



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 364 199**

51 Int. Cl.:

D06M 15/55 (2006.01)

D06M 13/00 (2006.01)

D01D 5/096 (2006.01)

D01F 6/62 (2006.01)

D01F 6/84 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **07819774 .6**

96 Fecha de presentación : **13.11.2007**

97 Número de publicación de la solicitud: **2084322**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **05.08.2009**

54 Título: **Procedimiento para producir un hilo multifilamentos.**

30 Prioridad: **18.11.2006 EP 06023981**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
26.08.2011

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
26.08.2011

73 Titular/es: **API INSTITUTE**
Eerste Bokslootweg 17
7801 CG Emmen, NL

72 Inventor/es: **Aalbers, Johannes Gerardus Maria**

74 Agente: **Elzaburu Márquez, Alberto**

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

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para producir un hilo multifilamentos

La invención se refiere a un procedimiento para producir un hilo multifilamentos a partir de un polímero termoplástico fundido que comprende la hilatura en estado fundido del polímero termoplástico, extruir el polímero termoplástico fundido a través de una hilera para formar una pluralidad de filamentos y hacer pasar los filamentos a través de una zona de enfriamiento para hacer posible que se solidifiquen los filamentos hilados para producir un hilo sin estirar, aplicar un acabado primario del hilado al hilo sin estirar y estirar continuamente el hilo sin estirar en una o más fases para producir un hilo estirado, aplicar un acabado de hilado secundario durante el estirado o con posterioridad y posteriormente enrollar el hilo estirado.

Este procedimiento es conocido a partir de la patente de EE.UU. nº 6.077.468, en el que una fibra de polímero termoplástico es extruida a través de una hilera para formar una pluralidad de filamentos. Los filamentos son enfriados, normalmente haciéndolos pasar a través de un aparato enfriador mantenido a temperatura ambiente o ligeramente por debajo. Los filamentos seguidamente son enrollados y dirigidos a través de guías o rodillos de contacto, tras lo cual son tratados mediante un acabado primario del hilado. Después de recibir el tratamiento de acabado primario del hilado, los filamentos generalmente son estirados. El estiramiento se puede realizar sobre un cierto número de poleas guías o tensadores de hilos que están a temperaturas elevadas (por ejemplo, de 85-115°C), suficientes para ablandar el polímero termoplástico. Haciendo rotar los rodillos a diferentes velocidades, se puede obtener un estiramiento de los filamentos.

La patente de EE.UU. nº 4.384.517 describe un procedimiento para tratar hilo de poliéster, que incluye una primera etapa de calentar el hilo a una temperatura que varía en el intervalo de 150 a 230°C, seguida de aplicar un acabado secundario al hilo calentado para una adhesión mejorada del hilo al caucho, en que el acabado secundario está compuesto por 50 a 79 por ciento en peso de agua y 21 a 50 por ciento en peso de una parte aceitosa, y en que la parte de aceite está compuesta por (a) aproximadamente 6 a 36 por ciento en peso de un triglicidil-éter de un glicerol, (b) aproximadamente 6 a 22 por ciento de un diglicidil-éter, (c) aproximadamente 28 a 82 por ciento en peso de aceite de ricino etoxilado y (d) aproximadamente 6 a 22 por ciento en peso de un epoxi-silano.

Los acabados de los hilados se pueden aplicar a fibras en diferentes fases del procedimiento de producción, dependiendo del equilibrio de propiedades de rendimiento que se pidan de la fibra y de la fase de producción particular. Generalmente se aplica un acabado primario del hilado a las fibras poco después de que son extruidas desde la hilera, enfriadas y enrolladas, pero antes de estirar la fibra. El acabado primario del hilado reduce el rozamiento de fibra a metal o fibra a cerámica, mientras la fibra se desplaza a lo largo de la instalación de producción de la fase temprana. Además de ello, se reduce la electricidad estática y se mejora la cohesión de los filamentos.

