



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 366 637**

51 Int. Cl.:

D04H 1/42 (2006.01)

C08G 63/87 (2006.01)

D21H 13/24 (2006.01)

D01F 8/14 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **03768326 .5**

96 Fecha de presentación : **26.12.2003**

97 Número de publicación de la solicitud: **1589137**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **26.10.2005**

54 Título: **Tela no tejida de fibra de material compuesto poliéster.**

30 Prioridad: **08.01.2003 JP 2003-1876**
10.03.2003 JP 2003-63148

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
24.10.2011

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
24.10.2011

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

72 Inventor/es: **Inagaki, Kenji**

74 Agente: **Elzaburu Márquez, Alberto**

ES 2 366 637 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 no tejida de fibra de material compuesto poliéster

Campo Técnico

5 La presente invención se refiere a una tela no tejida de fibras de material compuesto poliéster. Más concretamente, la presente invención se refiere a una tela no tejida de fibras de material compuesto poliéster producida usando una resina poliéster que tiene un buen tono de color y excelente capacidad de ser hilada su masa fundida. La tela no tejida de fibras de material compuesto poliéster de la invención es útil para materiales laminares tales como para usar en materiales a poner en contacto con alimentos como materiales de envasado de alimentos, envases de té negro, envases de té verde, filtros para alimentos (por ejemplo, filtros de café), láminas para eliminar aspereza generadas a partir de láminas de filtración de aceites comestibles, paños de cocina, materiales de base para membranas de ósmosis inversa, materiales sanitarios y filtros para diversas bebidas.

Antecedentes de la Técnica

15 Las resinas poliéster y, en particular, poli(tereftalato de etileno), poli(naftalato de etileno), poli(tereftalato de trimetileno) y poli(tereftalato de tetrametileno) son excelentes en propiedades mecánicas, físicas y químicas, y por tanto los poliésteres se utilizan mucho para fibras, películas y otros materiales modelados. Para usar en telas no tejidas en particular, se sabe que los poliésteres tienen excelente resistencia mecánica, estabilidad dimensional, resistencia térmica y resistencia a la luz.

20 Un polímero para fibras como se ha mencionado anteriormente, y por ejemplo un poli(tereftalato de etileno), se produce generalmente preparando éster de ácido tereftálico con etilenglicol, y/o un polímero con un bajo grado de polimerización del éster, y haciendo reaccionar los productos en presencia de un catalizador de policondensación a presión reducida mientras los productos se calientan, hasta que el polímero tiene un determinado grado de polimerización. Además, otros poliésteres tales como un poli(naftalato de etileno), un poli(naftalato de trimetileno) y un poli(tereftalato de tetrametileno) se producen por métodos similares al explicado anteriormente.

25 Para algunos tipos de catalizadores de policondensación es bien sabido que la calidad de los poliésteres así obtenidos depende mucho de los catalizadores. Se han utilizado mucho compuestos de antimonio como catalizadores de policondensación para poli(tereftalato de etileno).

30 Sin embargo, cuando se usa un compuesto de antimonio el continuo hilado de masa fundida de poliéster durante un largo periodo de tiempo causa adherencia y depósito de material extraño alrededor de la periferia de la tobera de hilatura (mencionado en adelante como material extraño de la tobera de hilatura). Como resultado tiene lugar deformación de flujos de polímero fundido que causan los problemas de que aparecen formación de motas, rotura de hebras o propiedades físicas de fibras irregulares. Para una hebra de filamento de la que las propiedades físicas de la fibra se deben utilizar lo más posible, se ha deseado particularmente una solución a los problemas mencionados anteriormente.

35 Se conoce el uso de un compuesto de titanio tal como tetrabutóxido de titanio con el fin de evitar el problema. Sin embargo, cuando se usa tal compuesto el polímero así obtenido muestra mala estabilidad térmica y se deteriora drásticamente durante la fusión. En consecuencia, las fibras que tienen una alta resistencia mecánica son difíciles de obtener. Además, el poliéster así obtenido se pone amarillento para causar el problema de que las fibras obtenidas finalmente tienen un tono de color insatisfactorio.

40 Se han publicado los siguientes procedimientos como medio para resolver tales problemas: productos de reacción obtenidos haciendo reaccionar un compuesto de titanio con ácido trimelítico se usan como un catalizador para producir el poliéster (ver por ejemplo la Patente 1 de Referencia); productos obtenidos haciendo reaccionar un compuesto de titanio con un éster de ácido fosfórico se usan como un catalizador para producir el poliéster (ver por ejemplo la Patente 2 de Referencia). Aunque estos métodos mejoran sin duda la estabilidad térmica de la masa fundida del poliéster hasta un cierto grado, los efectos de la mejora son inadecuados y el tono de color de la resina poliéster así obtenida debe ser mejorado. Además, se ha propuesto el uso de un complejo de un compuesto de titanio y un compuesto de fósforo como un catalizador para la producción de un poliéster (ver por ejemplo la Patente 3 de Referencia). Aunque la estabilidad térmica de la masa fundida es mejorada en cierta medida cuando se usa el método, el efecto no es suficiente, y el tono de color del poliéster así obtenido debe ser mejorado.

Se describen más adelante las referencias citadas mencionadas anteriormente:

50 [Patente 1 de Referencia]

Publicación de Patente Japonesa Examinada (Kokoku) No. 59-46258

[Patente 2 de Referencia]

Publicación de Patente Japonesa no Examinada (Kokai) No. 58-38722

[Patente 3 de Referencia]

Publicación de Patente Japonesa no Examinada (Kokai) No 7-138354

El documento EP-A-1110988 describe un catalizador para producir un poliéster, donde el catalizador comprende un compuesto de titanio y un compuesto de fósforo y el poliéster resultante tiene buen tono de color (valor b).

5 El documento US 6.231.976 describe fibras enlazantes formadas a partir de copoliésteres que comprenden un componente glicólico que contiene 1,3- ó 1,4-ciclohexanodimetanol y etilenglicol y al menos un componente ácido dicarboxílico. Las fibras resultantes se pueden usar en telas no tejidas.

10 El documento US 6.197.856 describe copoliésteres y fibras enlazantes producidas a partir de lo mismo, donde los copoliésteres se forman a partir de 1,4-ciclohexanodimetanol, etilenglicol y ácido tereftálico, ácido naftalendicarboxílico, ácido 1,4-ciclohexanodicarboxílico y sus ésteres o anhídridos. Las fibras resultantes se pueden usar en telas no tejidas.

Descripción de la Invención

15 Un objetivo de la presente invención es proporcionar una tela no tejida que contiene fibras de material compuesto que se producen a partir de un polímero de poli(tereftalato de etileno) de alta calidad que tiene un buen tono de color (valor L alto y valor b bajo) y un polímero termoadhesivo, y que tienen calidad muy uniforme.

La tela no tejida de fibras discontinuas de material compuesto poliéster de la presente invención es una tela no tejida que comprende fibras discontinuas de material compuesto termoadhesivas que comprenden un polímero adhesivo termofusible y un polímero de poli(tereftalato de etileno), donde:

20 el polímero adhesivo termofusible forma una parte de la periferia de cada fibra discontinua de material compuesto que se extiende a lo largo de la dirección longitudinal de la fibra discontinua de material compuesto, y el polímero de poli(tereftalato de etileno) forma la parte restante de cada fibra discontinua de material compuesto;

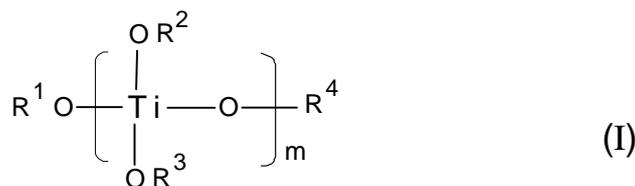
el polímero de poli(tereftalato de etileno) es uno producido policondensando un éster de ácido tereftálico con etilenglicol en presencia de un catalizador;

25 el catalizador comprende al menos un miembro seleccionado de las mezclas (1) y productos de reacción (2) como se especifica más adelante;

la mezcla (1) para el catalizador comprende:

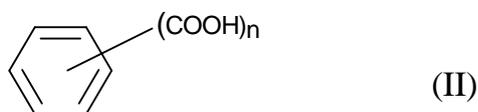
(A) componente de compuestos de titanio que comprende al menos un miembro seleccionado del grupo que consiste en:

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



35 fórmula (I) en la que R¹, R², R³ y R⁴ representan respectivamente, e independientemente uno de otro, un miembro seleccionado de grupos alquilo que tienen 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 2, 3 ó 4, los 2, 3 ó 4 R²'s y R³'s pueden respectivamente ser iguales o diferentes uno de otro, y

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



40 fórmula (II) en la que n representa un número entero de 2 a 4, o anhídridos de los ácidos de la fórmula (II), y

Para la tela no tejida de fibras discontinuas de material compuesto poliéster de la presente invención, el compuesto de fósforo de la fórmula general (V) para el producto de reacción (2) se selecciona preferiblemente de fosfatos de monoalquilo.

5 Para la tela no tejida de fibras discontinuas de material compuesto poliéster de la presente invención, el éster de ácido tereftálico con etilenglicol es uno producido por una reacción de transesterificación de un éster dialquílico de un ácido tereftálico con un etilenglicol.

Para la tela no tejida de fibras discontinuas de material compuesto poliéster de la presente invención, el polímero de poliéster tiene preferiblemente un valor L^* de 77 a 85 y un valor b^* de 2 a 5, determinados de acuerdo con la especificación cromática $L^*a^*b^*$ de la norma JIS Z 8729.

10 Para la tela no tejida de fibras discontinuas de material compuesto poliéster de la presente invención, se pueden producir las fibras discontinuas de material compuesto para tener una estructura de tipo yuxtapuesta.

15 Para la tela no tejida de fibras discontinuas de material compuesto poliéster como se reivindica en la presente invención, las fibras discontinuas de material compuesto se pueden producir para tener una estructura de tipo núcleo concéntrico o excéntrico en envoltura, las partes concéntricas o excéntricas de núcleo de las fibras discontinuas de material compuesto se pueden producir para comprender el polímero termoplástico fibrógeno, y las partes de envolturas concéntricas o excéntricas de las fibras discontinuas de material compuesto se pueden producir para comprender el polímero adhesivo termofusible.

20 Para la tela no tejida de fibras discontinuas de material compuesto poliéster de la presente invención, la relación en peso del polímero adhesivo termofusible al polímero termoplástico fibrógeno está preferiblemente en el intervalo de desde 30:70 a 70:30.

Para la tela no tejida de fibras discontinuas de material compuesto poliéster de la presente invención, el polímero adhesivo termofusible se selecciona preferiblemente de elastómeros de poliuretano, elastómeros de poliéster, homopolímeros y copolímeros de poliéster no elásticos, homopolímeros y copolímeros poliolefinicos, y polímeros de poli(alcohol vinílico).

25 Para la tela no tejida de fibras discontinuas de material compuesto poliéster de la presente invención, las fibras discontinuas de material compuesto poliéster tienen preferiblemente un espesor de fibra individual de 0,01 a 10 dtex y una longitud de fibra de 5 a 100 mm.

