor que 10. Si la relación M_P/M_{Ti} es menor que 1, el polímero de poliéster resultante puede tener un tono de color amarillento, y si la relación es mayor que 15, el catalizador de policondensación resultante puede manifestar un insuficiente efecto de proporción en la reacción de policondensación, y entonces puede ser difícil producir el polímero de poliéster objetivo. El margen de la relación M_P/M_{Ti} utilizable para la presente invención es más estrecho que el del sistema de catalizador de Ti—P convencional. Estableciendo la relación M_P/M_{Ti} en el margen mencionado anteriormente, puede obtenerse un excelente efecto catalítico que no ha sido obtenido en el sistema de catalizador de Ti—P convencional.

La suma de ($M_{Ti} + M_P$) es 10 o más, pero no es mayor que 100, preferentemente 20 o más, pero no mayor que 70. Si la suma de ($M_{Ti} + M_P$) es menor que 10, el polímero de poliéster resultante muestra una insuficiente propiedad de formación de fibra, la eficacia de producción en el procedimiento de hilado en fusión es insuficiente, y las fibras resultantes muestran un comportamiento insatisfactorio. También, si la suma de ($M_{Ti} + M_P$) es mayor que 100, y cuando el polímero de poliéster resultante es hilado en fusión, se acumula materia extraña en una pequeña cantidad alrededor de la hilera. Generalmente, el valor de M_{Ti} es preferentemente de 2 a 15%, y más preferentemente de 3 a 10%.

En el caso en el que los productos de reacción (2) se usan como catalizador de policondensación para la presente invención, los compuestos de fósforo de la fórmula general (V) para el componente de compuesto de fósforo (D) incluyen, por ejemplo, fosfatos de monoalquilo, por ejemplo fosfato de mono-n-butilo, fosfato de monohexilo, fosfato de monododecilo, fosfato de monolaurilo, fosfato de monooleilo, etc.; fosfatos de monoarilo, por ejemplo fosfato de

monofenilo, fosfato de monobencilo, fosfato de mono(4-etilfenilo), fosfato de monobifenilo, fosfato de mononaftilo, fosfato de monoantrilo, etc.; fosfatos de dialquilo, por ejemplo fosfato de dietilo, fosfato de dipropilo, fosfato de dibutilo, fosfato de dilaurilo, fosfato de dioleilo, etc.; y fosfatos de diarilo, por ejemplo fosfato de difenilo, etc. Entre estos compuestos fosfato, los fosfatos de monoalquilo o fosfatos de monoarilo de la fórmula (V) en la que q es uno, son empleados preferentemente.

El componente de compuesto de fósforo (D) utilizable para la presente invención puede consistir en una mezcla de dos o más compuestos de fósforo de la fórmula general (V). Por ejemplo, una mezcla de un fosfato de monoalquilo con un fosfato de dialquilo y una mezcla de un fosfato de monofenilo con un fosfato de difenilo son empleadas preferentemente. En particular, en la mezcla, el fosfato de monoalquilo está contenido preferentemente en una cantidad de 50% en peso o más, más preferentemente 90% en peso o más, basado en el peso total de la mezcla.

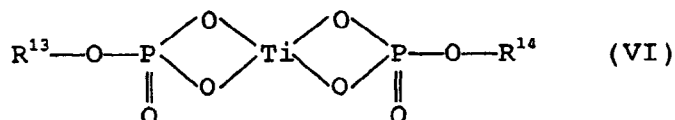
Los productos de reacción del componente de compuesto de titanio (C) con el componente de compuesto de fósforo (D) pueden ser producidos, por ejemplo, mezclando los componentes (C) y (D) entre sí y calentando la mezcla resultante en glicol. O sea, cuando se calienta una solución en glicol que contiene el componente de compuesto de titanio (C) y el componente de compuesto de fósforo (D), la solución en glicol se pone de color blanco turbio y el producto de reacción de los componentes (C) y (D) precipita formando un sólido. El precipitado se recoge y se usa como catalizador para la producción del polímero de poliéster. En la producción del producto de reacción (2) para el catalizador, el glicol que se va a usar es preferentemente el mismo que se usa como componente de glicol para producir el polímero de poliéster utilizando el catalizador resultante. Por ejemplo, el polímero de poliéster objetivo es polímero de poli(tereftalato de etileno), y se usa etilen glicol.

El producto de reacción (2) para el catalizador de policondensación para la presente invención puede ser producido mezclando el componente de compuesto de titanio (C), el componente de compuesto de fósforo (D) y glicol, y calentando la mezcla. En este método, sin embargo, cuando la mezcla se calienta se forma un producto de reacción insoluble en glicol por la reacción del componente de compuesto de titanio (C) con el componente de compuesto de fósforo (D), y precipita en el sistema de reacción. Por consiguiente, el procedimiento de reacción hasta la precipitación se lleva cabo preferentemente de forma uniforme. En consecuencia, para producir el precipitado producto de reacción con una elevada eficiencia, preferentemente se preparan por separado una solución de los componentes de compuesto de titanio en glicol y una solución del componente de compuesto de fósforo (D), y estas soluciones se mezclan y se calientan.

La temperatura de reacción de los componentes (C) y (D) está preferentemente en el intervalo de 50°C a 200°C, y el tiempo de reacción es preferentemente de un minuto a 4 horas. Si la temperatura de reacción es demasiado baja, la reacción puede realizarse de forma incompleta o se necesita un tiempo de reacción muy largo, y así el precipitado producto de reacción no puede ser obtenido por una reacción uniforme con una elevada eficiencia.

El componente de compuesto de fósforo (D) y el componente de compuesto de titanio (C) son sometidos a la reacción térmica, preferentemente en una relación en términos de relación molar de átomos de fósforo a átomos de titanio de 1,0 a 3,0, más preferentemente de 1,5 a 2,5. Cuando los componentes (D) y (C) se emplean en la relación mencionada anteriormente, el componente de compuesto de fósforo (D) puede reaccionar de una forma sustancialmente completa con el componente de compuesto de titanio (C), y sustancialmente en el producto de reacción no hay presente producto que haya reaccionado incompletamente. Por consiguiente, el producto de reacción resultante puede ser usado para el catalizador sin refinar, y el polímero de poliéster resultante tiene un buen tono de color. También, como el producto de reacción no contiene sustancialmente compuesto de fósforo de fórmula (V) sin reaccionar, la reacción de policondensación para la producción del poliéster puede realizarse con una elevada productividad y sin obstrucción debida al compuesto de fósforo no reaccionado.

El producto de reacción (2) para el catalizador de policondensación utilizable para la presente invención preferentemente contiene el compuesto representado por la fórmula general (VI):



En la fórmula (VI), R¹³ y R¹⁴ respectiva e independientemente entre ellos representan un miembro elegido entre grupos alquilo que tienen de 1 a 10 átomos de carbono y derivados de los grupos R⁸, R⁹, R¹⁰ y R¹¹ en la fórmula general (IV) que representa el alcóxido de titanio para el componente de compuesto de titanio (C) y R¹² en la fórmula general (V) que representa el compuesto de fósforo para el componente de compuesto de fósforo (D), o grupos arilo que tienen de 6 a 12 átomos de carbono y derivados del grupo R¹² del compuesto de fósforo de fórmula (V).

- 5 El producto de reacción del compuesto de titanio con el compuesto de fósforo de fórmula (V), representados por la fórmula (VI), tiene una elevada actividad catalítica y el polímero de poliéster producido utilizando este producto de reacción muestra un buen tono de color (un valor b^* bajo), y contiene acetaldehído, metales residuales y trímeros cíclicos en cantidades suficientemente bajas en la práctica, y tiene propiedades de polímero prácticamente satisfactorias. El producto de reacción representado por la fórmula (IV) está contenido preferentemente en una cantidad de 50% en peso o más, más preferentemente 70% en peso o más, en el catalizador de policondensación.
- 10 En la policondensación del éster dicarboxilato aromático en presencia del producto de reacción (2) mencionado anteriormente, el precipitado del producto de reacción (2) suspendido en glicol puede ser empleado como catalizador sin separar el precipitado del glicol. Alternativamente, el precipitado producto de reacción es separado de la suspensión del mismo en glicol mediante un tratamiento de precipitación centrífuga o un tratamiento de filtración, el producto de reacción separado se refina mediante un tratamiento de recristalización en un agente de recristalización, por ejemplo acetona, metil alcohol y/o agua, y después el producto refinado se emplea como catalizador de policondensación. La estructura química del producto de reacción (2) para el catalizador de policondensación puede ser confirmada mediante una determinación cuantitativa del metal de acuerdo con NMR y XMA de sólidos.
- 15 El polímero de poli(tereftalato de etileno) utilizable para la presente invención se produce mediante la policondensación de un éster dicarboxilato aromático en presencia de un catalizador que comprende una mezcla (1) del componente de compuesto de titanio (A) con el componente de compuesto de fósforo (compuesto fosfonato) (B) y/o el producto de reacción (2) del componente de compuesto de titanio (C) con el componente de compuesto de fósforo (D).
- 20 Para la tela de fibra de poli(tereftalato de etileno) de la presente invención, se usan preferentemente productos de policondensación de diéster tereftalato de etilenglicol. El diéster tereftalato de etilenglicol puede ser producido mediante una reacción de diesterificación del ácido dicarboxílico aromático con el glicol alifático, o mediante una reacción de transesterificación de un éster dialquilo del ácido dicarboxílico aromático con un glicol alifático. La producción del polímero de poli(tereftalato de etileno) por medio de la reacción de transesterificación usando como compuesto de partida el éster dialquilo del dicarboxilato aromático, es ventajosa por cuanto el procedimiento de policondensación puede ser llevado a cabo con menos dispersión del compuesto de fósforo añadido como agente estabilizante de fósforo al sistema de policondensación, en comparación con el procedimiento de policondensación del diéster tereftalato de etilenglicol producido por la reacción de diesterificación del ácido dicarboxílico aromático.
- 25 Además, preferentemente una porción o la totalidad del componente de compuesto de titanio (A) o (C) se mezcla con el sistema de reacción antes del inicio de la reacción de transesterificación, para utilizar el componente de compuesto de titanio (A) o (C) como catalizador tanto para la reacción de transesterificación como para la de policondensación. En esta utilización del componente de compuesto de titanio (A) o (C), el contenido final de componente de compuesto de titanio en el polímero de poliéster puede reducirse. En la producción de poli(tereftalato de etileno), la reacción de transesterificación de un éster dialquilo, de un componente de ácido dicarboxílico aromático incluyendo como principal componente ácido tereftálico, con etilen glicol, se lleva a cabo preferentemente en presencia del componente de compuesto de titanio (A) que comprende al menos un miembro elegido entre el grupo consistente en alcóxidos de titanio (a) representados por la fórmula general (I), y productos de reacción (b) producidos por la reacción de los alcóxidos de titanio representados por la fórmula general (I) con un ácido policarboxílico aromático representado por la fórmula general (II) o anhídridos del mismo. Después, a la mezcla de reacción producida por la reacción de transesterificación y que contiene el diéster del ácido dicarboxílico aromático con etilen glicol, se añade un componente de compuesto de fósforo (componente de fosfato) (B) representado por la fórmula general (III), o un producto de reacción del componente de compuesto de titanio (C) con el componente de compuesto de fósforo (D), para proceder a la reacción de policondensación del éster dicarboxilato aromático.
- 30
- 35
- 40
- 45 Normalmente la reacción de transesterificación se lleva a cabo bajo la presión atmosférica ambiente. Cuando la reacción se lleva a cabo bajo una presión de 0,05 a 0,20 MPa, se favorece más la reacción de transesterificación debida a la actividad catalítica del componente de compuesto de titanio (A), y no tiene lugar la generación de un subproducto, consistente en dietilen glicol, en grandes cantidades. Estos efectos permiten que el polímero de poli(tereftalato de etileno) resultante muestre un comportamiento mejor tal como, por ejemplo, la estabilidad térmica. La reacción de transesterificación se lleva a cabo preferentemente a una temperatura de 160 a 260°C.
- 50 En la presente invención, cuando se usa ácido tereftálico como ácido dicarboxílico aromático, el ácido tereftálico y el tereftalato de dimetilo se emplean como materiales de partida para el poliéster. En este caso, puede usarse un tereftalato de dimetilo reciclado obtenido mediante la despolimerización de un poli(tereftalato de alquileno) o un ácido tereftálico reciclado obtenido por hidrólisis del tereftalato de dimetilo reciclado. Se prefiere usar en particular, como fuente de material para la preparación del poliéster, botellas de PET recuperadas, poliéster recuperado, productos de fibra y productos de película de poliéster recuperados, con miras a una utilización eficaz de los recursos.
- 55 La reacción de policondensación puede llevarse a cabo en un reactor único o puede realizarse sucesivamente en una diversidad de reactores. El polímero de poliéster producido por el procedimiento de policondensación mencio-