Aunque idealmente el acabado primario tendría propiedades, que eliminan la necesidad de cualquier acabado secundario del hilado, esto no siempre es posible. Por ejemplo, el rozamiento de fibra a metal o fibra a cerámica puede ser diferente del rozamiento necesario del artículo final. Un acabado primario del hilado debe ser optimizado para permitir que las fases iniciales de producción del hilo tengan lugar de una manera eficaz. Si las fases sucesivas tienen requisitos diferentes, tendrá que ser aplicado un acabado secundario. También tendrá que ser aplicado un acabado secundario del hilado si el acabado primario del hilado es suprimido, o casi suprimido, durante una etapa del tratamiento. La aplicación de un acabado secundario del hilado a menudo es necesaria durante la fase posterior de producción (es decir, después del estiramiento, rizado o texturizado de la fibra).

Como acabados primarios y secundarios de los hilados se aplican a menudo soluciones acuosas, emulsiones o soluciones en disolventes orgánicos. Las soluciones acuosas y emulsiones tienen el inconveniente de que requieren a menudo etapas difíciles de emulsionamiento y son sensibles al crecimiento bacteriano. Mediante el uso de soluciones en disolventes orgánicos volátiles, se aumentará la contaminación del aire. Adicionalmente y en particular, cuando se usan como un acabado secundario del hilado, los hilos calientes, mientras se desplazan a velocidad elevada a través de las emulsiones o soluciones, provocan una evaporación extra y salpicaduras de los disolventes, con todos los efectos perjudiciales atribuidos a este efecto.

Con el fin de abordar este problema, la patente de EE.UU. nº 6.077.468 propone usar en lugar de ello composiciones de acabado del hilado con elevado contenido de sólidos de bajo punto de fusión. Esas composiciones exhiben un punto de fusión en un intervalo de 25 a 140°C.

Aunque posiblemente se evitan los problemas relacionados con salpicaduras y evaporación de los disolventes, todavía permanecen sin resolver otros inconvenientes de la técnica anterior, de los que se puede mencionar que quedan por resolver la adhesión del hilo al caucho y la homogeneidad de la aplicación del acabado al hilo en desplazamiento.

Según esta invención, la mejora consiste en un procedimiento como se describe en el párrafo de introducción o en el preámbulo de la reivindicación 1, en el que la temperatura del hilo cuando entra en el acabado secundario del hilado es mayor que 150°C, en el que el acabado secundario del hilado contiene uno o más componentes activadores de la adhesión que activan la adhesión del hilo al caucho, en una composición basada en aceite y en el que la composición basada en aceite consiste en componentes con una velocidad de evaporación de menos de 10% p a la temperatura dada del hilo.

La velocidad de evaporación se determina según la denominada volatilidad de Noack. La volatilidad de Noack de un aceite se define como la pérdida de peso del aceite cuando es mantenido bajo condiciones isotérmicas a una temperatura dada durante un período de 1 hora y bajo un flujo constante de aire. La volatilidad de Noack puede ser cuantificada según la norma ASTM D6375-05 "Método de ensayo estándar para la pérdida por evaporación de aceites lubricantes mediante en método Noack de analizador termogravimétrico (TGA)".

En comparación con las explicaciones de la técnica anterior, que describe, por ejemplo, un intervalo de temperaturas entre 85 y 140°C, la temperatura del hilo cuando entra en es acabado secundario del hilado en el procedimiento de la invención es considerablemente superior. A primera vista, esto parece hacer el procedimiento incluso más problemático cuando se consideran los problemas de las salpicaduras y evaporación anteriormente descritos.

Sin embargo, por otra parte, la temperatura superior del hilo en desplazamiento y la presencia de agentes activadores de la adhesión en el acabado secundario del hilado son una condición necesaria para las propiedades mejoradas de la adhesión.

La temperatura del hilo en desplazamiento tras entrar es preferentemente entre 150 y 220°C, incluso más preferentemente entre 170 y 200°C. Esto puede ser controlado variando la distancia entre el aplicador de acabado y la sección de estiramiento del procedimiento de hilado. Cuanto más cerca esté situado el punto de aplicación de la polea guía, más se igualará la temperatura del hilo, tras entrar en el acabado secundario del hilado, a la de la respectiva polea guía. Como consecuencia, es posible determinar la temperatura del hilo cuando entra en el acabado secundario del hilado a través de la temperatura de la polea guía calentada en la sección de estiramiento.