30 Para la tela no tejida de fibras discontinuas de material compuesto poliéster de la presente invención, la tela no tejida es preferiblemente una producida a partir de fibras discontinuas de material compuesto poliéster por un método de carda, un método formador de papel o un método por chorro de aire y después se trata térmicamente.

Para la tela no tejida de fibras discontinuas de material compuesto poliéster de la presente invención, la tela no tejida es una que se puede someter a un procedimiento de entrecruzamiento de fibras antes del tratamiento térmico.

35 Para la tela no tejida de fibras discontinuas de material compuesto poliéster de la presente invención, las fibras discontinuas de material compuesto poliéster están contenidas preferiblemente en la tela no tejida en un contenido de 25 a 100% en peso sobre la base de la tela no tejida.

Para la tela no tejida de fibras discontinuas de material compuesto poliéster de la presente invención, la tela no tejida de fibras discontinuas de material compuesto poliéster se utiliza preferiblemente en un uso en el que la tela no tejida se pone en contacto con alimentos.

El Mejor Método para Realizar la Invención

40 La tela no tejida de fibras discontinuas de material compuesto poliéster de la presente invención es una tela no tejida que comprende fibras discontinuas de material compuesto termoadhesivo que comprenden un polímero adhesivo termofusible y un polímero de poli(tereftalato de etileno).

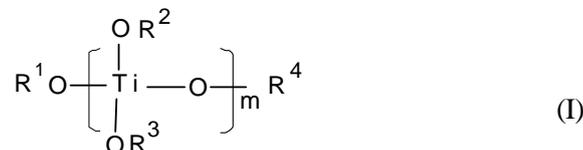
45 El polímero adhesivo termofusible forma una parte de la periferia de cada fibra discontinua de material compuesto que se extiende a lo largo de la dirección longitudinal de la fibra discontinua de material compuesto, y el polímero de poli(tereftalato de etileno) forma la parte restante de cada fibra discontinua de material compuesto.

El polímero de poli(tereftalato de etileno) es uno producido policondensando un éster de ácido tereftálico con etilenglicol en presencia de un catalizador.

50 Un catalizador para producir el polímero de poliéster comprende al menos un miembro seleccionado de las mezclas (1) y productos de reacción (2). La mezcla (1) para el catalizador es una mezcla de componente (A) de compuestos de titanio y componente (B) de compuestos de fósforo descritos más adelante. Los productos de reacción (2) son productos de reacción de componente (C) de compuestos de titanio y componente (D) de compuestos de fósforo descritos más adelante.

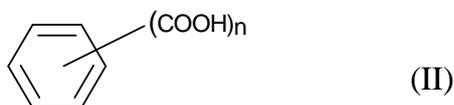
El componente (A) de compuestos de titanio para la mezcla (1) para el catalizador comprende al menos un miembro seleccionado del grupo consistente en:

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



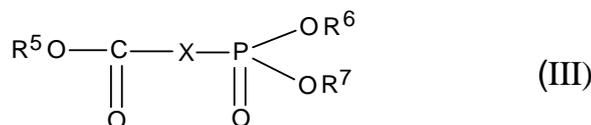
5 fórmula (I) en la que R^1 , R^2 , R^3 y R^4 respectivamente e independientemente uno de otro representan un miembro seleccionado de grupos alquilo que tienen 1 a 20 átomos de carbono, preferiblemente 1 a 6 átomos de carbono y un grupo fenilo, m representa un número entero de 1 a 4, preferiblemente 2 a 4, y cuando m representa un número entero 2, 3 ó 4, los 2, 3 ó 4 R^2 's y R^3 's pueden ser respectivamente iguales o diferentes uno de otro, y

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



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

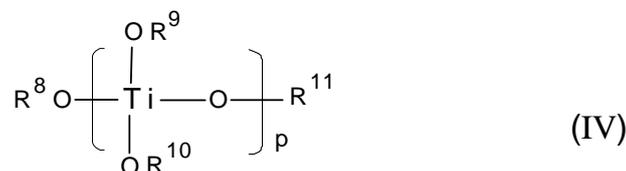
Además, el componente (B) de compuestos de fósforo de la mezcla (1) para el catalizador de policondensación comprende al menos un compuesto de fósforo representado por la fórmula general (III):



15 fórmula (III) en la que R^5 , R^6 y R^7 respectivamente e independientemente uno de otro representan un grupo alquilo que tiene 1 a 4 átomos de carbono, y X representa un miembro seleccionado de un grupo $-CH_2-$ y un grupo $-CH(Y)-$ (donde Y representa un grupo fenilo).

20 Además, el componente (C) de compuestos de titanio de los productos de reacción (2) para el catalizador de policondensación comprende al menos un miembro seleccionado del grupo consistente en:

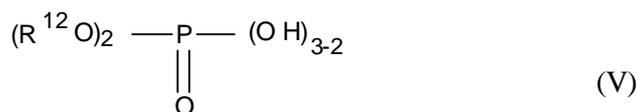
(c) alcóxidos de titanio representados por la fórmula general (IV):



25 fórmula (IV) en la que R^8 , R^9 , R^{10} y R^{11} respectivamente e independientemente uno de otro representan un grupo alquilo que tiene 1 a 20 átomos de carbono, preferiblemente 1 a 6 átomos de carbono, p representa un número entero de 1 a 3, preferiblemente 1 ó 2, y cuando p representa un número entero 2 ó 3, 2 ó 3 R^9 's y R^{10} 's pueden ser respectivamente iguales o diferentes uno de otro, 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 anhídrido de los ácidos.

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



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

5 Cuando la mezcla (1) del componente (A) de compuestos de titanio y el componente (B) de compuestos de fósforo mencionada anteriormente se usa como catalizador de policondensación, los alcóxidos de titanio (a) de la fórmula general (I) usados como el componente (A) de compuestos de titanio, y los productos de reacción (b) de los alcóxidos de titanio (a) con los ácidos policarboxílicos aromáticos de la fórmula general (II) o sus anhídridos tienen alta compatibilidad o afinidad con los polímeros de poliéster. En consecuencia, incluso cuando el componente (A) de compuestos de titanio permanece en el polímero de poliéster obtenido por policondensación, no se forma depósito de materia extraña alrededor de la periferia de la tobera de hilatura durante el hilado de masa fundida. Como resultado de ello se pueden producir, con alta eficacia de hilado, filamentos de poliéster que tienen buena calidad.

10 Los ejemplos preferidos de los alcóxidos de titanio (a) de la fórmula general (I) usados para el componente (A) de compuestos de titanio para el catalizador de policondensación usado en la presente invención incluyen tetraisopropoxititanio, tetrapropoxititanio, tetra-n-butoxititanio, tetraetoxititanio, tetrafenoxititanio, trititanato de octaalquilo y dititanato de hexaalquilo.

15 Los ejemplos preferidos de los alcóxidos de titanio (c) de la fórmula general (IV) usados para el componente (C) de compuestos de titanio para el catalizador de policondensación usado en la presente invención incluyen tetraalcóxidos de titanio tales como tetrabutóxido de titanio, tetraisopropóxido de titanio, tetrapropóxido de titanio, y tetraetóxido de titanio, y titanatos de alquilo tales como trititanato de octaalquilo y dititanato de hexaalquilo. En particular se usa preferiblemente tetrabutóxido de titanio que es muy reactivo con un componente de fósforo.

20 Además, los ácidos policarboxílicos aromáticos representados por la fórmula general (II) y sus anhídridos reaccionan con los alcóxidos de titanio (a) o (c) se seleccionan preferiblemente de ácido ftálico, ácido trimelítico, ácido hemimelítico, ácido piromelítico y anhídridos ácidos de estos ácidos. En particular, cuando se usa anhídrido trimelítico, los productos de reacción (b) así obtenidos muestran mucha afinidad por el polímero de poliéster, y son eficaces para prevenir el depósito de materia extraña.

25 Cuando el alcóxido de titanio (a) o (c) ha de reaccionar con el ácido policarboxílico aromático de la fórmula general (II), por ejemplo, el ácido policarboxílico aromático o su anhídrido se disuelve en un disolvente; el alcóxido de titanio (a) o (c) se vierte en la disolución, y la disolución mezcla se calienta preferiblemente a temperatura de 0 a 200°C durante al menos 30 minutos. Además, en respuesta a los requisitos el disolvente se selecciona preferiblemente de etanol, etilenglicol, trimetilenglicol, tetrametilenglicol, benceno, xileno, etc.

30 No hay limitación específica en la relación molar de reacción del alcóxido de titanio (a) o (c) al ácido policarboxílico aromático de la fórmula general (II) o su anhídrido. Sin embargo, cuando la proporción del alcóxido de titanio es demasiado alta el tono de color del poliéster así obtenido se deteriora a veces o la temperatura de reblandecimiento disminuye a veces. A la inversa, cuando la proporción del alcóxido de titanio es demasiado baja, a veces la reacción de policondensación apenas continúa. En consecuencia, la relación molar de reacción del alcóxido de titanio (a) o (c) al ácido policarboxílico aromático de la fórmula general (II) o su anhídrido está preferiblemente en el intervalo de (2:1) a (2:5).

Los productos de reacción (b) o (d) así obtenidos por la reacción se pueden usar sin procesamiento adicional, o se pueden purificar por recristalización en acetona, alcohol metílico y/o acetato de etilo y después usarlos.

40 El compuesto de fósforo (compuesto fosfonato) de la fórmula general (III) utilizable para el componente (B) de compuestos de fósforo de la mezcla (1) para el catalizador de policondensación se selecciona preferiblemente de ésteres de derivados de ácidos fosfónicos, por ejemplo ésteres dimetilicos, ésteres dietilicos, ésteres dipropilicos y ésteres dibutilicos de derivados de ácidos fosfónicos, por ejemplo ácido carbometoximetanofosfónico, ácido carboetoximetanofosfónico, ácido carbopropoximetanofosfónico, ácido carbobutoximetanofosfónico, ácido carbometoxifenilmetanofosfónico, ácido carboetoxifenilmetanofosfónico, ácido carbopropoxifenilmetanofosfónico, ácido carbobutoxifenilmetanofosfónico, etc.

45 El componente (B) de compuestos de fósforo que comprende un compuesto de fósforo (compuesto fosfonato) de la fórmula general (III), cuando se usa para la reacción de policondensación de ésteres dicarboxilatos aromáticos, reacciona relativamente lento con el componente (A) de compuestos de titanio en comparación con un compuesto de fósforo usado como un estabilizador de reacción convencional. El tiempo de duración de la actividad catalítica del componente (A) de compuestos de titanio es por tanto largo entre las etapas de la reacción de policondensación. Por consiguiente, la relación de una cantidad del componente (A) de compuestos de titanio usado a una cantidad de los ésteres dicarboxilato aromáticos en el sistema de reacción de policondensación se puede disminuir. Además, la adición de una gran cantidad de un estabilizador al sistema de reacción de policondensación que contiene el

componente (B) de compuestos de fósforo que comprende un compuesto de fósforo de la fórmula general (III), ni reduce la estabilidad térmica del polímero de poliéster así obtenido ni deteriora su tono de color.