nado anteriormente es normalmente extruído en estado fundido en forma de filamentos, y la corriente fundida en filamentos de polímero de poliéster es enfriada y después conformada (cortada) en forma de chip.

El polímero de poli(tereftalato de etileno) obtenido mediante el procedimiento de policondensación se sigue sometiendo opcionalmente a un procedimiento de policondensación en fase sólida.

- 5 El procedimiento de policondensación en fase sólida se lleva a cabo en una o más etapas, a una temperatura de 190 a 230°C, bajo una presión de 1 kPa a 200 kPa, en una atmósfera de gas inerte o no reactivo que comprende, por ejemplo, gases nitrógeno, argón y/o dióxido de carbono.

- 10 El polímero de poli(tereftalato de etileno) producido por el procedimiento de policondensación en fase sólida mencionado anteriormente y en forma de chips se sigue tratando con agua poniendo en contacto aire que contiene vapor de agua con el polímero, para desactivar el catalizador contenido en los chips de polímero.

El procedimiento para producir el polímero de poli(tereftalato de etileno) que comprende la etapa de esterificación, y la etapa de policondensación puede llevarse a cabo en uno cualquiera de los procedimientos del tipo de procesos por tandas, semi-continuo y continuo.

- 15 El polímero de poli(tereftalato de etileno) utilizable para la presente invención tiene preferentemente un valor de L^* de 77 a 85 y un valor de b^* de 2 a 5, determinados de acuerdo con la especificación de color $L^*a^*b^*$ de JIS Z 8729.

- 20 El polímero de poli(tereftalato de etileno) producido por los procedimientos mencionados anteriormente y utilizable para la presente invención tiene preferentemente una viscosidad intrínseca en el intervalo de 0,40 a 0,80, más preferentemente de 0,50 a 0,70. Si la viscosidad intrínseca es menor que 0,40, las fibras de poliéster resultantes pueden mostrar una resistencia mecánica insuficiente. También, si la viscosidad intrínseca es mayor que 0,80, puede ser necesario diseñar la viscosidad intrínseca del polímero de poliéster de partida para que sea muy alta, y esto puede causar problemas económicos.

- 25 El polímero de poli(tereftalato de etileno) utilizable para la presente invención tiene opcionalmente una pequeña cantidad de un aditivo, por ejemplo, un antioxidante, un agente de absorción de rayos ultravioleta, un agente ignífugo, un agente de brillo fluorescente, un agente de empañamiento, un agente de control del tono del color, un agente antiespumante, un agente antiestático, agentes antibacterianos, un estabilizante para la luz, estabilizante térmico y un agente de tamizado de la luz. En particular, en el polímero de poli(tereftalato de etileno) se añade preferentemente dióxido de titanio como agente de empañamiento y un antioxidante como estabilizante.

El dióxido de titanio está preferentemente en forma de partículas que tienen un tamaño medio de 0,01 a 2 μm , y preferentemente está contenido en una proporción de 0,01 a 10% en peso en el polímero de poliéster.

- 30 En el caso en el que el polímero de poli(tereftalato de etileno) contiene dióxido de titanio como agente de empañamiento, y solamente el agente de empañamiento consistente en dióxido de titanio es eliminado de la muestra del polímero de poliéster para ser sometida a una medida, la muestra del polímero de poliéster se disuelve en hexafluoroisopropanol, la solución se somete a un tratamiento de separación centrífuga para separar y precipitar las partículas de dióxido de titanio de la solución, la fracción líquida transparente superior de la solución se recoge mediante un método de inclinación, y el disolvente se separa de la fracción líquida recogida mediante evaporación, para proporcionar una muestra de polímero para someterla a una medida.

- 40 El antioxidante comprende preferentemente un antioxidante fenólico con impedimento estérico. El antioxidante está contenido en una proporción de 1% en peso o menos, más preferentemente de 0,005 a 0,5% en peso en el polímero de poliéster. Si el contenido de antioxidante es mayor que 1% en peso, el efecto anti-oxidación de la resina resultante puede saturarse y un contenido demasiado alto de antioxidante puede hacer que se forme escoria en el material fundido de polímero de poliéster durante el procedimiento de hilado en fusión. También, el antioxidante fenólico con impedimento estérico puede emplearse en combinación con un antioxidante de tioéter contra una oxidación secundaria.

- 45 No hay limitación en cuanto a la manera de mezclar el antioxidante en el polímero de poliéster. El procedimiento de mezcla puede llevarse a cabo en cualquier etapa entre el comienzo de la reacción de transesterificación y el final de la reacción de policondensación.

- 50 En la presente invención, no hay limitación en cuanto al procedimiento para producir las fibras a partir del polímero de poli(tereftalato de etileno), y el procedimiento de hilado en fusión de poliéster convencional puede ser usado para la fibra de poli(tereftalato de etileno). Por ejemplo, el polímero de poli(tereftalato de etileno) mencionado anteriormente se funde a una temperatura en el intervalo de 270 a 300°C, y el material fundido se somete a hilado en fusión. En este procedimiento de hilado en fusión, la velocidad de hilado en fusión es preferentemente de 400 a 5000 m/min. Cuando el procedimiento de hilado en fusión se lleva a cabo a una velocidad en el intervalo mencionado

anteriormente, los filamentos resultantes pueden mostrar una suficiente resistencia mecánica y pueden ser bobinados en una condición estable. Los filamentos de poliéster resultantes sin estirar son bobinados y después sometidos a un proceso de estirado, o son sometidos en continuo al proceso de estirado sin bobinado. Las fibras de poli(tereftalato de etileno) para la presente invención pueden ser sometidas a un tratamiento de reducción de masa con un álcali, para mejorar el tacto de los filamentos.

En la producción de las fibras de poli(tereftalato de etileno), no hay limitación en cuanto a la forma de la hilera. Los orificios de hilado pueden tener perfiles circulares o una sección transversal irregular, por ejemplo un perfil transversal triangular u otro poligonal transversal plano, y pueden estar hechos para filamentos huecos o no huecos.

No hay ninguna limitación en cuanto a la forma de las fibras de poli(tereftalato de etileno) utilizables para la presente invención. La fibra de poli(tereftalato de etileno) para la presente invención puede estar en forma de filamentos continuos o de fibras cortadas. Las fibras de poli(tereftalato de etileno) utilizables para la presente invención pueden estar en forma de hilos de fibra retorcida o hilos de fibra no retorcida. Además, las fibras de poli(tereftalato de etileno) utilizables para la presente invención pueden estar en forma de hilos de fibra texturizada de torsión falsa, hilos de fibra texturizada taslan o hilos de fibra entrelazados por un método de entrelazamiento que usa corrientes de chorro de aire.

El espesor total, el espesor de la fibra individual de los hilos de fibra de poli(tereftalato de etileno) para la presente invención y el grado de cobertura (CF) de la tela tricotada o la tela tejida de la presente invención pueden establecerse en respuesta al uso de la misma. El grado de cobertura (CF: cover factor) de la tela se define mediante la siguiente ecuación:

$$CF = (DW_p/1,1)^{1/2} \times MW_p + (DW_f/1,1)^{1/2} \times MW_f$$

en la que DW_p representa el espesor total en dtex de los hilos de urdimbre de la tela, MW_p representa la densidad de ligamento en hilos/2,54 cm de los hilos de urdimbre, DW_f representa el espesor total en dtex de los hilos de trama y MW_f representa la densidad de ligamento en hilos/2,54 cm de los hilos de trama.

Por ejemplo, cuando la tela tricotada o tejida de fibra de poli(tereftalato de etileno) de la presente invención se prepara para vestidos de señora y caballero, prendas para deportes y para uniformes, los hilos de fibra de poli(tereftalato de etileno) se diseñan preferentemente para que tengan un espesor total de 33 a 330 dtex, y un espesor de fibra individual de 0,4 a 10,0 dtex, y la tela de fibra de poli(tereftalato de etileno) se diseña preferentemente para que tenga un CF de 1000 a 3500. Cuando la tela se usa para materiales para interiores, los hilos de fibra tienen preferentemente un espesor total de 22 a 1100 dtex y un espesor de fibra individual de 0,4 a 22 dtex, y la tela tiene preferentemente un CF de 1000 a 4500.