"Estiramiento", en el contexto de la invención, debe entenderse en su sentido más amplio, realizado a una relación de estiramiento mayor o más pequeña que 1. Aunque las relaciones de estiramientos mayores que 1 conducen a un aumento de la longitud del filamento, las que son más pequeñas que uno son comúnmente conocidas como relajación.

Es preferido que la velocidad del hilo cuando entra en el acabado secundario del hilado sea mayor que 3000 m/minuto, más preferentemente mayor que 5000 m/minutos, incluso más preferentemente entre 5500 y 7000 m/minuto.

Los hilos multifilamentos producidos a velocidades mayores que 5000 m/minuto son adecuados como hilos para neumáticos, mientras que los hilos producidos a velocidades inferiores están mejor adecuados para las denominadas aplicaciones técnicas, como refuerzos para cintas transportadoras.

Preferentemente, la composición basada en aceite del acabado secundario del hilado en el procedimiento reivindicado es un aceite puro. Usando este tipo de composición basada en aceite, pueden ser eliminados los problemas relacionados con las salpicaduras y evaporación del disolvente en cada concentración.

Como se usa en la presente memoria descriptiva, la expresión "aceite puro" significa una sustancia o una composición de sustancias que es líquida a temperatura ambiente y, en particular, que no comprende un disolvente ni ningún medio de dispersión. Adicionalmente, el aceite puro exhibe preferentemente una viscosidad cinemática en el intervalo hasta 200 mm²/s.

El aceite puro consiste preferentemente en ésteres grasos etoxilados. El aceite puro puede contener también aditivos que se encuentran normalmente en una formulación de acabado, como agentes antiestáticos, antioxidantes, estabilizador UV, etc.

La mayoría de los aceites puros disponibles en el comercio para el procedimiento de hilado adolecen de una viscosidad demasiado elevada (problemas de rozamiento) o una evaporación demasiado elevada (emisiones elevadas). Una composición óptima del aceite puro debe cumplir los requisitos de un comportamiento respecto al rozamiento y requisitos medioambientales.

La aplicación del acabado secundario del hilado se puede realizar, por ejemplo, mediante un aplicador del acabado del hilo a velocidad elevada, como se describe en el documento WO 2002/024987 A1.

Los componentes activadores de la adhesión adecuados son conocidos por los expertos en la técnica y abarcan en

particular epóxidos, como glicerol-poliglicidil-éter, en combinación con endurecedores de aminas como aminas grasas.

Sin embargo, una realización preferida, en particular cuando se usa un aceite puro como la composición basada en aceites, es el requisito de que los componentes activadores de la adhesión deben ser solubles en el aceite puro.

- 5 En el procedimiento según la invención, es preferido que el estiramiento del hilo sin estirar se realice a una relación de estiramiento en el intervalo de 1,5 a 4,0. Dependiendo de la velocidad de hilado, la velocidad de enrollado en este procedimiento continuo está entonces en un intervalo de 3000 a 8000 m/minuto.

- 10 Normalmente, hay también una etapa de relajación o etapa de ajuste por calor del hilo estirado antes de que tenga lugar en enrollado. La aplicación del acabado secundario del hilado puede tener lugar antes o después de la etapa de relajación. Si se realiza un estiramiento en fases múltiples, la aplicación del aceite puro como un acabado secundario del hilado se puede hacer después de la primera fase de estiramiento o con posterioridad. Preferentemente, la aplicación del aceite puro tiene lugar después de que se realice la etapa final de estiramiento, es decir, antes de que tenga lugar el enrollado. El experto en la técnica se refiere también a una etapa de "aceitado posterior" en estos casos.

- 15 Aunque el procedimiento de la invención no está restringido a un polímero termoplástico particular, es preferido que el polímero termoplástico sea un poliéster o un co-poliéster. Es incluso más preferido como polímero termoplástico un poliéster que contenga 95 por ciento en moles o más de tereftalato de etileno como unidad repetida.