Cuando la mezcla (1) se usa como un catalizador de policondensación en la presente invención, la mezcla (1) se usa en una cantidad que satisface los requisitos representados por las siguientes expresiones de relación (i) y (ii):

$$5 \quad 1 \leq M_p/M_{Ti} \leq 15 \quad (i)$$

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

10 donde M_{Ti} representa una relación en % de un valor en milimoles de elemento titanio contenido en el componente (A) de compuestos de titanio a un valor en moles del éster dicarboxilato aromático, y M_p representa una relación en % de un valor en milimoles de elemento fósforo contenido en el componente (B) de compuestos de fósforo al valor en moles del éster dicarboxilato aromático.

15 La relación M_p/M_{Ti} es de al menos 1 a 15, y preferiblemente de al menos 2 a 10. Cuando la relación M_p/M_{Ti} es menor que 1, se le da a veces un tono amarillento al polímero de poliéster así obtenido. Cuando la relación excede de 15, la policondensación, reactividad, causada por el catalizador de policondensación resultante, se hace insuficiente y apenas se obtiene un polímero de poliéster deseado. Aunque el intervalo de la relación M_p/M_{Ti} usada en la presente invención es relativamente estrecho en comparación con el del sistema catalítico Ti-P convencional, la determinación de la relación en el intervalo anterior hace posible obtener efectos excelentes que no se pueden obtener cuando se usa el sistema catalítico Ti-P convencional.

20 Además, la suma (M_p+M_{Ti}) está en el intervalo de 10 a 100, preferiblemente de 20 a 70. Cuando la suma (M_p+M_{Ti}) es menor que 10, los resultados son los siguientes: las propiedades fibrógenas del polímero de poliéster así obtenido resultan insuficientes; el rendimiento de producción durante la etapa de hilado de la masa fundida resulta inadecuado; y las propiedades de las fibras así obtenidas resultan insatisfactorias. Además, cuando la suma (M_p+M_{Ti}) excede de 100, se deposita materia extraña en una pequeña cantidad alrededor de la periferia de la tobera de hilatura durante el hilado de la masa fundida del polímero de poliéster. En general, el valor de M_{Ti} es preferiblemente de 2 a 15, y más preferiblemente de 3 a 10.

25 Cuando los productos de reacción (2) se usan como catalizador de policondensación en la presente invención, los ejemplos del compuesto de fósforo de la fórmula general (V) usado para el componente (D) de compuestos de fósforo incluyen fosfatos de monoalquilo, por ejemplo fosfato de mono-n-butilo, fosfato de monohexilo, fosfato de monododecilo, fosfato de monolaurilo y fosfato de monooleilo; fosfatos de monoarilo, por ejemplo fosfato de monofenilo, fosfato de monobencilo, fosfato de mono(4-etilfenilo), fosfato de monobifenilo, fosfato de mononaftilo y fosfato de monoantrilo; fosfatos de dialquilo, por ejemplo fosfato de dietilo, fosfato de dipropilo, fosfato de dibutilo, fosfato de dilaurilo y fosfato de dioleilo; y fosfatos de diarilo, por ejemplo fosfato de difenilo. Entre estos compuestos se usa preferiblemente un fosfato de monoalquilo o un fosfato de monoarilo de la fórmula (V), en la que q representa el número entero uno.

35 El componente (D) de compuestos de fósforo usado en la presente invención puede ser también una mezcla de al menos dos tipos de los compuestos de fósforo de la fórmula general (V). Los ejemplos preferidos de la combinación incluyen una mezcla de un fosfato de monoalquilo y un fosfato de dialquilo y una mezcla de fosfato de monofenilo y fosfato de difenilo. De las mezclas se prefiere particularmente una composición que contiene al menos 50%, específicamente al menos 90% de un fosfato de monoalquilo con relación al peso total de la mezcla.

40 Los productos de reacción del componente (C) de compuestos de titanio y el componente (D) de compuestos de fósforo se pueden preparar, por ejemplo, mezclando ambos componentes (C) y (D) y calentando la mezcla en un glicol. Es decir, cuando una disolución de glicol que contiene el compuesto (C) de titanio y el componente (D) de compuestos de fósforo se calienta, la disolución de glicol se vuelve turbia y hace precipitar los productos de reacción de ambos componentes (C) y (D) como precipitados. Los precipitados se recogen y se pueden usar como un catalizador para la producción de polímeros de poliéster.

45 Como un glicol que se puede usar en la producción de los productos de reacción (2) para el catalizador, se usa preferiblemente el mismo componente glicólico que el que forma el polímero de poliéster que se produce con el catalizador así obtenido. Por ejemplo, cuando el polímero de poliéster es un poli(tereftalato de etileno) se usa preferiblemente etilenglicol. Cuando el polímero de poliéster es un poli(tereftalato de trimetileno) se usa preferiblemente 1,3-propanodiol. Cuando el polímero de poliéster es un poli(tereftalato de tetrametileno) se usa preferiblemente tetrametilenglicol.

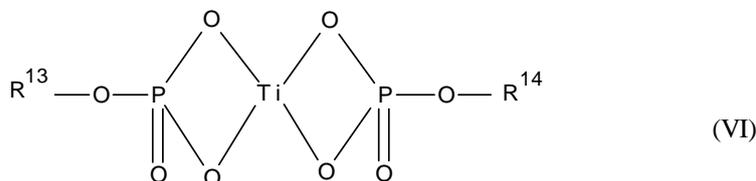
55 Además, los productos de reacción (2) para el catalizador de policondensación de la presente invención se pueden producir también mezclando simultáneamente el componente (C) de compuestos de titanio, el componente (D) de compuestos de fósforo y el glicol y calentando la mezcla. Sin embargo, a causa de que el componente (C) de compuestos de titanio y el componente (D) de compuestos de fósforo se hacen reaccionar uno con otro calentando para precipitar los productos de reacción insolubles en el glicol, se prefiere realizar la reacción homogéneamente, hasta que tiene lugar la precipitación. En consecuencia se prefiere el procedimiento siguiente con el fin de obtener precipitados de reacción eficazmente: dos disoluciones de glicol que contienen el componente (C) de compuestos de

titanio y el componente (D) de compuestos de fósforo, respectivamente, se preparan previamente; y después se mezclan las dos disoluciones seguido por calentamiento de la mezcla.

Además, los componentes (C) y (D) se hacen reaccionar preferiblemente a temperaturas de 50 a 200°C. El tiempo de reacción es preferiblemente de 1 minuto a 4 horas. Cuando la temperatura de reacción es demasiado baja la reacción resulta inadecuada, o la reacción tarda demasiado tiempo y, por tanto, los precipitados de reacción a veces no se pueden obtener eficazmente por una reacción homogénea.

La proporción de mezcla del componente (C) de compuestos de titanio y el componente (D) de compuestos de fósforo a calentar y hacer reaccionar en glicol es como sigue. La relación molar de los átomos de fósforo a los átomos de titanio es preferiblemente de 1,0 a 3,0, y más preferiblemente de 1,5 a 2,5 basada en los átomos de titanio. Cuando la relación molar está en el intervalo mencionado anteriormente, el componente (D) de compuestos de fósforo y el componente (C) de compuestos de titanio han reaccionado prácticamente por completo uno con otro, y no existen productos de reacción incompleta. Por tanto, incluso cuando los productos de reacción se usan sin procesamiento adicional, el tono de color del polímero de poliéster así obtenido es bueno. Además, como sustancialmente no existe exceso alguno de compuesto (V) de fósforo sin reaccionar, no se inhibe la reactividad de polimerización del poliéster, y el rendimiento resulta alto.

Los productos de reacción (2) para el catalizador de policondensación usado en la presente invención se producen preferiblemente para contener un compuesto representado por la fórmula general (VI):



donde R^{13} y R^{14} , respectivamente e independientemente uno de otro, representan un tipo seleccionado de (i) un grupo alquilo que se origina de R^8 , R^9 , R^{10} y R^{11} de la fórmula general (IV) que representa el alcóxido de titanio para el componente (C) de compuestos de titanio y R^{12} de la fórmula general (V) que representa el compuesto de fósforo para el componente (D) de compuestos de fósforo y que tiene 1 a 10 átomos de carbono, o (ii) un grupo arilo que se origina de R^{12} del compuesto de fósforo (V) y que tiene 6 a 12 átomos de carbono.

Los productos de reacción de un compuesto de titanio representado por la fórmula (VI) y un compuesto de fósforo (V) tienen alta actividad catalítica. Además, un polímero de poliéster obtenido usando los productos de reacción tiene un buen tono de color (valor b bajo); los contenidos de acetaldehído, metal residual y trimeros cíclicos son suficientemente bajos para uso práctico, y el polímero tiene propiedades poliméricas prácticamente satisfactorias. Además, se prefiere que el catalizador de policondensación contenga al menos 50% en peso, más preferiblemente al menos 70% en peso de los productos de reacción representados por la fórmula (VI).

Mientras se policondensa un éster dicarboxilato aromático en presencia de los productos de reacción (2), no es necesario separar los productos de reacción precipitados (2) y el glicol de la disolución glicólica que contiene los productos de reacción precipitados (2) obtenidos como se ha explicado anteriormente. La disolución de glicol se puede usar como un catalizador para la producción del polímero de poliéster sin procesamiento adicional. Además, se puede usar el procedimiento siguiente: los precipitados se separan de la disolución glicólica que contiene los productos de la reacción de precipitación (2) por medios tales como precipitación centrífuga o filtración; los productos de la reacción de precipitación (2) se recristalizan después en un agente recristalizante tal como acetona, alcohol metílico y/o agua, y los productos purificados se usan como catalizador de policondensación. Además, la estructura química de los productos de reacción (2) para el catalizador de policondensación se puede confirmar por análisis cuantitativo de metal con NMR de sólidos y XMA.

El polímero de poliéster utilizable para la presente invención se produce policondensando un éster de ácido tereftálico con etilenglicol en presencia de un catalizador que contiene una mezcla (1) del componente (A) de compuestos de titanio y el compuesto de fósforo (compuesto fosfonato) (B) y/o los productos de reacción (2) del componente (C) de compuestos de titanio y el componente (D) de compuestos de fósforo.

Aquí el ácido tereftálico es el componente mayoritario del componente de ácido dicarboxílico aromático. Más específicamente, el contenido de ácido tereftálico es preferiblemente al menos 70% en moles con relación al componente de ácido dicarboxílico aromático.

Además, el componente glicólico graso está compuesto por etilenglicol.

En la presente invención el polímero de poliéster es preferiblemente uno que contiene tereftalato de etileno, formado a partir de ácido tereftálico y etilenglicol, como una unidad repetitiva mayoritaria. Aquí el contenido de la unidad

repetitiva del tereftalato de etileno es preferiblemente al menos 70% en moles con relación a la cantidad total de las unidades repetitivas del poliéster.

También se describe un poliéster copolimerizado obtenido por copolimerización de un componente que forma el poliéster como un componente ácido o diólico.