En la tela tricotada o tejida de fibra de poli(tereftalato de etileno) de la presente invención, el contenido de fibras de poli(tereftalato de etileno) es preferentemente 50% en peso o más, más preferentemente 60% en peso o más, aún más preferentemente 100% en peso, basado en el peso total de la tela tricotada o la tela tejida. En la tela tricotada o tejida de fibra de poli(tereftalato de etileno) de la presente invención, las fibras contenidas además de las fibras de poli(tereftalato de etileno) no están limitadas a tipos específicos de fibras, siempre y cuando las fibras adicionales sean apropiadas para formar la tela tricotada o la tela tejida. Las fibras adicionales pueden ser al menos un tipo de fibras elegidas entre fibras vegetales, por ejemplo fibras de algodón y fibras de cáñamo; fibras de pelo animal, por ejemplo lana, lana de Angora, cachemira, moharé, pelo de camello y pelo de alpaca; fibras animales, por ejemplo seda, fibras de plumón y pluma; fibras regeneradas y semisintéticas, por ejemplo rayón y fibras de acetato de celulosa; y fibras sintéticas, por ejemplo fibras de nilón, aramida, poli(alcohol vinílico), poli(cloruro de vinilo), poli(tereftalato de etileno), poli(tereftalato de trimetileno), poli(tereftalato de butileno), poli(acrilato), poli(ácido láctico), poli(acrilonitrilo), polietileno, polipropileno, poliuretano, poli(sulfuro de fenileno), poliimida, poli(acrilato), copolímero de etileno-alcohol vinílico y copolímero de poliéter-éster.

En la tela tricotada o tejida de fibra de poli(tereftalato de etileno) de la presente invención, no hay ninguna limitación para las estructuras tricotadas y tejidas, las telas tejidas incluyen tejidos lisos, tejido en cadenilla y satén.

La tela tejida de fibra de poli(tereftalato de etileno) de la presente invención puede ser producida por un método de tejeduría convencional usando las fibras de poli(tereftalato de etileno) como se especifican anteriormente. También, la tela tejida de fibra de poli(tereftalato de etileno) puede ser tratada mediante el tratamiento de reducción de masa con un álcali conocido o el tratamiento habitual de teñido. También, la tela tejida de fibra de poli(tereftalato de etileno) de la presente invención puede ser tratada mediante un tratamiento convencional de absorción de agua, repelente al agua, o cardado o con agentes convencionales que confieren funciones, por ejemplo un agente de tamizado de rayos ultravioleta, un antiestático, un agente ignifugante, un agente antibacteriano, un agente desodorante, un agente antipolillas, un agente regenerador de la luz, un agente reflectante o un agente aniónico generador de iones.

5 Las telas tricotadas de fibra de poli(tereftalato de etileno) de la presente invención no están limitadas a aquellas telas que tienen una estructura tricotada y una densidad tricotada específicas. Para obtener una tela tricotada de fibra de poli(tereftalato de etileno) que tenga un buen tacto, la densidad de columna es preferentemente de 40 a 80 hilos/2,54 cm, más preferentemente de 50 a 70 hilos/2,54 cm, y la densidad de pasada es preferentemente de 30 a 70 hilos/2,54 cm, más preferentemente de 40 a 65 hilos/2,54 cm.

10 No hay ninguna limitación en cuanto a la estructura tricotada de la tela tricotada de fibra de poli(tereftalato de etileno) de la presente invención. Las estructuras tricotadas aplicables a la tela tricotada de la presente invención incluyen estructuras tricotadas de urdimbre y estructuras tricotadas circulares. Las estructuras tricotadas tubulares incluyen las estructuras tricotadas ponti roma, punto Milano rib, punto jareta rib, punto Urakanoko, piqué simple y piqué doble, las estructuras tricotadas de urdimbre incluyen estructuras tricotadas de urdimbre simple, por ejemplo estructuras kalf, satén, backkalf, punto queens cord, y punto de piel de tiburón y estructuras tricotadas de doble urdimbre, por ejemplo, estructuras russel doble y tricot doble.

15 Las telas tricotadas de fibra de poli(tereftalato de etileno) de la presente invención pueden ser producidas a partir de los hilos de fibra de poli(tereftalato de etileno) como se mencionan anteriormente, por un método de tricotado convencional. También, la tela tricotada puede ser tratada mediante un tratamiento de reducción de masa con un procedimiento con álcali y/o teñido convencional. También, la tela tricotada de fibra de poli(tereftalato de etileno) de la presente invención se sigue tratando opcionalmente mediante un tratamiento de absorción de agua, repelente al agua y cardado o con un agente que confiere funciones, por ejemplo un agente de tamizado de rayos ultravioleta, un agente antiestático, un agente antibacteriano, un agente desodorante, un agente antipolillas, un agente regenerador de la luz, un agente retrorreflectante, y un agente aniónico generador de iones.

EJEMPLOS

La presente invención se ilustrará con más detalle por medio de los ejemplos que siguen, que se supone no limitan el alcance de la presente invención en modo alguno.

25 En cada uno de los Ejemplos 1 a 14 y Ejemplos Comparativos 1 a 8, la viscosidad intrínseca, el tono de color y el contenido de metal de un polímero de poliéster y la cantidad de materia extraña depositada y adherida alrededor de la hilera en el procedimiento de hilado en fusión (luz de la capa de materia extraña) se miden por medio de los siguientes procedimientos.

(1) Viscosidad intrínseca.

30 La viscosidad intrínseca (IV) del polímero de poliéster se determinó a partir de los valores de la viscosidad de una solución de 0,6 g del polímero de poliéster disuelto en 50 ml de ortoclorofenol a 35°C medida a 35°C, utilizando un viscosímetro Ostwald.

(2) Tono de color (valor de L* y valor de b*).

35 Se fundió una muestra de poliéster a 290°C bajo vacío durante 10 minutos, y fue conformada sobre una placa de aluminio en una forma plana que tiene un espesor de $3,0 \pm 1,0$ mm. La pieza de ensayo de poliéster de forma plana resultante fue apagada inmediatamente en agua helada, se secó a 160°C durante una hora y luego se sometió a un tratamiento de cristalización. La pieza de ensayo de poliéster de forma plana resultante se puso sobre una placa blanca estándar para regular un medidor de diferencia de color y se midió el valor L* de Hunter y el valor b* de la superficie de la pieza de ensayo de poliéster de forma plana, de acuerdo con la especificación de color L*a*b* (JIS Z 8729) mediante un medidor de diferencia de color de Hunter CR-200 fabricado por Minolta Co., Ltd. El valor L* significa la luminosidad, y la luminosidad de la pieza de ensayo aumenta a medida que aumenta el valor numérico, mientras que el valor b representa el amarilleamiento, y el amarilleamiento de la pieza de ensayo aumenta a medida que aumenta el valor b.

(3) Análisis de la concentración de metal.

45 En la medida de la concentración de los átomos de titanio y fósforo en el catalizador en estado de solución, se puso una muestra de la solución de catalizador en una celda para líquido.

Cuando el catalizador está contenido en un polímero de poliéster, se funde por calor sobre una placa de aluminio una muestra del polímero de poliéster que contiene el catalizador y se prepara un espécimen moldeado que tiene una superficie plana mediante una prensa de compresión.

50 La muestra de solución de catalizador o espécimen moldeado fue sometida a la medida de la concentración de metal utilizando un aparato de análisis por rayos X fluorescentes, Modelo 3270, fabricado por Rigaku Denki Kogyo K.K.

(4) Contenido de dietilenglicol (DEG).

Una muestra del polímero de poliéster fue descompuesta con hidrazina hidratada, y el producto de descomposición resultante fue sometido a análisis mediante cromatografía de gases usando un cromatógrafo de gases (modelo 363-70, fabricado por K.K. HITACHI SEISAKUSHO) para determinar el contenido (% en peso) de dietilenglicol.

5 (5) Altura de la capa de materia extraña depositada sobre la hilera de hilado en fusión.

Después de conformar en chips una muestra de poliéster, los chips resultantes se fundieron a 290°C y el material fundido fue hilado en fusión por extrusión a través de una hilera de hilado con 12 orificios que tiene un diámetro de orificio de 0,15 mm, a una velocidad de extrusión de 600 m/min, durante 2 días. Se midió la altura de la capa del depósito de materia extraña formado sobre la periferia externa del orificio de extrusión de la hilera. Cuanto mayor es la altura de la capa del depósito, tanto más fácilmente ocurre el fenómeno de plegado de la corriente en forma de filamento del material fundido de poliéster extruído, con el resultado del un descenso de la conformabilidad del poliéster. Esto es, la altura de la capa del depósito formado sobre la hilera de hilado es un índice de la conformabilidad del poliéster.

(6) Resistencia a la tracción y alargamiento en la rotura de las fibras.

15 La resistencia a la tracción y el alargamiento en la rotura de las fibras se midieron de acuerdo con el procedimiento descrito en el documento JIS L1013.

Ejemplo 1.

Una mezcla de 100 partes en peso de dimetil tereftalato con 70 partes en peso de etilen glicol se mezcló a su vez con 0,009 partes en peso de titanato de tetra-n-butil. La mezcla resultante se puso en un reactor de acero inoxidable que tiene sistemas de calentamiento y presurización, se aumentó la presión del interior del reactor hasta 0,07 MPa y la temperatura de la mezcla se aumentó en el intervalo de 140°C a 240°C, para someter a la mezcla a una reacción de transesterificación. Después, la mezcla de reacción se mezcló con 0,04 partes en peso de trietil fosfonoacetato, y se terminó la reacción de transesterificación. La mezcla de reacción se pasó a un reactor de polimerización, se calentó a una temperatura de 290°C, y se sometió a la reacción de policondensación bajo alto vacío de 26,67 Pa o menos. Se obtuvo un polímero de poliéster libre de agente deslustrador y que tiene una viscosidad intrínseca de 0,60 y un contenido de dietilenglicol de 1,5% en peso.

El polímero de poliéster resultante fue conformado en chips y secado por procedimientos convencionales. Los chips de polímero secados fueron sometidos a un procedimiento de hilado en fusión, para producir un hilo multifilamento no estirado que tiene una cuenta de hilo de 333 dtex/36 filamentos. El hilo de filamento no estirado fue sometido a un procedimiento de estirado a una relación de estiramiento de 4,0, para producir un hilo multifilamento estirado que tiene una cuenta de hilo de 83,25 dtex/30 filamentos. Las propiedades del hilo multifilamento estirado se muestran en la Tabla 1.