De este modo, se puede fabricar convenientemente un denominado poli(tereftalato de etileno) de adhesión activada.

- 20 El procedimiento según la invención es particularmente adecuado para los hilos que exhiben una mayor tenacidad y, por esta razón, es preferido que la tenacidad del hilo estirado sea de 60 cN/tex o más (medida según la norma ASTM 885).

- 25 Por razones económicas, es preferido que se aplique también un aceite puro como el acabado primario del hilado, incluso más preferentemente si los dos aceites puros aplicados como el acabado secundario del hilado y el acabado primario del hilado son del mismo tipo. Para la aplicación del aceite puro en la etapa primaria, pueden ser usadas guías de aplicadores de acabados disponibles en el comercio.

Por tanto, el procedimiento de la invención es una combinación de aceitado posterior, temperatura superior del hilo y el uso de una composición de acabado activadora de la adhesión basada en aceite 100% puro.

- 30 Preferentemente, la zona de enfriamiento del procedimiento según la invención comprende dos partes, en que en la parte primera y superior de la zona de enfriamiento, un medio de enfriamiento gaseoso, como aire, es dirigido de forma que fluye transversalmente a través de los multifilamentos y en que el medio de enfriamiento sale de los multifilamentos de forma prácticamente completa por el lado opuesto al lado de entrada del flujo, y en la parte segunda e inferior de la zona de enfriamiento, los multifilamentos son adicionalmente enfriados esencialmente a través de una auto-succión del medio de enfriamiento gaseoso que rodea los multifilamentos. Este procedimiento de enfriamiento se describe más en detalle en el documento WO 2004/005594 A1.

- 35 Adicionalmente es preferido que entre la hilera y el comienzo de la zona de enfriamiento haya un tubo de una longitud entre 10 y 40 cm, que puede ser calentado o no, con el fin de conseguir un enfriamiento retardado de los multifilamentos bajo la hilera antes de que entren en la zona de enfriamiento.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Un procedimiento para producir un hilo multifilamentos a partir de un polímero termoplástico fundido, que comprende el hilado en estado fundido del polímero termoplástico, extruir el polímero termoplástico fundido a través de una hilera para formar una pluralidad de filamentos y hacer pasar los filamentos a través de una zona de enfriamiento para hacer posible que los filamentos hilados solidifiquen para producir un hilo sin estirar, aplicar un acabado primario del hilado al hilo sin estirar y estirar continuamente el hilo sin estirar en una o más fases para producir un hilo estirado, aplicar un acabado secundario del hilado durante el estirado o con posterioridad y seguidamente enrollar el hilo estirado, caracterizado porque la temperatura del hilo cuando entra en el acabado secundario del hilado es de más de 150°C, porque el acabado secundario del hilado contiene uno o más componentes activadores de la adhesión, que activan la adhesión del hilo al caucho, en una composición basada en aceite, y porque la composición basada en aceite consiste en componentes con una velocidad de evaporación de menos de 10% en peso a la temperatura dada del hilo.
- 10 2. El procedimiento de la reivindicación 1, caracterizado porque la velocidad del hilo cuando entra en el acabado secundario del hilado es de más de 3000 m/minuto.
- 15 3. El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la composición basada en aceite del acabado secundario del hilado es aceite puro.
4. El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el estirado del hilo sin estirar se realiza a una relación de estiramiento en el intervalo de 1,5 a 5,0.
- 20 5. El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque después del estirado y antes del enrollado, se aplica una etapa de relajación.
6. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el polímero termoplástico es poliéster o co-poliéster.
7. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el polímero termoplástico contiene 95 por ciento en moles o más de tereftalato de etileno como unidad repetida.
- 25 8. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la tenacidad del hilo estirado es de 60 cN/tex y más.
9. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque los agentes activadores de la adhesión son epóxidos en combinación con endurecedores de aminas.
- 30 10. El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque también el acabado primario del hilado contiene aceite puro.
11. El procedimiento según la reivindicación 10, caracterizado porque los dos aceites puros aplicados como el acabado secundario del hilado y el acabado primario del hilado son del mismo tipo.