- 5 Un componente ácido carboxílico bifuncional, por ejemplo ácidos grasos dicarboxílicos tales como ácido adípico, ácido sebácico, ácido acelaico y ácido decanodicarboxílico y ácidos dicarboxílicos alicíclicos tales como ácido ciclohexanodicarboxílico así como los ácidos dicarboxílicos aromáticos mencionados anteriormente, o los derivados formadores de ésteres del componente ácido carboxílico bifuncional se pueden usar como materiales de partida del componente ácido carboxílico de copolimerización. Además, se pueden usar los siguientes compuestos como
- 10 materiales de partida (componente diólico de copolimerización): glicoles alicíclicos tales como ciclohexanodimetanol, y dioles aromáticos tales como bisfenol, hidroquinona y 2,2-bis(4-β-hidroxietoxifenil)propano así como dioles grasos.

Además se puede usar un polímero de poliéster copolimerizado, obtenido copolimerizando como un componente de copolimerización un compuesto polifuncional tal como ácido trimésico, trimetiloletano, trimetilolpropano, trimetilolmetano y pentaeritritol.

- 15 Se puede usar solo un tipo de los polímeros de poliéster y polímeros de poliéster copolimerizados mencionados anteriormente. Alternativamente, al menos dos tipos de ellos se pueden usar en combinación.

En la presente invención se usan como el polímero de poliéster productos de policondensación de un éster de ácido tereftálico con etilenglicol. El éster dicarboxilato aromático se puede producir por la reacción de diesterificación de ácido tereftálico y etilenglicol. Alternativamente, el éster se puede producir también por la reacción de transesterificación de un éster dialquílico de un ácido tereftálico y etilenglicol. Sin embargo, el método de transesterificación con el éster dialquílico de ácido tereftálico usado como una materia prima tiene la ventaja siguiente sobre el método de diesterificación con un ácido aromático usado como una materia prima: un compuesto de fósforo añadido como un agente estabilizante fosforado durante la reacción de policondensación está menos disperso.

20

25 Además, se prefiere el procedimiento siguiente: parte del, o la cantidad total del, componente (A) o (C) de compuestos de titanio se añade, antes del comienzo de la reacción de transesterificación, al sistema de reacción y la cantidad añadida de componente se usa como un catalizador para las dos reacciones, la reacción de transesterificación y la reacción de policondensación. Cuando se realiza el procedimiento, el contenido del compuesto de titanio en el poliéster se puede reducir finalmente. Se toma como un ejemplo un poli(tereftalato de etileno), y el procedimiento se explica más específicamente más adelante. La reacción de transesterificación entre ésteres dialquílicos de ácidos dicarboxílicos aromáticos que contienen ácido tereftálico como componente mayoritario y etilenglicol se realiza preferiblemente en presencia de componente (A) de compuestos de titanio que comprende al menos un miembro seleccionado del grupo consistente en alcóxidos de titanio (a) representados por la fórmula general (I) anteriormente indicada y productos de reacción (b) de los alcóxidos de titanio de la fórmula general (I) con ácidos policarboxílicos aromáticos representados por la fórmula general (II), anteriormente indicada, o sus anhídridos. El componente (B) de compuestos de fósforo (compuesto fosfonato) representado por la fórmula general (III) o los productos de reacción del componente (C) de compuestos de titanio y el componente (D) de compuestos de fósforo se añaden a la mezcla de reacción obtenida por la reacción de transesterificación y que contiene diésteres de los ácidos dicarboxílicos aromáticos y etilenglicol, y la policondensación se deja continuar en presencia de estas sustancias.

30

35

40

Además, cuando la reacción de transesterificación se ha de realizar, la reacción se realiza normalmente bajo presión atmosférica ambiental. Sin embargo, cuando la reacción se realiza bajo presión de 0,05 a 0,20 MPa se favorece además una reacción causada por la acción catalítica del componente (A) de compuestos de titanio, y el subproducto dietilenglicol no se produce en gran cantidad. Por tanto, el polímero de poliéster así obtenido tiene no obstante propiedades más excelentes tales como la estabilidad térmica. La temperatura de transesterificación es preferiblemente de 160 a 260°C.

45

Además, cuando el ácido dicarboxílico aromático es ácido tereftálico en la presente invención, se usan ácido tereftálico y tereftalato de dimetilo como materiales de partida del poliéster. En tal caso se puede usar también tereftalato de dimetilo recuperado obtenido despolimerizando poli(tereftalato de alquileno) o ácido tereftálico recuperado obtenido hidrolizando el tereftalato recuperado. En tal caso se prefiere particularmente el uso de poliéster reciclado obtenido de botellas de PET, productos fibrosos, productos de películas de poliéster recuperados, y similares, con vistas a la utilización eficaz de recursos.

50

La reacción de policondensación se puede realizar en un solo recipiente de reacción, o se puede realizar sucesivamente en una pluralidad de recipientes de reacción. El poliéster así obtenido en la etapa de policondensación, normalmente se extrude en un estado fundido, y se enfría. El poliéster enfriado se modela (se corta) después a una forma de partículas (viruta).

55

El polímero de poliéster así obtenido en la etapa de policondensación indicada anteriormente se puede someter además a policondensación en fase sólida, si se desea.

La etapa de policondensación en fase sólida incluye al menos una fase, y se realiza en una atmósfera de un gas inerte tal como nitrógeno, argón o dióxido de carbono gaseoso a temperatura de 190 a 230°C y presión de 1 kPa a 200 kPa.

5 Las partículas de poliéster producido a través de una tal etapa de policondensación en fase sólida, también se pueden tratar opcionalmente con agua poniendo en contacto el poliéster con agua, vapor de agua, un gas inerte que contiene vapor de agua, aire o similar que contiene vapor de agua, con lo cual el catalizador contenido en las virutas es desactivado.

La producción del poliéster que incluye la etapa de esterificación y la etapa de policondensación como se ha explicado anteriormente se puede realizar por cualquier proceso de tipo lotes, tipo semi-continuo o tipo continuo.

10 La viscosidad intrínseca del polímero de poliéster así obtenido y usado en la presente invención es preferiblemente de 0,40 a 0,80, más preferiblemente de 0,45 a 0,75, y en particular preferiblemente de 0,50 a 0,70. Cuando la viscosidad intrínseca es menor que 0,40 la resistencia de la fibra de poliéster así obtenida resulta a veces inadecuada. Además, cuando la viscosidad intrínseca excede de 0,80, la viscosidad intrínseca del polímero de materia prima se debe aumentar excesivamente. Por tanto la viscosidad intrínseca es poco económica.

15 El polímero de poliéster usado en la presente invención se puede producir opcionalmente para contener pequeñas cantidades de aditivos tales como antioxidantes, absorbentes de rayos-UV, retardantes a las llamas, blanqueadores fluorescentes, agentes deslustrantes, agentes ortocromáticos, agentes antiespumantes, agentes antiestáticos, agentes antibacterianos, agentes fotoestabilizantes, agentes termoestabilizantes y agentes antideslumbrantes. Se prefiere particularmente la adición de dióxido de titanio como agente deslustrante y de un antioxidante como agente estabilizante. El dióxido de titanio tiene un tamaño medio de partícula preferiblemente de 0,01 a 2 μm , y está contenido en el polímero de poliéster en un contenido preferiblemente de 0,01 a 10% en peso.

Además, el contenido de titanio derivado del catalizador contenido en el polímero de poliéster no debe incluir titanio derivado del dióxido de titanio añadido como agente deslustrante.

25 Cuando el dióxido de titanio está contenido en el polímero de poliéster como agente deslustrante, el agente deslustrante de dióxido de titanio solo se separa de una muestra de polímero de poliéster para medida por el procedimiento siguiente: la muestra de polímero de poliéster se disuelve en hexafluoroisopropanol; la disolución se somete a separación centrífuga de manera que las partículas de dióxido de titanio se separan y sedimentan en la disolución; se separa el sobrenadante y se recupera por decantación; el disolvente se separa de la fracción recuperada por evaporación para dar una muestra a probar.

30 Como antioxidante se usa preferiblemente un antioxidante de tipo fenol estéricamente impedido. La cantidad añadida de antioxidante es preferiblemente hasta 1% en peso, y más preferiblemente de 0,005 a 0,5% en peso. Cuando la cantidad añadida excede de 1% en peso el efecto de la adición se satura, y la adición causa a veces formación de capa de suciedad durante el hilado de la masa fundida. Además, el antioxidante de tipo fenol estéricamente impedido se puede usar también en combinación con un tioéter de tipo antioxidante secundario.

35 No hay limitación específica sobre el método de añadir el antioxidante al poliéster. Se puede añadir en cualquier fase arbitraria entre el comienzo de la reacción de transesterificación y la terminación de la reacción de policondensación.

El polímero de poliéster usado en la presente invención tiene un buen tono de color (valor L^* y valor b^*) debido al catalizador usado. Es decir, el polímero de poliéster tiene preferiblemente un valor L^* de 77 a 85 y un valor b^* de 2 a 5, determinados de acuerdo con la especificación cromática $L^*a^*b^*$ de la norma JIS Z 8729.

40 Para las fibras discontinuas de material compuesto termoadhesivo que forman la tela no tejida de la invención, el polímero de poliéster se usa como componente polimérico termoplástico fibrógeno, y un componente polimérico adhesivo termofusible se usa en combinación.

45 En las fibras discontinuas de material compuesto termoadhesivo, el componente polimérico adhesivo termofusible forma una parte de la periferia de cada fibra discontinua de material compuesto que se extiende a lo largo de la dirección longitudinal de la fibra discontinua de material compuesto, y el polímero de poliéster forma la parte restante de cada fibra discontinua de material compuesto. Es decir, el polímero termoadhesivo forma al menos una parte de la periferia de cada fibra discontinua de material compuesto en las fibras discontinuas de material compuesto termoadhesivo usadas en la presente invención, y la parte de la periferia se extiende continuamente a lo largo de la dirección longitudinal de la fibra discontinua. Es decir, el componente polimérico adhesivo termofusible de las fibras discontinuas de material compuesto de la tela no tejida enlaza las fibras discontinuas de material compuesto en los puntos de intersección de las fibras.

50 Para las fibras discontinuas de material compuesto poliéster usadas en la presente invención, el contenido en relación en peso del componente polimérico termoadhesivo al componente polimérico de poliéster está en el intervalo de 30:70 a 70:30, y más preferiblemente de 40:60 a 60:40.

Para las fibras discontinuas de material compuesto usadas en la presente invención, el componente polimérico adhesivo termofusible y el componente polimérico de poliéster pueden estar componiendo una estructura tipo yuxtapuesta, o una estructura tipo núcleo concéntrico o excéntrico en envoltura. Cuando las fibras discontinuas de material compuesto tienen una estructura tipo núcleo concéntrico o excéntrico en envoltura, la porción del núcleo está formada generalmente por un polímero de poliéster y la parte de la envoltura está formada por un polímero adhesivo termofusible. En la estructura de núcleo excéntrico en envoltura, la parte del núcleo excéntrica puede estar formada opcionalmente por un polímero adhesivo termofusible, parte del cual está expuesto al exterior en parte de la porción de la periferia de las fibras discontinuas. La parte de núcleo excéntrico en envoltura puede también estar formada por polímero de poliéster. En las fibras discontinuas de tipo yuxtapuestas y fibras discontinuas de tipo núcleo excéntrico en envoltura, se manifiesta en las fibras un rizado en espiral debido a una diferencia en la contracción térmica entre las partes formadas por el polímero adhesivo termofusible y las partes formadas por polímero de poliéster. Por tanto se prefieren las fibras discontinuas como fibras discontinuas formadoras de tela no tejida. No hay limitación alguna en el perfil transversal de las fibras discontinuas de material compuesto. El perfil puede ser un perfil redondo convencional, u otros perfiles modificados tales como un perfil triangular, un perfil poligonal o un perfil aplanado. El transversal de estos perfiles puede ser también cóncavo o no cóncavo (sólido).