El hilo multifilamento estirado fue sometido a un procedimiento de tricotado circular usando un telar circular de calibre 28, de 96,5 cm, para producir una tela tricotada con una estructura suave, una densidad de columna de 52 hilos/2,54 cm y una densidad de pasada de 60 hilos/2,54 cm. En el procedimiento de tricotado, la procesabilidad del hilo multifilamento de poliéster fue buena y se consideró que era posible mantener las condiciones del proceso estables a lo largo de un periodo prolongado.

La tela tricotada cruda resultante se tiñó utilizando una máquina para teñido a alta presión a una temperatura de 130°C, la tela teñida resultante en estado húmedo fue sometida a un procedimiento de impregnación con un agente antiestático, y después se fijó por calor a una temperatura de 165°C en un fijador térmico. La tela tricotada acabada resultante tenía una estructura suave, una densidad de columna de 48 hilos/2,54 cm y una densidad de pasada de 55 hilos/2,54 cm.

La tela tricotada de fibra de poliéster resultante tiene una resistencia al reventón de 590 kPa, cambios dimensionales en lavado de 0,3% en dirección de columna y 0,5% en dirección de pasada, y fue considerada suficientemente utilizable para uso en ropa interior.

Ejemplo de referencia 1.Síntesis de trimelitato de titanio.

Se preparó una mezcla mezclando tetrabutóxido de titanio en una solución de anhídrido trimelítico en una concentración de 0,2% en peso en etilenglicol, en una relación molar de tetrabutóxido de titanio a anhídrido trimelítico de 1/2:1. La mezcla se dejó al aire a una temperatura de 80°C bajo la presión atmosférica ambiente, durante un tiempo

5 de 60 minutos para dejar que reaccionasen entre sí el tetrabutóxido de titanio y el anhídrido trimelítico, y después la mezcla de reacción resultante se enfrió a temperatura ambiente y luego se mezcló en acetona en una cantidad de 10 veces la de la mezcla de reacción, para dejar que el producto de la reacción catalítica resultante cristalice y precipite. El precipitado resultante se separó y se recogió de la mezcla de reacción mediante filtración a través de un papel de filtro, y se secó a 100°C durante 2 horas.

Se obtuvo el producto de la reacción de tetrabutóxido de titanio con anhídrido trimelítico buscado, es decir trimelitato de titanio.

Ejemplo 2

10 Se prepararon fibras de poliéster por los mismos procedimientos que en el Ejemplo 1, excepto que como compuesto de titanio para el catalizador, el trimelitato de titanio producido en el Ejemplo de referencia 1 fue empleado en una cantidad de 0,016 partes. Los resultados de la medida se muestran en la Tabla 1.

15 El hilo multifilamento de poliéster fue sometido a un procedimiento de tricotado circular usando un telar circular de calibre 28, de 96,5 cm, para producir una tela tricotada con una estructura suave, una densidad de columna de 52 hilos/2,54 cm y una densidad de pasada de 60 hilos/2,54 cm. En el procedimiento de tricotado, la procesabilidad del hilo multifilamento de poliéster fue buena y se consideró que era posible mantener las condiciones del proceso estables a lo largo de un periodo prolongado.

20 La tela tricotada cruda resultante se tiñó utilizando una máquina para teñir a alta presión a una temperatura de 130°C, la tela teñida resultante en estado húmedo fue sometida a un procedimiento de impregnación con un agente antiestático, y después se fijó por calor a una temperatura de 165°C en un fijador por calor. La tela tricotada acabada resultante tenía una estructura suave, una densidad de columna de 48 hilos/2,54 cm y una densidad de pasada de 55 hilos/2,54 cm.

La tela tricotada de fibra de poliéster resultante tenía una resistencia al reventón de 590 kPa, cambios dimensionales en lavado de 0,3% en dirección de columna y 0,5% en dirección de pasada, y fue considerada suficientemente utilizable para uso en ropa interior.

25 Ejemplos 3 a 7.

Se prepararon fibras de poliéster por los mismos procedimientos que en el Ejemplo 1, excepto que el compuesto de titanio y el compuesto de fósforo que se muestran en la Tabla 1 fueron usados en las cantidades que se indican en la Tabla 1 para proporcionar el catalizador.

Los resultados de las medidas se muestran en la Tabla 1.

30 El hilo multifilamento de poliéster fue sometido a un procedimiento tricotado circular usando un telar circular de calibre 28, de 96,5 cm, para producir una tela tricotada con una estructura suave, una densidad de columna de 52 hilos/2,54 cm y una densidad de pasada de 60 hilos/2,54 cm. En el procedimiento de tricotado, la procesabilidad del hilo multifilamento de poliéster fue buena y se consideró que era posible mantener las condiciones del proceso estables a lo largo de un periodo prolongado.

35 La tela tricotada cruda resultante se tiñó utilizando una máquina para teñir a alta presión a una temperatura de 130°C, la tela teñida resultante en estado húmedo fue sometida a un procedimiento de impregnación con un agente antiestático, y después se fijó por calor a una temperatura de 165°C en un fijador por calor. La tela tricotada acabada resultante tenía una estructura suave, una densidad de columna de 48 hilos/2,54 cm y una densidad de pasada de 55 hilos/2,54 cm.

40 La tela tricotada de fibra de poliéster resultante tenía una resistencia al reventón de 590 kPa, cambios dimensionales en lavado de 0,3% en dirección de columna y 0,5% en dirección de pasada, y fue considerada suficientemente utilizable para uso en ropa interior.

Ejemplos comparativos 1 a 3.

45 En cada uno de los Ejemplos comparativos 1 a 3, se prepararon fibras de poliéster por los mismos procedimientos que en el Ejemplo 1, excepto que el compuesto de titanio y los compuestos de fósforo que se indican en la Tabla 1 fueron usados para preparar el catalizador en las cantidades que se señalan en la Tabla 1.

Los resultados de la medida se muestran en la Tabla 1.

El hilo multifilamento de poliéster resultante fue sometido al procedimiento de tricotado y teñido. En el procedimiento de tejeduría, ocurrieron roturas del hilo multifilamento de poliéster y, en el procedimiento de teñido, se generaron en la tela defectos de rayaduras.

La tela acabada resultante tenía diversos defectos de rayadura y mostró un aspecto y una calidad insatisfactorios.

5 Ejemplo comparativo 4.

10 Una mezcla de 100 partes en peso de dimetil tereftalato con 70 partes en peso de etilen glicol se mezcló a su vez con 0,064 partes en peso de acetal cálcico hidrato. La mezcla resultante se puso en un reactor de acero inoxidable que tiene sistemas de calentamiento y presurización, se aumentó la presión del interior del reactor hasta 0,07 MPa y la temperatura de la mezcla se aumentó en el intervalo de 140°C a 240°C, para someter a la mezcla a una reacción de transesterificación. Después, la mezcla de reacción se mezcló a su vez con 0,044 partes en peso de una solución acuosa de ácido fosfórico que tiene una concentración de 56% en peso, y se terminó la reacción de transesterificación. La mezcla de reacción se puso en un reactor de polimerización, se mezcló con trióxido de antimonio en la cantidad que se indica, se calentó a una temperatura de 290°C, y se sometió a la reacción de policondensación bajo alto vacío de 26,67 Pa o menos.

15 El polímero de poliéster resultante fue conformado en multifilamentos en los mismos procedimientos que en el Ejemplo 1, y después en tela tricotada de fibra de poliéster.

Los resultados de la medida se muestran en la Tabla 1.

20 El hilo de multifilamento de poliéster resultante fue sometido a los procesos de tricotado y teñido. En el proceso de tricotado, el hilo multifilamento de poliéster se rompió con frecuencia y en el proceso de teñido se generaron en la tela defectos de rayadura.

La tela acabada resultante tenía una diversidad de defectos de frotamiento y mostró un aspecto y una calidad insatisfactorios.

Tabla 1

Ejemplo nº	Ítem		Componentes del catalizador						Polímero de poliéster			Fibras de poliéster		
	Compuesto de Ti		Compuesto de P		Compuesto de Sb (Sb ₂ O ₃) (%mmol)	M _P /M _{Ti}	M _{Ti} + M _P (%mmol)	Viscosidad intrínseca	Color		Resist. a la tracción (cN/dtex)	Alargamiento a la rotura (%)	Altura de la capa de materia extraña (µm)	
	Tipo	Contenido %mmol	Tipo	Contenido (%mmol)					Valor de L*	Valor de a*				
1	TBT	5	TEPA	30	—	6	35	0,620	79,0	3,0	3,7	27	3	
2	TMT	5	TEPA	30	—	6	35	0,620	80,0	2,8	3,8	26	4	
3	TMT	5	PEE	30	—	6	35	0,620	78,0	3,0	3,8	28	4	
4	TMT	3	TEPA	15	—	5	18	0,600	80,0	2,3	3,6	27	2	
5	TMT	7	TEPA	50	—	7	57	0,600	80,0	3,3	3,7	25	4	
6	TMT	5	TMP	30	—	6	35	0,600	77,0	4,0	3,6	26	3	
7	acetato de titanio	5	TEPA	30	—	6	35	0,600	78,0	4,5	3,6	29	4	
Ejemplo Comparativo	1	TMT	5	TEPA	90	—	18	95	0,520	83,0	0,0	3,2	22	4
	2	TMT	9	TEPA	100	—	11.	109	0,600	78,0	3,0	3,7	29	4
	3	TMT	2	TEPA	7	—	3.5	9	0,600	80,0	2,0	3,6	27	3
	4	—	—	—	—	31	—	—	0,620	78,0	3,0	3,9	28	50

5

Notas para la Tabla 1

TBT: tetra-n-butóxido de titanio

TMT: trimetilato de titanio

TEPA: trietil fosonoacetato

PEE: éster carboetoximetano-dietil fosfonato

THP: trimetil fosfato

10

Ejemplo 8.

Se preparó un polímero de poliéster y, a partir del polímero de poliéster resultante, se produjeron hilos multifilamento de poliéster por los mismos procedimientos que en el Ejemplo 1.

- 5 Los hilos multifilamento de poliéster fueron empleados en forma de hilo no retorcido como hilos de urdimbre y de trama para formar un tejido liso consistente solamente en los hilos de poliéster mencionados anteriormente y que tiene una densidad de urdimbre de 97 hilos/2,54 cm y una densidad de trama de 83 hilos/2,54 cm.