El polímero adhesivo termofusible usado para las fibras discontinuas de material compuesto usadas en la presente invención contiene preferiblemente al menos un tipo de materiales tales como un elastómero de poliuretano, un elastómero de poliéster, un polímero de poliéster no elástico y un copolímero del polímero, un polímero poliolefínico y un copolímero del polímero, y un polímero de poli(alcohol vinílico). De estas sustancias se usa preferiblemente en particular el elastómero de poliéster o polímero de poliéster no elástico o su copolímero. Estas sustancias tienen preferiblemente un punto de fusión tan bajo como 50 a 200°C debido al punto de fusión del polímero de poliéster, y el punto de fusión es preferiblemente de 50 a 200°C.

Un éster copolimerizado preparado de la siguiente manera se usa como el polímero de poliéster copolimerizado: copolimerización de esterificación de una pluralidad de compuestos seleccionados de (1) ácidos grados dicarboxílicos tales como ácido adípico y ácido sebácico, (2) ácidos aromáticos dicarboxílicos tales como ácido ftálico, ácido isoftálico y ácido naftalendicarboxílico, y/o (3) ácidos alicíclicos dicarboxílicos tales como ácido hexahidrotereftálico y ácido hexahidroisoftálico y (4) dioles grasos o alicíclicos, añadiéndose opcionalmente oxiácidos tales como ácido p-hidroxibenzoico. Por ejemplo, se prefiere usar un poliéster preparado por ejemplo añadiendo ácido isoftálico y 1,6-hexanodiol a una combinación de ácido tereftálico y etilenglicol, y copolimerizando la mezcla.

Además, los ejemplos del polímero poliolefínico incluyen un poli(etileno) de baja densidad, un poli(etileno) y poli(propileno) de alta densidad.

El polímero de poliéster contenido en las fibras discontinuas de material compuesto se selecciona preferiblemente de poli(tereftalato de etileno), poli(tereftalato de propileno), poli(tereftalato de butileno), poli(tereftalato de trimetileno), y similares.

El polímero de poliéster puede estar compuesto por un solo tipo, o puede ser una mezcla de al menos dos tipos de polímeros de poliéster. Alternativamente, puede ser también una mezcla del componente polimérico de poliéster y un tipo diferente de componente polimérico que se mezcla opcionalmente en tal medida que no se perjudican las propiedades del polímero de poliéster. El diferente tipo de componente polimérico se puede seleccionar de componentes copolimerizables tales como los ácidos grados dicarboxílicos indicados anteriormente.

Con el fin de producir las fibras discontinuas de material compuesto termoadhesivo usadas en la presente invención, se puede usar cualquiera de los métodos convencionales que forman fibras discontinuas de material compuesto y métodos de producción de las fibras.

Cuando se producen fibras discontinuas cortando las fibras de poliéster de material compuesto termoadhesivo, la longitud de corte es preferiblemente de 5 a 100 mm, y en particular preferiblemente de 15 a 95 mm. Las fibras discontinuas de material compuesto que tienen una longitud de fibra en el intervalo indicado son particularmente excelentes para ser cardadas y conformar la tela no tejida.

La tela no tejida de la presente invención se puede producir por los procedimientos siguientes: las fibras discontinuas que tienen una longitud de fibra relativamente larga se forman en un material masivo de tipo lámina de fibras discontinuas por un método seco (método de carda) en el que las fibras discontinuas se abren y mezclan con un cilindro dotado de una guarnición de carda, un método húmedo (método de formación de papel) en el que las fibras discontinuas que tienen una longitud de fibra relativamente corta se dispersan en agua y se forman en una lámina de papel sobre una red de hilos, un método por chorro de aire (llamado también método de exposición al aire o a veces método de pulpa seca) en el que las fibras discontinuas que tienen una longitud de fibra relativamente corta se suministran a un tambor perforado y se dispersan por aire para formar una hoja, etc., y el material masivo se entrecruza y se trata térmicamente para formar una estructura fija.

El peso base de la tela no tejida de la presente invención es de 10 a 500 g/m², y preferiblemente de 20 a 300 g/m². Cuando el peso base es menor que 10 g/m², la producción continua de una hoja uniforme resulta extremadamente

difícil a veces. Cuando el peso base excede de 500 g/m², la hoja se vuelve muy rígida como una tela no tejida, y a veces resulta inadecuada para uso práctico.

5 La tela no tejida de la presente invención se puede fabricar opcionalmente para contener diferentes fibras discontinuas de fibras discontinuas de material compuesto termoadhesivo. En tal caso, no hay limitación específica sobre el contenido de las fibras discontinuas de material compuesto termoadhesivo incluidas en la tela no tejida de la invención. Sin embargo, para que la tela no tejida presente propiedades y efectos excelentes, la proporción en peso es preferiblemente de al menos 25%, más preferiblemente al menos 50%.

10 Los ejemplos de las diferentes fibras que pueden estar contenidas en la tela no tejida de la invención incluyen fibras adaptadas a una tela no tejida convencional de tipo seco tales como fibras naturales (por ejemplo, algodón), fibras regeneradas (por ejemplo, rayón), fibras semisintéticas (por ejemplo, acetato), fibras sintéticas (por ejemplo, fibras de PVA, fibras poliolefínicas, fibras de nailon, fibras de aramida y fibras acrílicas), fibras inorgánicas (por ejemplo, fibras de carbono), y fibras de materiales compuestos formadas por una pluralidad de polímeros que tienen cada uno un punto de fusión diferente de los otros.

15 Para la tela no tejida de la presente invención, las fibras discontinuas constituyentes se fijan entrecruzando fibras con agujas (método de punzonado), entrecruzando fibras con una corriente de agua a alta presión (método de hidroenredado), unión con fibras enlazantes (método de paso de aire), entrecruzamiento por contracción, y prensado con un rodillo caliente.

20 El espesor de las fibras discontinuas de material compuesto termoadhesivo contenidas en la tela no tejida de la invención es preferiblemente de 0,01 a 10 dtex, y más preferiblemente de 0,1 a 7 dtex. Cuando el espesor es menor que 0,01 dtex, la facilidad de apertura es mala. Por tanto la velocidad de la línea de producción disminuye, y la productividad a veces resulta inadecuada. Cuando el espesor excede de 10 dtex, a veces es difícil obtener una hoja uniforme, y/o la hoja a veces resulta demasiado rígida.

25 Las fibras discontinuas de material compuesto usadas para la tela no tejida de la presente invención pueden ser o no rizadas. En general, con el fin de obtener una tela no tejida masiva, se dan preferiblemente a las fibras discontinuas de material compuesto rizos mecánicos en zigzag o rizos estéricos en espiral. El número de rizos es preferiblemente de 8 a 20 rizos, por 25 mm, y el porcentaje de rizado es preferiblemente de 6 a 18%. Cuando se requiere que una tela no tejida deseada tenga una densidad alta, se prefiere el uso de fibras discontinuas rectas que no tienen rizos.

30 El espesor de la tela no tejida de la invención es preferiblemente de 0,05 a 10 mm, y más preferiblemente de 0,2 a 5 mm. Cuando el espesor es menor que 0,05 mm, la rigidez y elasticidad de la tela no tejida resulta a veces insuficiente. Además, cuando el espesor excede de 10 mm, la tela es a veces difícil de manipular.

35 La rigidez, de acuerdo con el método de Clark, de la tela no tejida de la presente invención es preferiblemente de 0,5 a 10 cm, y más preferiblemente de 2 a 7 cm. Cuando la rigidez es menor que 0,5 cm, la tela no tejida así obtenida tiene a veces propiedades inadecuadas de rentabilidad. Además, cuando la rigidez excede de 10 cm, la tela resulta tan rígida que la flexibilidad práctica resulta a veces insuficiente.

EJEMPLOS

40 La presente invención se explicará además haciendo referencia a los ejemplos siguientes que no se destinan a restringir el alcance de la presente invención en modo alguno. Además, se determinaron por las medidas descritas más adelante una viscosidad intrínseca, un tono de color, contenidos metálicos y una cantidad de una capa de depósito formada en una tobera de hilatura.

(1) Viscosidad Intrínseca

Se midió la viscosidad de una disolución de un polímero de poliéster en o-clorofenol a 35°C, y se calculó la viscosidad intrínseca del polímero de poliéster a partir de los datos de medida.

(2) Tono del Color (Valor L* del Color y Valor b* del color)

45 Una muestra de un polímero de poliéster fue fundida en vacío a una temperatura de 290°C durante 10 minutos. El polímero fundido se formó en una forma de tipo lámina que tenía un espesor de 3,0 mm ± 1,0 mm sobre una placa de aluminio. La muestra en forma de lámina se enfrió rápidamente en agua-hielo inmediatamente después de su formación. La muestra modelada en lámina así obtenida se secó y se cristalizó a 160°C durante 1 hora. La muestra se colocó en una placa estándar de color blanco para un ajuste en colorímetro diferencial, y el valor L* y valor b* del color de la superficie de la muestra se midieron con un colorímetro diferencial Hunter (modelo: CR-200) fabricado por Minolta K.K. El valor L* indica un brillo, y cuanto mayor es el valor L* mayor es el brillo de la muestra. Cuando mayor es el valor b* mayor es el grado de color amarillo.

(3) Contenido Metálico

5 Cuando el catalizador estaba en el estado de una disolución, una célula líquida se llenó con disolución de catalizador para proporcionar una muestra. Cuando el catalizador estaba contenido en un polímero poliéster, una muestra del polímero de poliéster a probar se calentó y fundió sobre una placa de aluminio, y el polímero fundido se formó en un cuerpo moldeado que tenía una cara plana con una presión de compresión para proporcionar una muestra. Cada muestra se usó para determinar la concentración atómica de titanio y concentración atómica de fósforo en la muestra. Cada muestra se sometió a un analizador de fluorescencia de rayos-X (Tipo System 3270, fabricado por Rigaku Denki Kogyo Co., Ltd.), y se determinaron cuantitativamente las concentraciones de átomos de titanio y de átomos de fósforo. Además, las concentraciones atómicas de titanio y fósforo de un catalizador del tipo de depósito por reacción se miden por el procedimiento siguiente. Se colocó una muestra seca en un microscopio electrónico de barrido (SEM, tipo S570, fabricado por Hitachi Instruments Service Co., Ltd.), y la muestra se analizó cuantitativamente con un microanalizador de rayos X por dispersión de energía (XMA, modelo EMAX-7000, fabricado por Horiba Mfg. Co., Ltd.) conectado al SEM.

(4) Cantidad de Dietilenglicol (DEG)

15 Una muestra de polímero de poliéster se descompuso con hidrato de hidrazina, y los productos de descomposición se llevaron a un aparato de cromatografía de gases (263-70, fabricado por Hitachi, Ltd.), seguido por la determinación del contenido (% en peso) de dietilenglicol.

(5) Altura de Capa de Materia Extraña adherida a la Tobera de Hilatura

20 Se formó un polímero de poliéster en forma de virutas, y las virutas se fundieron a 290°C. El polímero de poliéster fundido fue extrudido por fusión mediante una tobera de hilatura que tenía 12 agujeros de extrusión con un diámetro de 0,15 mm, e hilada su masa fundida a una velocidad de hilado de 600 m/min durante 2 días. Después de ello se mide la altura de una capa de materia extraña acumulada alrededor de la periferia externa de la boquilla de extrusión de la tobera de hilatura. Cuando la altura de la capa de materia extraña adhesiva es grande es probable que tenga lugar flexión en la corriente filamentosa de la masa fundida de poliéster extrudido, y la capacidad de conformación del poliéster disminuye. Es decir, la altura de la capa de materia adhesiva generada alrededor de la tobera de hilatura es un índice de la capacidad de conformación del poliéster.

(6) Resistencia a la Tracción y Alargamiento de Rotura de la Tela no Tejida

Una muestra de una tela no tejida se sometió a un aparato medidor de tracción de tipo estiramiento a velocidad constante, y se midió la resistencia a la tracción y alargamiento de rotura de la muestra de acuerdo con la norma JIS P 8113.

(7) Variación de Calidad

La variación de la calidad de una tela no tejida se representa por el valor de la desviación estándar ($n = 30$) de una resistencia a la tracción (cuanto más bajo es el valor, más baja es la variación y mayor la uniformidad de la calidad).

Ejemplo 1

35 Una mezcla de 100 partes en peso de tereftalato de dimetilo y 70 partes en peso de etilenglicol se colocó en un recipiente de acero inoxidable en el que se pudo realizar una reacción presurizada, y se añadieron aún a la mezcla 0,009 partes en peso de titanato de tetra-n-butilo. La mezcla de reacción así obtenida se sometió a una reacción de transesterificación a una presión de 0,07 Pa mientras se calentaba a temperatura de 140 a 240°C, y la reacción se terminó añadiendo 0,004 partes en peso de fosfonoacetato de trietilo.

40 Los productos de reacción así obtenidos se transfirieron a un recipiente de policondensación y se calentaron a 290°C, y se realizó una reacción de policondensación en un grado de vacío tan alto como hasta 26,67 Pa para dar un polímero de poliéster (que no contenía agente deslustrante alguno) que tenía una viscosidad intrínseca de 0,60, un contenido de dietilenglicol de 1,5%, y un punto de fusión de 254°C.

45 El polímero de poliéster así obtenido fue extrudido continuamente en forma de una hebra desde la parte extrusora del recipiente de reacción. El polímero extrudido se enfrió y cortó para proporcionar glóbulos de partículas que tienen una longitud de aproximadamente 3 mm. La Tabla 1 muestra la calidad del poli(tereftalato de etileno) así obtenido. Separadamente de la preparación de glóbulos indicada anteriormente, un copolímero de poliéster adhesivo termofusible (que no contenía agente deslustrante alguno) se preparó a partir de un componente ácido preparado mezclando ácido tereftálico y ácido isoftálico en una relación molar de 60/40 y un componente diólico preparado mezclando etilenglicol y 1,6-hexanodiol en una relación molar de 85/15, y se produjo con una viscosidad intrínseca de 0,36 y un punto de reblandecimiento de 70°C usando el mismo catalizador que el mencionado anteriormente. Las virutas del copolímero de poliéster se produjeron del mismo modo que el mencionado anteriormente. Ambos tipos de virutas se introdujeron en un aparato de hilado de masa fundida para producir filamentos de material compuesto de tipo núcleo concéntrico en envoltura. Los filamentos resultantes se tensaron además y se cortaron para proporcionar fibras discontinuas poliéster de material compuesto de tipo núcleo en envoltura (con una relación en peso de núcleo a envoltura de 50/50, un espesor de 2,2 dtex, y una longitud de fibra de 5 mm). Las fibras poliéster de material compuesto de tipo núcleo en envoltura en las que la parte de envoltura se formó a partir de copolímero de poliéster

adhesivo termofusible se mezclaron con pulpa de madera batida en una relación de mezcla en peso de 60/40. La mezcla de fibras se introdujo en una máquina de chorro de aire para proporcionar una hoja que tiene un peso base de 50 g/m². La hoja se trató térmicamente a 180°C durante 10 minutos con un secador de paso de aire. La Tabla 1 muestra las propiedades físicas de la tela no tejida resultante.

5 Ejemplo de Referencia 1

Método para Sintetizar Trimetilato de Titanio

Se mezcló tetrabutoxititanio en una disolución de etilenglicol que contenía anhídrido trimelítico con un contenido de 0,2%, en una relación molar de tetrabutoxititanio a anhídrido trimelítico de 1/2. Los productos reaccionantes se hicieron reaccionar a 80°C durante 60 minutos en atmósfera de aire a presión atmosférica ambiente. Los productos de reacción se enfriaron a temperatura ambiente y fueron recristalizados en acetona en una cantidad de 10 veces la de etilenglicol. Los precipitados así obtenidos se recogieron filtrando con un papel de filtro y se secaron a 110°C durante 2 horas para proporcionar el compuesto objetivo para el catalizador.

Ejemplo 2

Se produjeron un polímero de poliéster, fibras discontinuas de material compuesto poliéster y una tela no tejida de la misma manera que en el Ejemplo 1, excepto que 0,016 partes de trimetilato de titanio sintetizadas por el método del ejemplo de referencia anterior se usaron como compuesto de titanio para el catalizador. La Tabla 1 muestra los resultados de las pruebas.

Ejemplos 3 a 5, Ejemplos Comparativos 1 a 3

En cada uno de los Ejemplos 3 a 5 y Ejemplos Comparativos 1 a 3 se produjeron un polímero de poliéster, fibras discontinuas de material compuesto poliéster y una tela no tejida de la misma manera que en el Ejemplo 1 excepto que los compuestos mostrados en la Tabla 1 se usaron como un compuesto de titanio y un compuesto de fósforo para el catalizador, en cantidades respectivamente mostradas en la Tabla 1. La Tabla 1 muestra los resultados de las pruebas.

Ejemplo 6

Una tela no tejida se produjo de la misma manera que en el Ejemplo 1, excepto que la mezcla de las fibras discontinuas de material compuesto de tipo núcleo en envoltura y la pulpa de madera batida se introdujo en una máquina cardadora de cilindro durante la producción de una tela no tejida para formar una hoja que tenía un peso base de 100 g/m². La hoja se introdujo en una máquina punzadora de manera que las fibras se entrecruzasen para proporcionar una tela no tejida por método seco. La Tabla 1 muestra los resultados de las pruebas.

30 Ejemplo 7

Las fibras discontinuas poliéster de tipo material compuesto de núcleo en envoltura (una relación en peso de núcleo a envoltura de 50/50, un espesor de 2,2 dtex, una longitud de fibra de 5 mm) preparadas de la misma manera que en el Ejemplo 1 se mezclaron con pulpa de madera batida en una relación de mezcla en peso de 60/40. La mezcla se introdujo en una máquina de chorro de aire para formar una hoja que tenía un peso base de 50 g/m². La hoja se trató térmicamente a 180°C durante 10 minutos con un secador de paso de aire. La Tabla 1 muestra los resultados de las pruebas de la tela no tejida por chorro de aire.

Ejemplo Comparativo 4

Una mezcla de 100 partes en peso de tereftalato de dimetilo y 70 partes en peso de etilenglicol se colocó en un recipiente de acero inoxidable en el que se pudo realizar una reacción bajo presión, y además 0,064 partes en peso de acetato cálcico monohidrato se mezclaron en la mezcla. La mezcla de reacción se sometió a una reacción de transesterificación bajo una presión de 0,07 MPa mientras se calentaba a temperatura de 140 a 240°C, y la reacción fue finalizada añadiendo 0,044 partes en peso de una disolución acuosa que contenía 56% en peso de ácido fosfórico en el sistema de reacción.

Los productos de reacción así obtenidos se transfirieron a un recipiente de policondensación, y se añadió Sb₂O₃ en una cantidad mostrada en la Tabla 1 seguido por calentamiento de los contenidos a 290°C. Se realizó una reacción de policondensación a un alto vacío de hasta 26,67 Pa para proporcionar un polímero de poliéster. A partir del polímero de poliéster así obtenido se produjeron fibras y una tela no tejida de la misma manera que en el Ejemplo 1. La Tabla 1 muestra los resultados de las pruebas.

Tabla 1

	Catalizador						
	Compuesto de titanio		Compuesto de fósforo		Compuesto de Sb (Sb ₂ O ₃)	P/Ti M _p /M _{Ti}	M _{Ti} /M _p
	Tipo	Contenido	Tipo	Contenido			
		(% mmoles)		(% mmoles)	(% mmoles)		(% mmoles)
Ej. 1	TBT	5	TEPA	30	-	6	35
Ej. 2	TMT	5	TEPA	30	-	6	35
Ej. 3	TMT	5	PEE	30	-	6	35
Ej. 4	TMT	3	TEPA	15	-	5	18
Ej. 5	TMT	7	TEPA	50	-	7	57
Ej. 6	TBT	5	TEPA	30	-	6	35
Ej. 7	TBT	5	TEPA	30	-	6	35
Ej. C. 1	TMT	5	TEPA	90	-	18	95
Ej. C. 2	TMT	9	TEPA	100	-	11,1	109
Ej. C. 3	TMT	2	TEPA	7	-	3,5	9
Ej. C. 4	-	-	-	-	31	-	-

Nota:

TBT: tetra-n-butoxititanio

TMT: trimetilato de titanio

5 TEPA: fosfonoacetato de trietilo

PEE: carboetoximetanofosfonato de dietilo

Tabla 1 (Continuación)

	Polímero de poliéster			Propiedades físicas de la tela no tejida			
	Viscosidad intrínseca	Tono de color		Método de producción	Longitud de rotura (km)	Alargamiento (%)	Variación
		Valor L*	Valor b*				
Ej. 1	0,620	79,0	3,0	Chorro de aire	0,15	4,6	0,07
Ej. 2	0,620	80,0	2,8	Chorro de aire	0,16	4,8	0,09
Ej. 3	0,620	78,0	3,0	Chorro de aire	0,18	4,9	0,09
Ej. 4	0,600	80,0	2,3	Chorro de aire	0,16	4,7	0,07
Ej. 5	0,600	80,0	3,3	Chorro de aire	0,15	5,9	0,09
Ej. 6	0,620	79,0	3,0	Tipo seco	0,11	18	0,06
Ej. 7	0,620	79,0	3,0	Chorro de aire	0,19	1,9	0,09
Ej. C. 1	0,520	83,0	0,0	Chorro de aire	0,14	4,9	0,3
Ej. C. 2	0,600	78,0	3,0	Chorro de aire	0,16	3,4	0,3
Ej. C. 3	0,600	80,0	2,0	Chorro de aire	0,14	2,3	0,2
Ej. C. 4	0,620	78,0	3,0	Chorro de aire	0,12	2,1	0,3

Ejemplo 8

Preparación de Compuesto de Titanio

10 Etilenglicol en una cantidad de 919 g y 10 g de ácido acético se colocaron en un matraz de 2 litros con tres bocas que tenía una función de mezcla y agitación, se agitaron y mezclaron. Tetrabutóxido de titanio en una cantidad de 71 g se añadió lentamente a la mezcla para dar una disolución de etilenglicol (transparente) que contenía un compuesto

de titanio. La disolución se llamará “disolución TB” en adelante. La concentración atómica de titanio de la disolución fue 1,02% en moles.