10 En la etapa de preparación para el proceso de tejeduría, la generación de pelusas en los hilos en el urdidor es baja y, en la etapa de tejeduría, fueron pocas las roturas de los hilos de urdimbre debidas a la generación de pelusas en los mismos y las paradas del telar debidas a la insuficiente capacidad de bobinado de los hilos de trama, y, por tanto, la productividad de tejido de los hilos se confirmó como excelente.

El tejido liso resultante fue sometido a los mismos procedimientos de teñido, de tratamiento con agente antiestático y de fijado por calor que en el Ejemplo 1.

15 El tejido liso resultante teñido y fijado por calor tenía una densidad de urdimbre 109 hilos/2,54 cm y una densidad de trama de 94 hilos/2,54 cm y valores de la resistencia al desgarro de 1,4 N en la dirección de la urdimbre y 1,1 N en la dirección de la trama. También, los cambios dimensionales por lavado del tejido liso fueron 1,3% en la dirección de la urdimbre y 0,8% en la dirección de la trama.

Ejemplo 9.

20 Se produjo un polímero de poliéster y, a partir del polímero de poliéster resultante, fueron producidos hilos multifilamento de poliéster por los mismos procedimientos que en el Ejemplo 2.

Los hilos multifilamento de poliéster fueron empleados en forma de hilo no retorcido como hilos de urdimbre y de trama para formar un tejido liso consistente solamente en los hilos de poliéster mencionados anteriormente y que tiene una densidad de urdimbre de 97 hilos/2,54 cm y una densidad de trama de 83 hilos/2,54 cm.

25 En la etapa de preparación para el proceso de tejeduría, la generación de pelusas en los hilos en el urdidor es baja y, en la etapa de ligamento, fueron pocas las roturas de los hilos de urdimbre debidas a la generación de pelusas en los mismos y las paradas del telar debidas a la insuficiente capacidad de bobinado de los hilos de trama, y, por tanto, la productividad de tejido de los hilos se confirmó como excelente.

Ejemplos 10 a 14.

30 En los Ejemplos 10 a 14, se produjeron respectivamente polímeros de poliéster y, a partir del polímero de poliéster resultante, fueron producidos hilos multifilamento de poliéster por los mismos procedimientos que en los Ejemplos 3 a 7.

Los hilos multifilamento de poliéster fueron empleados en forma de hilo no retorcido como hilos de urdimbre y de trama para formar un tejido liso consistente solamente en los hilos de poliéster mencionados anteriormente y que tiene una densidad de urdimbre de 97 hilos/2,54 cm y una densidad de trama de 83 hilos/2,54 cm.

35 En la etapa de preparación para el proceso de tejeduría, la generación de pelusas en los hilos en el urdidor es baja y, en la etapa de ligamento, fueron pocas las roturas de los hilos de urdimbre debidas a la generación de pelusas en los mismos y las paradas del telar debidas a la insuficiente capacidad de bobinado de los hilos de trama, y, por tanto, la productividad de tejido de los hilos se confirmó como excelente.

Ejemplos comparativos 5 a 7.

40 En los Ejemplos comparativos 5 a 7, se produjeron polímeros de poliéster y, a partir de los polímeros se produjeron hilos multifilamento de poliéster, respectivamente, por los mismos procedimientos que en los Ejemplos comparativos 1 a 3.

Se produjeron tejidos lisos a partir de los hilos multifilamento de poliéster por los mismos procedimientos que en el Ejemplo 8, y se aplicaron a los tejidos lisos los mismos procedimientos de teñido que en el Ejemplo 8.

45 En la etapa de preparación de los procedimientos de tejeduría, ocurrió con frecuencia la generación de pelusas en los hilos en el urdidor. También, en la etapa de ligamento, aparecieron con frecuencia roturas de los hilos de urdim-

bre debidas a la generación de pelusas en los mismos y paradas del telar debidas a la insuficiente capacidad de bobinado de los hilos de trama. La productividad de tejidos a partir de los hilos fue insuficiente.

Ejemplo comparativo 8.

5 En el Ejemplo comparativo 8, se produjo un polímero de poliéster y, a partir de los polímeros se produjeron hilos multifilamento de poliéster por los mismos procedimientos que en el Ejemplo comparativo 4.

Se produjeron tejidos lisos a partir de los hilos multifilamento de poliéster por los mismos procedimientos que en el Ejemplo 8, y se aplicaron a los tejidos lisos los mismos procedimientos de teñido que en el Ejemplo 8.

10 En la etapa de preparación de los procedimientos de ligamiento, ocurrió con frecuencia la generación de pelusas en los hilos en el urdidor. También, en la etapa de ligamento, aparecieron con frecuencia roturas de los hilos de urdimbre debidas a la generación de pelusas en los mismos y paradas del telar debidas a la insuficiente capacidad de bobinado de los hilos de trama. La productividad de tejidos a partir de los hilos fue insuficiente.

En los Ejemplos 15 to 22 y Ejemplos comparativos 9 a 12 como se ilustra más adelante, las propiedades de los polímeros de poliéster y las fibras de poliéster fueron determinadas mediante las medidas descritas más adelante.

(1) Viscosidad intrínseca.

15 La viscosidad intrínseca (IV) del polímero de poliéster se determinó a partir de los valores de la viscosidad de una solución de 0,6 g del polímero de poliéster disuelto en 50 ml de ortoclorofenol a 35°C medida a 35°C, utilizando un viscosímetro Ostwald.

(2) Tono de color (valor de L* y valor de b*).

20 Una muestra de poliéster en forma de pellas se trató por calor y se cristalizó en un secador a una temperatura de 160°C durante 90 minutos, y después se midió el valor L* y el valor a* de la muestra de poliéster de acuerdo con la especificación de color L*a*b* (JIS Z 8729), utilizando un aparato de color, modelo CM-7500, fabricado por Color Machine Co., Ltd.

(3) Análisis de la concentración de metal.

25 En la medida de la concentración de átomos de titanio y fósforo en el catalizador producto de reacción, se montó una muestra secada de catalizador en un microscopio electrónico de barrido (Modelo S570, fabricado por Hitachi Instruments Service Co., Ltd.) y se determinó la concentración de átomos de titanio y fósforo en el catalizador utilizando un microanalizador de energía dispersiva de rayos X (XMA, Modelo EMAX-7000, fabricado por Horiba Seisakusho, K.K.) conectado al microscopio electrónico de barrido.

30 En la medida de la concentración de metales catalíticos residuales en el poliéster, se fundieron por calor en una placa de aluminio muestras de poliéster granular, y se hizo un espécimen moldeado que tiene una superficie plana, mediante una prensa de compresión, y después se determinó la concentración de los metales en el espécimen moldeado, utilizando un aparato de análisis de rayos X fluorescentes, Modelo 3270E, fabricado por Rigaku Denki Kogyo K.K.

(4) Resistencia a la tracción y alargamiento en la rotura de la fibras.

35 La resistencia a la tracción y el alargamiento en la rotura de las fibras se midieron de acuerdo con el procedimiento descrito en el documento JIS L 1013.

(5) Cantidad de materias extrañas depositadas en la hilera de hilado.

40 Después de conformar en chips una muestra de poliéster, los chips resultantes se fundieron a 290°C y el material fundido fue hilado en fusión por extrusión a través de una hilera de hilado con 12 orificios que tiene un diámetro de orificio de 0,15 mm, a una velocidad de extrusión de 600 m/min, durante 2 días. Se midió la altura de la capa del depósito formado sobre la periferia externa del orificio de extrusión de la hilera. Cuanto mayor es la altura de la capa del depósito, tanto más fácilmente ocurre el fenómeno de plegado de la corriente en forma de filamento del material fundido de poliéster extruído, con el resultado de un descenso de la conformabilidad del poliéster. Esto es, la altura de la capa del depósito formado sobre la hilera de hilado es un índice de la conformabilidad del poliéster.

45 Ejemplo 15

Preparación del compuesto de titanio:

5 En un matraz de tres bocas de 2 litros, equipado con un sistema para el mezclado del contenido bajo agitación, se cargaron 919 g de etilenglicol y 10 g de ácido acético, y la mezcla se agitó; después se añadieron a la mezcla gradualmente 71 g de tetrabutóxido de titanio para preparar de esta forma una solución transparente de compuesto de titanio en etilenglicol. En adelante, esta solución se denominará "solución TB". La concentración de titanio de esta solución se midió utilizando fluorescencia de rayos X. El resultado fue 1,02%.

Preparación de compuesto de fósforo:

10 En un matraz de tres bocas de 2 litros, equipado con un sistema para el mezclado del contenido bajo agitación, se cargaron 656 g de etilenglicol, y a continuación se calentó a 100°C con agitación. Al alcanzarse la temperatura objetivo, se añadieron 34,5 g de fosfato de monolaurilo y la mezcla se disolvió calentando con agitación para obtener una solución transparente. En adelante, esta solución se denominará "solución P1".

Preparación del catalizador:

15 La temperatura de la solución P1 (aproximadamente 690 g) fue controlada en 100°C con agitación, y se añadieron gradualmente 310 g de la solución TB a la solución P1, y, después de terminar la adición, la mezcla de reacción resultante se agitó a una temperatura de 100°C durante una hora para completar la reacción entre el compuesto de titanio y el compuesto de fósforo. La relación de mezcla de la solución P1 a la solución TB fue controlada de manera que la relación molar de átomos de fósforo a átomos de titanio se hiciera 2,0:1,0. El producto de reacción resultante estaba en forma de un precipitado fino, porque el producto de reacción es insoluble en etilenglicol, y por tanto la mezcla de reacción estaba en un estado de turbidez blanca. En adelante, esta dispersión de catalizador se denominará "catalizador TP1-2,0".

20

25 Para analizar el precipitado de reacción en el catalizador TP1-2,0, se usó como muestra una porción del precipitado de reacción, y la muestra se filtró a través de un filtro que tiene un tamaño de abertura de malla de 5 µm, para recoger así el precipitado de reacción en forma de un sólido, y el precipitado se lavó con agua y se secó. El precipitado de reacción resultante fue sometido a análisis de la concentración del elemento usando un método analítico XMA. El resultado es que contenía 12,0% de titanio y 16,4% de fósforo. La relación molar de átomos de fósforo a átomos de titanio era 2,1:1,0. Además, el depósito de reacción fue sometido a análisis de NMR de sólidos. Como consecuencia, se obtuvieron los resultados siguientes. En la medida de C13 CP/MAS (frecuencia: 75,5 Hz), se observó la desaparición de picos a desplazamientos químicos en 14 ppm, 20 ppm y 36 ppm derivada de la estructura de butóxido del tetrabutóxido de titanio. En la medida de P-31 DD/MAS frecuencia: 121,5 Hz), se observó un nuevo desplazamiento químico a 22 ppm que nunca se había presentado con anterioridad en fosfato de monolaurilo. Se confirmó claramente a partir de estos resultados analíticos que el precipitado de reacción obtenido en este ejemplo contiene un nuevo producto obtenido por la reacción entre el compuesto de titanio y el compuesto de fósforo.