Preparación de Compuesto de Fósforo

5 Etilenglicol en una cantidad de 656 g se colocó en un matraz de 2 litros con tres bocas que tenía una función de mezcla y agitación, y se calentó a 100°C con agitación. Cuando la temperatura del etilenglicol alcanzó 100°C, se mezclaron con el mismo 34,5 g de fosfato de monolaurilo y se disolvieron en ello mientras se calentaba y agitaba, para proporcionar una disolución transparente. La disolución se llamará “disolución P1” en adelante.

Preparación de Catalizador

10 La disolución TB en una cantidad de 310 g se mezcló lentamente en la disolución P1 en una cantidad de aproximadamente 690 g mantenida a una temperatura de 100°C mientras se agitaba la disolución P1. Tras añadir completamente la disolución TB, la disolución de la mezcla de reacción se agitó a una temperatura de 100°C durante 1 hora para completar la reacción entre el compuesto de titanio y el compuesto de fósforo. La relación de mezcla de la disolución TB y la disolución P1 se ajustó para que la relación molar de átomos de fósforo a átomos de titanio llegara a ser 2,0/1. Como los productos de reacción así obtenidos eran insolubles en etilenglicol, la disolución de la
15 mezcla de reacción apareció en un estado turbio, y los productos de reacción se suspendieron como precipitados finos. La disolución se llamará “catalizador TP1-2,0” en adelante.

Con el fin de analizar la composición del catalizador TP1-2,0 así obtenido, una parte del catalizador se filtró a través de un filtro de malla de 5 µm, y los productos de reacción precipitados se recogieron como una fracción sólida, seguido por lavado y secado de la fracción sólida. Como resultado de analizar por análisis de XMA la concentración elemental de los productos de reacción precipitados así obtenidos, se descubrió que los productos de reacción
20 contenían 12,0% en peso de titanio y 16,4% en peso de fósforo. La relación molar de los átomos de fósforo a los átomos de titanio fue 2,1/1. Además, cuando los productos de reacción se sometieron a análisis por RMN de sólidos se obtuvieron los resultados siguientes.

25 Se observó desaparición de los picos de los desplazamientos químicos a 14, 20 y 36 ppm derivados del butóxido de tetrabutóxido de titanio por el método de medida de CP/MAS C-13 (frecuencia de 75,5 Hz). Además, un nuevo pico de desplazamiento químico a 22 ppm que no había existido en fosfato de monolaurilo se confirmó por DD/MAS P-31 (frecuencia de 121,5 Hz). De los resultados se confirmó claramente que los precipitados así obtenidos en el presente ejemplo están constituidos por un compuesto producido por la reacción entre el compuesto de titanio y el compuesto de fósforo.

30 Una suspensión de mezcla de reacción preparada mezclando 179 partes en peso de ácido tereftálico muy puro y 95 partes en peso de etilenglicol se suministró a una velocidad constante a un recipiente de reacción donde 225 partes en peso de un oligómero (oligómero de diéster de tereftalato y etilenglicol) permanecían en una atmósfera de nitrógeno mantenida a la presión atmosférica ambiente mientras se agitaban los contenidos as 255°C. La reacción de esterificación se realizó durante 4 horas, mientras que el agua y etilenglicol producidos por la reacción se separaban por destilación del sistema de reacción, para completar la reacción. El grado de esterificación fue
35 entonces 98% o más, y el grado de polimerización del oligómero producido fue de aproximadamente 5 a 7.

El oligómero en una cantidad de 225 partes obtenido por la reacción de esterificación se transfirió a un recipiente de policondensación, y 3,34 partes del catalizador TP1-2,0 preparado anteriormente se cargó en ello. Posteriormente la temperatura de reacción se alcanzó gradualmente de 255°C a 280°C, y la presión de reacción se redujo gradualmente desde la presión atmosférica a 60 Pa para llevar a cabo la reacción de policondensación. El agua y etilenglicol generados por la reacción se separaron del sistema de reacción.

El desarrollo de la reacción de policondensación se confirmó mientras la carga aplicada a las palas de agitación del sistema de reacción se monitorizaba, y la reacción se terminó en el momento en que el grado de polimerización alcanzó el nivel objetivo. Después de ello los productos de reacción dentro del sistema fueron extrudidos continuamente en forma de una hebra a través de la parte de descarga del recipiente de la reacción. El polímero extrudido se enfrió y cortó para dar glóbulos de partículas que tienen un tamaño de partícula de aproximadamente 3 mm. La Tabla 1 muestra la calidad del polímero de poli(tereftalato de etileno) (punto de fusión de 258°C) así obtenido. Además, usando el mismo catalizador se produjo un copolímero que tiene una viscosidad intrínseca de 0,36 y una temperatura de reblandecimiento de 70°C a partir de un componente ácido preparado mezclando ácido tereftálico y ácido isoftálico en una relación molar de 60/40 y un componente diólico preparado mezclando etilenglicol y 1,6-hexanodiol en una relación molar de 85/15; se produjeron glóbulos del copolímero. Se produjeron
45 fibras discontinuas poliéster de tipo material compuesto de núcleo en envoltura (con una relación en peso de núcleo a envoltura de 50/50, un espesor de 2,2 dtex, y una longitud de fibra de 5 mm) a partir de ambos tipos de glóbulos de polímero usando un aparato de hilado de masa fundida para producir filamentos de material compuesto de tipo núcleo concéntrico en envoltura, un aparato de estirado y un aparato de corte. Las partes de envoltura de las fibras de material compuesto se formaron a partir del copolímero mencionado anteriormente. Las fibras discontinuas poliéster de tipo material compuesto de núcleo en envoltura y pulpa de madera batida se mezclaron en una proporción en peso de 60/40. La mezcla de fibras resultante se introdujo en una máquina de chorro de aire para
55

formar una hoja que tiene un peso base de 50 g/m². La hoja se trató térmicamente a 180°C durante 10 minutos con un secador de paso de aire. La Tabla 2 muestra las propiedades físicas de la tela no tejida así obtenida.

Ejemplo 9

5 Se produjo una tela no tejida de la misma manera que en el Ejemplo 1, excepto que se usó fosfato de monobutilo en lugar de fosfato de monolaurilo, durante la preparación del catalizador, y la cantidad de adición y las condiciones de reacción se cambiaron como se describe más adelante.

10 Se disolvió una cantidad de 28,3 g de fosfato de monobutilo en 537 g de etilenglicol calentando. La disolución se llamará "disolución P2" en adelante. La disolución TB en una cantidad de 435 g se mezcló con la disolución P2 para preparar un producto de reacción. La relación de mezcla de la disolución TB y la disolución P2 fue 2,0:1 en términos de una relación molar de átomos de fósforo a átomos de titanio. El catalizador así obtenido se llamará "catalizador TP2-2,0" en adelante. La temperatura de calentamiento en la reacción anterior fue 70°C, y el tiempo de reacción fue 1 hora.

15 Con el fin de analizar los precipitados de reacción así obtenidos, una parte de la disolución de la reacción se filtró a través de un filtro de malla de 5 µm, y los productos de reacción precipitados se recogieron como una fracción sólida, seguido por lavado con agua y secado de la fracción sólida. Como resultado de analizar la concentración elemental de los productos de reacción precipitados así obtenidos, se descubrió que los productos de reacción contenían 17,0% en peso de titanio y 21,2% en peso de fósforo. La relación molar de átomos de fósforo a átomos de titanio fue 1,9/1. La Tabla 2 muestra los resultados de las pruebas.

Ejemplo 10

20 Se produjo una tela no tejida de la misma manera que en el Ejemplo 1, excepto que una cantidad de preparación de la disolución TP1 y una cantidad de adición de la disolución TB se cambiaron como se describe más adelante.

25 Se disolvió una cantidad de 31,3 g de fosfato de monolaurilo en 594 g de etilenglicol calentando. La disolución se llamará "disolución P3" en adelante. Una cantidad de 375 g de la disolución TB se mezcló en la disolución P3 para permitir que se realice una reacción y proporcionar un producto de reacción. La relación de mezcla de la disolución TB a la disolución P3 fue 1,5:1 en términos de una relación molar de átomos de fósforo a átomos de titanio. El catalizador así obtenido se llamará "catalizador TP3-1,5" en adelante. La Tabla 2 muestra los resultados de las pruebas.

Ejemplo 11

30 Se produjo una tela no tejida de la misma manera que en el Ejemplo 2, excepto que una cantidad de preparación de la disolución TP2 y la cantidad de la disolución TB añadida a la disolución TP2 se cambiaron como se describe más adelante.

35 Se disolvió una cantidad de 33,0 g de fosfato de monobutilo en 627 g de etilenglicol calentando. La disolución se llamará "disolución P4" en adelante. Una cantidad de 340 g de la disolución TB se colocó en la disolución P4 para permitir que se realice una reacción y proporcionar un producto de reacción. La relación de mezcla de la disolución TB a la disolución P4 fue 3,0:1 en términos de una relación molar de átomos de fósforo a átomos de titanio. El catalizador así obtenido se llamará "catalizador TP4-3,0" en adelante. La Tabla 2 muestra los resultados de las pruebas.

Ejemplo Comparativo 5

40 Se produjo una tela no tejida de la misma manera que en el Ejemplo 1, excepto que como catalizador de policondensación se usó una disolución de etilenglicol que contenía 1,3% de trióxido de antimonio en una cantidad de 4,83 partes en peso, y 0,121 partes en peso de una disolución de etilenglicol que contenía 25% de fosfato de dimetilo se cargaron como agente estabilizante en el sistema de reacción. La tabla 2 muestra los resultados de las pruebas.

Ejemplo Comparativo 6

45 Una tela no tejida se produjo de la misma manera que en el Ejemplo 1, excepto que solamente la misma disolución TB que la preparada en el Ejemplo 1 se usó como catalizador de policondensación en una cantidad de 1,03 partes en peso, y el tiempo de reacción de policondensación se cambió a 95 minutos. La Tabla 2 muestra los resultados de las pruebas.