30

35 En un reactor en el que hay 225 partes en peso de un oligómero (o sea un oligómero de diéster tereftalato de etilenglicol), se alimentó una suspensión preparada mezclando 179 partes en peso de ácido tereftálico de alta pureza en 35 partes en peso de etilenglicol, a una velocidad de suministro constante en una atmósfera de gas nitrógeno, a una temperatura de 255°C bajo la presión atmosférica ambiente, agitando al mismo tiempo, y la suspensión fue sometida a una reacción de esterificación, separándose al mismo tiempo el agua y el etilenglicol producidos como productos secundarios de la reacción. Cuatro horas después de iniciarse la reacción de esterificación, la reacción fue completada. En esta reacción, el grado de esterificación era 98% y el grado de polimerización del oligómero producido era aproximadamente de 5 a 7.

40

45 El oligómero en una cantidad de 225 partes en peso, producido mediante la reacción de esterificación, se puso en un recipiente de reacción de policondensación, y el catalizador TP1-2,0 mencionado anteriormente, en una cantidad de 3,34 partes en peso, se puso como catalizador de policondensación en el recipiente de reacción. La temperatura de reacción del sistema contenido en el recipiente de reacción aumentó por etapas desde 255°C a 280°C, y al mismo tiempo la presión de reacción del sistema de reacción se redujo por etapas desde la presión atmosférica ambiente hasta 60 Pa para proceder a la reacción de policondensación, al tiempo que se eliminan del sistema de reacción el agua y el etilenglicol producidos como subproductos por la reacción.

50 El grado de la reacción de policondensación fue comprobado observando la carga aplicada a las aletas de agitación en el sistema de reacción, y la reacción se finalizó cuando el grado de polimerización del poliéster resultante llega al valor deseado. La mezcla de reacción en el recipiente fue extruída en continuo a través de los orificios de extrusión del recipiente de reacción en forma de cordón, y después las corrientes de mezcla de reacción extruídas fueron solidificadas con enfriamiento y después cortadas para preparar pellas granulares que tienen un tamaño de gránulo de aproximadamente 3 mm.

Las propiedades del poli(tereftalato de etileno) resultante se muestran en la Tabla 2.

5 Los chips de polímero de poliéster resultantes se secaron y luego se sometieron a un procedimiento de hilado en fusión, para producir un hilo multifilamento no estirado que tiene una cuenta de hilos de 333 dtex/36 filamentos. El hilo de filamento no estirado fue sometido a un procedimiento de estirado a una relación de estiramiento de 4,0, para producir un hilo multifilamento estirado que tiene una cuenta de hilos de 83,25 dtex/36 filamentos. Las propiedades del hilo multifilamento estirado se muestran en la Tabla 2.

10 El hilo multifilamento estirado fue sometido a un procedimiento de tricotado circular usando un telar circular de calibre 28, de 96,5 cm, para producir una tela tricotada con una estructura suave, una densidad de columna de 52 hilos/2,54 cm y una densidad de pasada de 60 hilos/2,54 cm. En el procedimiento de tricotado, la procesabilidad del hilo multifilamento de poliéster fue buena y se consideró que era posible mantener las condiciones del proceso estables a lo largo de un periodo prolongado.

15 La tela tricotada cruda resultante se tiñó utilizando una máquina para teñir a alta presión a una temperatura de 130°C, la tela teñida resultante en estado húmedo fue sometida a un procedimiento de impregnación con un agente antiestático, y después se fijó por calor a una temperatura de 165°C en un fijador térmico. La tela tricotada acabada resultante tenía una estructura suave, una densidad de columna de 48 hilos/2,54 cm y una densidad de pasada de 55 hilos/2,54 cm.

La tela tricotada de fibra de poliéster resultante tenía una resistencia al reventón de 590 kPa, cambios dimensionales en lavado de 0,3% en dirección de columna y 0,5% en dirección de pasada, y fue considerada suficientemente utilizable para uso en ropa interior.

Ejemplo 16

20 Una tela tricotada de fibra de poliéster fue producida por los mismos procedimientos que en el Ejemplo 15, excepto que el monolauril fosfato para el catalizador fue reemplazado por monobutil fosfato, y la cantidad de monobutil fosfato y las condiciones de proceso para la preparación del catalizador fueron cambiadas como se describe a continuación.

25 Se disolvió monobutil fosfato en una cantidad de 28,3 g en 537 g de etilenglicol calentando. La solución resultante se denominará en adelante solución P2. La solución P2 se mezcló con 435 g de la solución TB para preparar un producto de reacción. La relación de mezcla de la solución TB a la solución P2 fue controlada en 2:1, en términos de relación molar de átomos de fósforo a átomos de titanio.

El producto de reacción resultante se denominará en adelante catalizador TP2-2.0.

30 En la preparación del producto de reacción para el catalizador, la temperatura de reacción fue 70°C y el tiempo de reacción fue una hora.

35 Para analizar el catalizador TP2-2.0, se filtró una muestra de la solución a través de un filtro que tiene un tamaño de abertura de malla de 5 µm, para recoger así el precipitado de reacción en forma de un sólido, y el precipitado sólido se lavó con agua y se secó. El análisis elemental del precipitado de reacción se llevó a cabo de la misma manera que en el Ejemplo 15. El resultado es que el contenido de titanio era 17,0% en peso, el contenido de fósforo era 21,2% en peso, y la relación molar de átomos de fósforo a átomos de titanio era 1,9:1.

El polímero de producido utilizando el catalizador fue usado para la producción de un hilo multifilamento de poliéster en los mismos procedimientos que en el Ejemplo 15. Los resultados de la medida se muestran en la Tabla 2.

40 El hilo multifilamento de poliéster fue sometido a un procedimiento de tricotado circular usando un telar circular de calibre 28, de 96,5 cm, para producir una tela tricotada con una estructura suave, una densidad de columna de 52 hilos/2,54 cm y una densidad de pasada de 60 hilos/2,54 cm. En el procedimiento de tricotado, la procesabilidad del hilo multifilamento de poliéster fue buena y se consideró que era posible mantener las condiciones del proceso estables a lo largo de un periodo prolongado de dicho proceso.

45 La tela tricotada cruda resultante se tiñó utilizando una máquina para teñir a alta presión a una temperatura de 130°C, la tela teñida resultante en estado húmedo fue sometida a un procedimiento de impregnación con un agente antiestático, y después se fijó por calor a una temperatura de 165°C en un fijador térmico. La tela tricotada acabada resultante tenía una estructura suave, una densidad de columna de 48 hilos/2,54 cm y una densidad de pasada de 55 hilos/2,54 cm.

50 La tela tricotada de fibra de poliéster resultante tenía una resistencia al reventón de 590 kPa, cambios dimensionales en lavado de 0,3% en dirección de columna y 0,5% en dirección de pasada, y fue considerada suficientemente utilizable para uso en ropa interior.

Ejemplo 17

Una tela tricotada de fibra de poliéster fue producida por los mismos procedimientos que en el Ejemplo 15, excepto que en la preparación del catalizador la cantidad de preparación de la solución TP1 y la cantidad de adición de la solución TB se cambiaron como se describe a continuación.

- 5 Se disolvió monolauril fosfato en una cantidad de 31,3 g en 594 g de etilenglicol con calentamiento. La solución resultante se denominará en adelante solución B3. La solución P3 se mezcló con 375 g de la solución TB para permitirle reaccionar entre sí y preparar un producto de reacción. La relación de mezcla de solución TB a la solución B3 fue controlada en 1,5:1, en términos de relación molar de átomos de fósforo a átomos de titanio.

El producto de reacción resultante se denominará en adelante catalizador TP3-1.5.

- 10 El polímero de poliéster producido usando el catalizador fue usado para la producción de un hilo multifilamento de poliéster en los mismos procedimientos que en el Ejemplo 15. Los resultados de las medidas se muestran en la Tabla 2.

- 15 El hilo multifilamento de poliéster fue sometido a un procedimiento de tricotado circular usando un telar circular de calibre 28, de 96,5 cm, para producir una tela tricotada con una estructura suave, una densidad de columna de 52 hilos/2,54 cm y una densidad de pasada de 60 hilos/2,54 cm. En el procedimiento de tricotado, la procesabilidad del hilo multifilamento de poliéster fue buena y se consideró que era posible mantener las condiciones del proceso estables a lo largo de un periodo prolongado.

- 20 La tela tricotada cruda resultante se tiñó utilizando una máquina para teñir a alta presión a una temperatura de 130°C, la tela teñida resultante en estado húmedo fue sometida a un procedimiento de impregnación con un agente antiestático, y después se fijó por calor a una temperatura de 165°C en un fijador por calor. La tela tricotada acabada resultante tenía una estructura suave, una densidad de columna de 48 hilos/2,54 cm y una densidad de pasada de 55 hilos/2,54 cm.

- 25 La tela tricotada de fibra de poliéster resultante tenía una resistencia al reventón de 590 kPa, cambios dimensionales en lavado de 0,3% en dirección de columna y 0,5% en dirección de pasada, y fue considerada suficientemente utilizable para uso en ropa interior.

Ejemplo 18

Una tela tricotada de fibra de poliéster fue producida por los mismos procedimientos que en el Ejemplo 16, excepto que la cantidad de preparación de la solución TP2 y la cantidad de adición de la solución TB se cambiaron como se describe a continuación.

- 30 Se disolvió monobutil fosfato en una cantidad de 30,0 g en 627 g de etilenglicol con calentamiento. La solución resultante se denominará en adelante solución P4. La solución P4 se mezcló con 340 g de la solución TB para permitir que reaccionen entre sí y preparar un producto de reacción. La relación de mezcla de la solución TB a la solución P4 fue controlada en 3,0:1, en términos de relación molar de átomos de fósforo a átomos de titanio.

El producto de reacción resultante se denominará en adelante catalizador TP4-3.0.

- 35 El polímero de poliéster producido usando el catalizador fue usado para la producción de un hilo multifilamento de poliéster en los mismos procedimientos que en el Ejemplo 15. Los resultados de las medidas se muestran en la Tabla 2.

- 40 El hilo multifilamento de poliéster fue sometido a un procedimiento de tricotado circular usando un telar circular de calibre 28, de 96,5 cm, para producir una tela tricotada con una estructura suave, una densidad de columna de 52 hilos/2,54 cm y una densidad de pasada de 60 hilos/2,54 cm. En el procedimiento de tricotado, la procesabilidad del hilo multifilamento de poliéster fue buena y se consideró que era posible mantener las condiciones del proceso estables a lo largo de un periodo prolongado.

- 45 La tela tricotada cruda resultante se tiñó utilizando una máquina para teñir a alta presión a una temperatura de 130°C, la tela teñida resultante en estado húmedo fue sometida a un procedimiento de impregnación con un agente antiestático, y después se fijó por calor a una temperatura de 165°C en un fijador por calor. La tela tricotada acabada resultante tenía una estructura suave, una densidad de columna de 48 hilos/2,54 cm y una densidad de pasada de 55 hilos/2,54 cm.

La tela tricotada de fibra de poliéster resultante tenía una resistencia al reventón de 590 kPa, cambios dimensionales en lavado de 0,3% en dirección de columna y 0,5% en dirección de pasada, y fue considerada suficientemente utilizable para uso en ropa interior.

Ejemplo comparativo 9

- 5 Un hilo multifilamento de poliéster fue producido por los mismos procedimientos que en el Ejemplo 15, excepto que se empleó como catalizador de policondensación una solución de 1,3% en peso de trióxido de antimonio en etilenglicol en una cantidad de 4,83 partes en peso, y la solución de trióxido de antimonio comprendía además 0,121 partes en peso de una solución de 25% en peso de trimetil fosfato en etilen glicol. Los resultados de la medida se muestran en la Tabla 2. El hilo multifilamento de poliéster fue sometido a los procedimientos de tricotado y teñido de la misma manera que en el Ejemplo 15.

En el procedimiento de tricotado, ocurrieron con frecuencia roturas del hilo multifilamento de poliéster y, en el procedimiento de teñido, se generaron en la tela defectos de rayaduras. Por tanto la tela acabada resultante mostró un aspecto y una calidad insatisfactorios.

Ejemplo comparativo 10

- 15 Un hilo multifilamento de poliéster fue producido por los mismos procedimientos que en el Ejemplo 15, excepto que, como catalizador de policondensación, la solución TB preparada en el Ejemplo 15 fue empleada solamente en una cantidad de 1,03 partes en peso. El tiempo de policondensación se cambió a 95 minutos. Los resultados de la medida se muestran en la Tabla 2.

- 20 El hilo multifilamento de poliéster fue sometido a los procedimientos de tricotado y teñido de la misma manera que en el Ejemplo 15. En los procedimientos de tricotado, ocurrieron con frecuencia roturas de los hilos y, en el procedimiento de teñido, se generaron en la tela defectos de rayaduras. Por tanto la tela tricotada tejida acabada resultante mostró un aspecto y una calidad insatisfactorios.

Ejemplo comparativo 11

- 25 Un hilo multifilamento de poliéster fue producido por los mismos procedimientos que en el Ejemplo 15, excepto que, como catalizador de policondensación, la solución TB y la solución solución P1 fueron mezcladas por separado en cantidades de 1,03 partes en peso de solución TB y 2,30 partes en peso de solución P1, en el sistema de reacción de policondensación para producir el polímero de poliéster, sin reaccionar la solución TB con la solución P1. Los resultados de la medida se muestran en la Tabla 2.

- 30 El hilo multifilamento de poliéster fue sometido a los procedimientos de tricotado y teñido de la misma manera que en el Ejemplo 15. En los procedimientos de tricotado, ocurrieron con frecuencia roturas de los hilos y, en el procedimiento de teñido, se generaron en la tela defectos de rayaduras. Por tanto la tela tricotada tejida acabada resultante mostró un aspecto y una calidad insatisfactorios.

Ejemplo comparativo 12

- 35 Un hilo multifilamento de poliéster fue producido por los mismos procedimientos que en el Ejemplo 16 excepto que, como catalizador de policondensación, la solución TB y la solución P2 fueron mezcladas por separado en cantidades de 1,03 partes en peso de solución TB y 2,30 partes en peso de solución P2 en el sistema de reacción de policondensación para producir el polímero de poliéster, sin reaccionar la solución TB con la solución P2.

Los resultados de la medida se muestran en la Tabla 2.

- 40 El hilo multifilamento de poliéster fue sometido a los procedimientos de tricotado y teñido de la misma manera que en el Ejemplo 15. En el procedimiento de tricotado, ocurrieron roturas de los hilos y, en el procedimiento de teñido, se generaron en la tela defectos de rayaduras. Por tanto la tela tejida acabada resultante mostró un aspecto y una calidad insatisfactorios.

Tabla 2

Ítem	Catalizador			Polímero de poliéster			Fibra de poliéster		
	Tipo de catalizador	Contenido de catalizador	Relación molar de átomos de P a átomos de Ti	Viscosidad intrínseca seca	Valor L*/valor b*	Resistencia a la tracción (cN/dtex)	Alargamiento en la rotura (%)	Altura de la capa de materia extraña formada alrededor de la hilera (µm)	
Ejemplo nº	15	TP1-2,0	52/64	2,0:1	0,64	81/2,0	25	4	
	16	TP2-2,0	48/60	2,0:1	0,64	81/2,2	23	5	
	17	TP3-1,5	32/28	1,5:1	0,64	81/3,0	22	4	
	18	TP4-3,0	152/260	3,0:1	0,64	81/2,4	23	7	
Ejemplo Comparativo	9	Sb 2 O 3	250 (Sb)	—	0,64	75/2,5	24	32	
	10	solución TB	52/0	—	0,64	81/8,0	24	9	
11	soluciones TB + P1	52/56	—	0,64	81/7,6	3,6	25	9	
12	soluciones TB + P2	52/56	—	0,64	81/7,9	3,5	26	8	

Ejemplo 19

Por los mismos procedimientos que en el Ejemplo 15, se preparó un polímero de poliéster, y se produjeron hilos multifilamento de poliéster a partir del polímero de poliéster.

5 Los hilos multifilamento en forma de hilo no retorcido fueron empleados como hilos de urdimbre y de trama para producir un tejido de ligamento liso consistente solamente en los hilos multifilamento de poliéster, y que tiene una densidad de urdimbre de 97 hilos/2,54 cm y una densidad de trama de 83 hilos/2,54 cm.

10 En la etapa de preparación para los procedimientos de tejeduría, la generación de pelusas en el hilo en el urdidor es baja, y en la etapa de tejeduría, las roturas de los hilos de urdimbre debidas a la generación de pelusas en los hilos, y las paradas del telar debidas a la insuficiente capacidad de bobinado de los hilos de trama fueron pocas, y por tanto la productividad de tejido de los hilos fue excelente.

El tejido liso resultante se tiñó, se trató con un agente antiestático y se fijó por calor por los mismos procedimientos que en el Ejemplo 15.

15 El ligamento resultante tenía una densidad de urdimbre de 109 hilos/2,54 cm y una densidad de trama de 94 hilos/2,54 cm, y mostró resistencias al desgarro de 1,4 N en la dirección de la urdimbre y 1,1 N en la dirección de la trama, y unos cambios dimensionales por lavado de 1,3% en la dirección de la urdimbre y 0,8% en la dirección de la trama.

Ejemplo 20

Por los mismos procedimientos que en el Ejemplo 16, se preparó un polímero de poliéster, y se produjeron hilos multifilamento de poliéster a partir del polímero de poliéster.

20 Los hilos multifilamento en forma de hilo no retorcido fueron empleados como hilos de urdimbre y de trama para producir un tejido de ligamento liso consistente solamente en los hilos multifilamento de poliéster, y que tiene una densidad de urdimbre de 97 hilos/2,54 cm y una densidad de trama de 83 hilos/2,54 cm.

25 En la etapa de preparación para los procedimientos de tejeduría, la generación de pelusas en el hilo en el urdidor es baja, y en la etapa de tejeduría las roturas de los hilos de urdimbre debidas a la generación de pelusas en los hilos, y las paradas del telar debidas a la insuficiente capacidad de bobinado de los hilos de trama fueron pocas, y por tanto la productividad de tejido de los hilos fue excelente.

Ejemplo 21

Por los mismos procedimientos que en el Ejemplo 17, se preparó un polímero de poliéster, y se produjeron hilos multifilamento de poliéster a partir del polímero de poliéster.

30 Los hilos multifilamento en forma de hilo no retorcido fueron empleados como hilos de urdimbre y de trama para producir un tejido de ligamento liso consistente solamente en los hilos multifilamento de poliéster, y que tiene una densidad de urdimbre de 97 hilos/2,54 cm y una densidad de trama de 83 hilos/2,54 cm.

35 En la etapa de preparación para los procedimientos de tejeduría, la generación de pelusas en el hilo en el urdidor es baja, y en la etapa de tejeduría las roturas de los hilos de urdimbre debidas a la generación de pelusas en los hilos y las paradas del telar debidas a la insuficiente capacidad de bobinado de los hilos de trama fueron pocas, y por tanto la productividad de tejido de los hilos fue excelente.

Ejemplo 22

Por los mismos procedimientos que en el Ejemplo 18, se preparó un polímero de poliéster, y se produjeron hilos multifilamento de poliéster a partir del polímero de poliéster.

40 Los hilos multifilamento en forma de hilo no retorcido fueron empleados como hilos de urdimbre y de trama para producir un tejido de ligamento liso consistente solamente en los hilos multifilamento de poliéster, y que tiene una densidad de urdimbre de 97 hilos/2,54 cm y una densidad de trama de 83 hilos/2,54 cm.

45 En la etapa de preparación para los procedimientos de tejeduría, la generación de pelusas en el hilo en el urdidor es baja, y en la etapa de tejeduría fueron escasas las roturas de los hilos de urdimbre debidas a la generación de pelusas en los hilos, y las paradas del telar debidas a la insuficiente capacidad de bobinado de los hilos de trama fueron pocas, y por tanto la productividad de tejido de los hilos fue excelente.

Ejemplo comparativo 13

Por los mismos procedimientos que en el Ejemplo comparativo 9, se preparó un polímero de poliéster, y se produjeron hilos multifilamento de poliéster a partir del polímero de poliéster.

5 Los hilos multifilamento de poliéster fueron sometidos a los mismos procedimientos de tejeduría y teñido que en el Ejemplo 19.

En la etapa de preparación para los procedimientos de tejeduría, se formó un gran número de pelusas en los hilos en el urdidor, y en la etapa de tejeduría ocurrieron con frecuencia roturas de los hilos de urdimbre debidas a la generación de pelusas en los hilos, y paradas del telar debidas a la insuficiente capacidad de bobinado de los hilos de trama, y por tanto la productividad de tejido de los hilos fue insuficiente.

10 Ejemplo comparativo 14

Por los mismos procedimientos que en el Ejemplo comparativo 10, se preparó un polímero de poliéster, y se produjeron hilos multifilamento de poliéster a partir del polímero de poliéster.

Los hilos multifilamento de poliéster fueron sometidos a los mismos procedimientos de tejeduría y teñido que en el Ejemplo 19.

15 En la etapa de preparación para los procedimientos de tejeduría, se formó un gran número de pelusas en los hilos en el urdidor, y en la etapa de tejeduría ocurrieron con frecuencia roturas de los hilos de urdimbre debidas a la generación de pelusas en los hilos, y paradas del telar debidas a la insuficiente capacidad de bobinado de los hilos de trama, y por tanto la productividad de tejido de los hilos fue escasa.

Ejemplo comparativo 15

20 Por los mismos procedimientos que en el Ejemplo comparativo 11, se preparó un polímero de poliéster, y se produjeron hilos multifilamento de poliéster a partir del polímero de poliéster.

Los hilos multifilamento de poliéster fueron tejidos y teñidos de la misma manera que en el Ejemplo 19.

25 En la etapa de preparación para los procedimientos de tejeduría, se formó un gran número de pelusas en los hilos en el urdidor, y en la etapa de tejeduría ocurrieron con frecuencia roturas de los hilos de urdimbre debidas a la generación de pelusas en los hilos, y paradas del telar debidas a la insuficiente capacidad de bobinado de los hilos de trama, y por tanto la productividad de tejido de los hilos fue insuficiente.

Ejemplo comparativo 16

Por los mismos procedimientos que en el Ejemplo comparativo 12, se preparó un polímero de poliéster, y se produjeron hilos multifilamento de poliéster a partir del polímero de poliéster.

30 Los hilos multifilamento de poliéster fueron tejidos y teñidos de la misma manera que en el Ejemplo 19.

En la etapa de preparación para los procedimientos de tejeduría, se formó un gran número de pelusas en los hilos en el urdidor, y en la etapa de tejeduría ocurrieron con frecuencia roturas de los hilos de urdimbre debidas a la generación de pelusas en los hilos, y paradas del telar debidas a la insuficiente capacidad de bobinado de los hilos de trama, y por tanto la productividad de tejido de los hilos fue insuficiente.

35

REIVINDICACIONES

1ª. Una tela tricotada o tejida de fibra de poli(tereftalato de etileno) formada a partir de hilos que comprenden fibras de poli(tereftalato de etileno) que ha sido producido mediante la policondensación de un diéster de tereftalato de etilenglicol, en presencia de un catalizador,

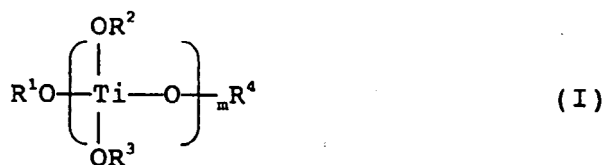
5 en la cual

el catalizador comprende al menos un miembro elegido entre mezclas (1) y productos de reacción (2);

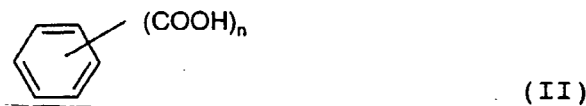
(1) las mezclas (1) para el catalizador comprenden un componente de compuesto de titanio (A) mezclado con un componente de compuesto de fósforo (B),

en las cuales mezclas (1),

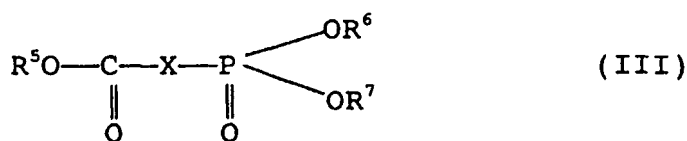
10 el componente (A) comprende el menos un miembro elegido entre el grupo consistente en (a) alcóxidos de titanio representados por la fórmula general (I):



15 en la cual fórmula (I), R¹, R², R³ y R⁴ respectiva e independientemente entre ellos representan un miembro elegido entre grupos alquilo que tienen de 1 a 20 átomos de carbono y un fenilo grupo, m representa un número entero de 1 a 4, y cuando m representa un número entero de 2, 3 o 4, los 2, 3 o 4 grupos R² y R³ pueden ser respectivamente iguales que cada uno de los demás o distintos de cada uno de los demás, y (b) productos de reacción de los compuestos de titanio de fórmula general (I) con ácidos policarboxílicos aromáticos representados por la fórmula (II):



20 en la cual fórmula (II), n representa un número entero de 2 a 4, o anhídridos de los ácidos de fórmula (II); y el componente (B) que comprende al menos un compuesto de fósforo representado por la fórmula general (III):



en la cual fórmula (III) R⁵, R⁶ y R⁷ respectiva e independientemente entre ellos representan un grupo alquilo que tiene de 1 a 4 átomos de carbono, X representa un miembro elegido entre un grupo —CH₂— y un grupo —CH(Y)— (en donde Y representa un grupo fenilo),

25 siendo empleada la mezcla (1) para el catalizador para la policondensación en una cantidad que satisface los requerimientos representados por las siguientes expresiones de relación (i) y (ii):

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

y

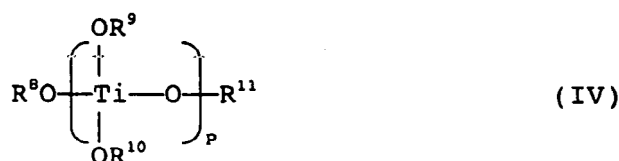
$$10 \leq M_P + M_{Ti} \leq 100 \quad (ii)$$

en las que M_{Ti} representa la relación en % del valor en milimoles de elemento titanio contenido en el componente de compuesto de titanio (A) al valor en moles de éster dicarboxilato aromático, y M_P representa la relación en % del valor en milimoles de elemento fósforo contenido en el componente de compuesto de fósforo (B) al valor en moles de éster dicarboxilato aromático,

- 5 (2) los productos de reacción (2) para el catalizador comprenden un componente (C) reaccionado con un componente (D),

en los cuales productos de reacción (2),

el componente (C) comprende al menos un miembro elegido entre el grupo consistente en (c) alcóxidos de titanio representados por la fórmula general (IV):

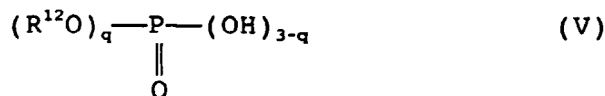


10

en la cual fórmula (IV), R^8 , R^9 , R^{10} y R^{11} respectiva e independientemente entre ellos representan un grupo alquilo que tiene de 1 a 20 átomos de carbono, p representa un número entero de 1 a 3, y cuando p representa un número entero de 2 o 3, 2 o 3 grupos R^9 y R^{10} pueden ser respectivamente iguales que cada uno de los demás o distintos de cada uno de los demás, y (d) productos de reacción de los alcóxidos de titanio de fórmula general (IV) con ácidos policarboxílicos aromáticos representados por la general fórmula (II) mencionada anteriormente o anhídrido de los ácidos; y

15

el componente (D) comprende al menos un compuesto de fósforo representado por la fórmula general (V):



20

en la cual fórmula (V), R^{12} representa un grupo alquilo que tiene de 1 a 20 átomos de carbono o un grupo arilo que tiene de 6 a 20 átomos de carbono, y q representa un número entero de 1 o 2,

y cuando la tela es una tela tricotada, la tela tricotada tiene una densidad de columna de 40 a 80 hilos/2,54 cm y una densidad de pasada de 30 a 70 hilos/2,54 cm y, cuando la tela es una tela tejida, la tela tejida tiene un factor de cobertura de 1000 a 3500, el cual factor de cobertura se define de la forma que sigue:

$$CF = (DW_p/1,1)^{1/2} \times MW_p + (DW_t/1,1)^{1/2} \times MW_t$$

25

en donde DW_p representa el espesor total en dtex de los hilos de urdimbre de la tela, MW_p representa la densidad de ligamento en hilos/2,54 cm de los hilos de urdimbre, DW_t representa el espesor total en dtex de los hilos de trama y MW_t representa la densidad de ligamento en hilos/2,54 cm de los hilos de trama.

30

2ª. La tela tricotada o tejida de fibra de poli(tereftalato de etileno) según la reivindicación 1ª, en la que en cada uno del componente (A) de la mezcla (1) y el componente (C) de los productos de reacción (2) para el catalizador, la relación molar de reacción de cada uno de alcóxidos de titanio (a) y (c) al ácido policarboxílico aromático de fórmula general (II), o el anhídrido del mismo, está en el intervalo de 2:1 a 2:5.

35

3ª. La tela tricotada o tejida de fibra de poli(tereftalato de etileno) según la reivindicación 1ª, en la que en el producto de reacción (2) para el catalizador, la relación en cantidad de reacción del componente (D) al componente (C) está en el intervalo, en términos de relación (P/Ti) de la cantidad molar de átomos de fósforo contenidos en el componente (D) a la cantidad molar de átomos de titanio contenidos en el componente (C), de 1:1 a 3:1.

4ª. La tela tricotada o tejida de fibra de poli(tereftalato de etileno) según la reivindicación 1ª, en la que el compuesto de fósforo de la fórmula general (V) para el producto de reacción (2) se elige entre fosfatos de monoalquilo.

5^a. La tela tricotada o tejida de fibra de poli(tereftalato de etileno) según la reivindicación 1^a, en la que el éster dicarboxilato aromático de dialquilo es producido mediante una reacción de transesterificación de un éster dialquilo de un ácido dicarboxílico aromático con un alquilen glicol.

5 6^a. La tela tricotada o tejida de fibra de poli(tereftalato de etileno) según la reivindicación 1^a, en la que el polímero de poliéster tiene un valor L* de 77 a 85 y un valor b* de 2 a 5, determinados de acuerdo con la especificación de color L*a*b* de JIS Z 8729.