Ejemplo Comparativo 7

50 Se produjo una tela no tejida de la misma manera que en el Ejemplo 1, excepto que una mezcla de la disolución TB con la disolución P1 se usó como catalizador de policondensación sin reaccionar las dos disoluciones una con otra, y 1,03 partes de la disolución TB y 2,30 partes de la disolución P1 se cargaron separadamente en el sistema de reacción de policondensación durante la producción del poliéster. La Tabla 2 muestra los resultados de las pruebas.

Ejemplo Comparativo 8

5 Se produjo una tela no tejida de la misma manera que en el Ejemplo 2, excepto que una mezcla de la disolución TB con la disolución P2 se usó como catalizador de policondensación sin reaccionar las dos disoluciones una con otra, y 1,03 partes en peso de la disolución TB y 2,3 partes en peso de la disolución P2 se cargaron separadamente en el sistema de reacción de policondensación durante la producción del poliéster. La Tabla 2 muestra los resultados de las pruebas.

Tala 2

	Catalizador			Polímero de poliéster		Tela no tejida				
	Tipo de catalizador	Contenido de catalizador	Relación P/Ti ¹	Viscosidad intrínseca	Tono de color		Método de producción	Longitud de rotura (deformación)	Flexibilidad de rigidez (deformación)	Variación de calidad
		TiP ²			L*	b*		(Km)	(cm)	
Ej. 8	TPI-2,0	52/64	2,0	0,64	81	2,0	A-L ³	0,12	4,6	0,06
Ej. 9	TP2-2,0	48/60	2,0	0,64	81	2,2	A-L ³	0,13	5,6	0,03
Ej. 10	TP3-1,5	32/38	1,5	0,64	81	3,0	Húmedo ⁴	0,16	2,1	0,05
Ej.11	TP4-3,0	152/260	3,0	0,64	81	2,4	Húmedo ⁴	0,19	1,9	0,05
Ej. C. 5	Sb ₂ O ₃	250(Sb)	-	0,64	75	2,5	A-L ³	0,11	2,4	0,3
Ej. C. 6	Disolución TB	52/-	-	0,64	81	8,0	A-L ³	0,12	2,1	0,2
Ej. C. 7	Disolución TB+P1	52/56	-	0,64	81	7,6	A-L ³	0,14	2,5	0,13
Ej. C. 8	Disolución TB+P2	52/56	-	0,64	81	7,9	Húmedo ⁴	0,13	1,9	0,13

Nota: 1: relación P/Ti = una relación molar de átomos de P a átomos de Ti

2: Ti/P = Ti (ppm)/P (ppm)

3: A-L: Método por chorro de aire

4: húmedo = Método húmedo

L* = valor L*

b* = valor b*

Aplicabilidad Industrial

10 La tela no tejida de la presente invención tiene un buen tono de color (valor L*, valor b*), calidad uniforme y estabilizada y, en particular, tiene utilidad práctica considerable en aplicaciones para ser puesta en contacto con alimentos, por ejemplo, materiales de envasado de alimentos, materiales de filtración para alimentos, láminas para alimentos eliminadoras de la aspereza de alimentos, láminas para filtración de aceites, láminas para paños de cocina, láminas para materiales de base de ósmosis inversa, materiales sanitarios, materiales de filtración para bebidas, etc.

REIVINDICACIONES

1. Una tela no tejida que comprende fibras discontinuas de material compuesto termoadhesivas que comprenden un polímero adhesivo termofusible y un polímero de poli(tereftalato de etileno),

donde:

5 el polímero adhesivo termofusible forma una parte de la periferia de cada fibra discontinua de material compuesto que se extiende a lo largo de la dirección longitudinal de la fibra discontinua de material compuesto, y el polímero de poli(tereftalato de etileno) forma la parte restante de cada fibra discontinua de material compuesto;

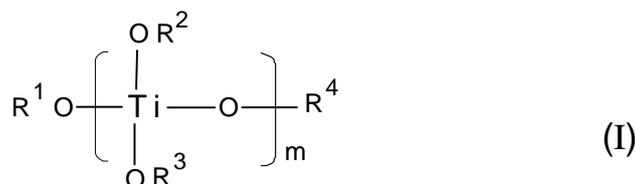
10 el polímero de poli(tereftalato de etileno) es uno producido policondensando un éster de ácido tereftálico con etilenglicol en presencia de un catalizador;

el catalizador comprende al menos un miembro seleccionado de las mezclas (1) y productos de reacción (2) como se especifica más adelante;

la mezcla (1) para el catalizador comprende:

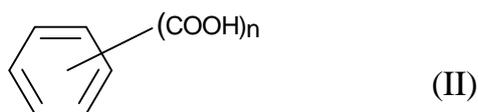
15 (A) componente de compuestos de titanio que comprende al menos un miembro seleccionado del grupo que consiste en:

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



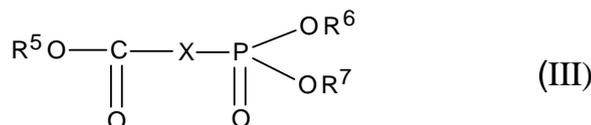
20 fórmula (I) en la que R¹, R², R³ y R⁴ representan respectivamente, e independientemente uno de otro, un miembro seleccionado de grupos alquilo que tienen 1 a 20 átomos de carbono y un grupo fenilo, m representa un número entero de 1 a 4, y cuando m representa un número entero 2, 3 ó 4, los 2, 3 ó 4 R²s y R³s pueden ser respectivamente iguales o diferentes uno de otro, y

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



25 fórmula (II) en la que n representa un número entero de 2 a 4, o anhídridos de los ácidos de la fórmula (II), y

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



30 fórmula (III) en la que R⁵, R⁶ y R⁷ respectivamente e independientemente uno de otro representan un grupo alquilo que tiene 1 a 4 átomos de carbono, y X representa un miembro seleccionado de un grupo -CH₂- y un grupo -CH(Y)- (donde Y representa un grupo fenilo),

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

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

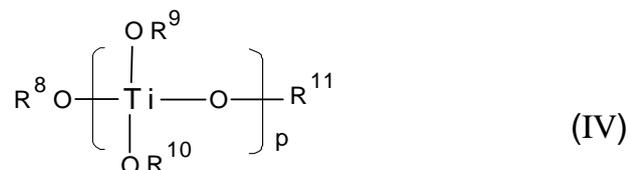
y

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

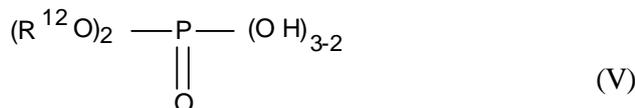
5 donde M_{Ti} representa una relación en % de un valor en milimoles de elemento de titanio contenido en el componente (A) de compuestos de titanio a un valor en moles del éster dicarboxilato aromático, y M_p representa una relación en % de un valor en milimoles de elemento fósforo contenido en el componente (B) de compuestos de fósforo al valor en moles del éster dicarboxilato aromático; y

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

10 productos de reacción (2) en los que el componente (C) comprende al menos un miembro seleccionado del grupo consistente en (c) alcóxidos de titanio representados por la fórmula general (IV):



15 fórmula (IV) en la que R^8 , R^9 , R^{10} y R^{11} respectivamente e independientemente uno de otro representan un grupo alquilo que tiene 1 a 20 átomos de carbono, p representa un número entero de 1 a 3, y cuando p representa un número entero 2 ó 3, 2 ó 3 R^9 s y R^{10} s respectivamente pueden ser iguales o diferentes uno de otro, 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 anhídrido de los ácidos, y el componente (D) comprende al menos un compuesto de fósforo representado por la fórmula general (V):



20 fórmula (V) en la que R^{12} representa un grupo alquilo que tiene 1 a 20 átomos de carbono o un grupo arilo que tiene 6 a 20 átomos de carbono, y q representa un número entero 1 ó 2, en el producto de reacción (2) para el catalizador, una relación de cantidad de reacción del componente (D) al componente C está preferiblemente en el intervalo de, en términos de la relación (P/Ti) de la cantidad molar de átomos de fósforo contenida en el componente (D) a la cantidad molar de átomos de titanio contenida en el componente (C), de 1:1 a 3:1 y la tela no tejida tiene un peso base de 10 a 500 g/m².

25 2. La tela no tejida de fibras discontinuas de material compuesto poliéster como se reivindica en la reivindicación 1 donde, en cada componente (A) de la mezcla (1) y componente (C) de los productos de reacción (2) para el catalizador, una relación molar de reacción de cada uno de los alcóxidos de titanio (a) y (c) al ácido policarboxílico aromático de la fórmula general (II) o sus anhídridos está en el intervalo de 2:1 a 2:5.

30 3. La tela no tejida de fibras discontinuas de material compuesto poliéster como se reivindica en la reivindicación 1, donde el compuesto de fósforo de la fórmula general (V) para el producto de reacción (2) se selecciona de fosfatos de monoalquilo.

4. La tela no tejida de fibras discontinuas de material compuesto poliéster como se reivindica en la reivindicación 1, donde el éster de ácido tereftálico con etilenglicol es uno producido por una reacción de transesterificación de un éster dialquílico de ácido tereftálico con un etilenglicol.

35 5. La tela no tejida de fibras discontinuas de material compuesto poliéster como se reivindica en la reivindicación 1, donde el polímero de poliéster tiene un valor de L^* de 77 a 85 y un valor de b^* de 2 a 5, determinados de acuerdo con la especificación cromática $L^*a^*b^*$ de la norma JIS Z 8729.

6. La tela no tejida de fibras discontinuas de material compuesto poliéster como se reivindica en la reivindicación 1, donde las fibras discontinuas de material compuesto tienen una estructura de tipo yuxtapuesta.

40 7. La tela no tejida de fibras discontinuas de material compuesto poliéster como se reivindica en la reivindicación 1, donde las fibras discontinuas de material compuesto tienen una estructura de tipo núcleo concéntrico o excéntrico en envoltura, las partes de núcleo concéntrico o excéntrico de las fibras discontinuas de material compuesto comprenden el polímero termoplástico fibrógeno, y las partes de envoltura concéntricas o excéntricas de las fibras discontinuas de material compuesto comprenden el polímero adhesivo termofusible.

8. La tela no tejida de fibras discontinuas de material compuesto poliéster como se reivindica en la reivindicación 1, donde la relación en peso del polímero adhesivo termofusible al polímero termoplástico fibrógeno está en el intervalo de 30:70 a 70:30.
- 5 9. La tela no tejida de fibras discontinuas de material compuesto poliéster como se reivindica en la reivindicación 1, donde el polímero adhesivo termofusible se selecciona de elastómeros de poliuretano, elastómeros de poliéster, homopolímeros y copolímeros de poliéster no elásticos, homopolímeros y copolímeros poliolefinicos, y polímeros de poli(alcohol vinílico).
- 10 10. La tela no tejida de fibras discontinuas de material compuesto poliéster como se reivindica en la reivindicación 1, donde las fibras discontinuas de material compuesto poliéster tienen un espesor de fibra individual de 0,01 a 10 dtex y una longitud de fibra de 5 a 100 nm.
11. La tela no tejida de fibras discontinuas de material compuesto poliéster como se reivindica en la reivindicación 1, donde la tela no tejida es una producida a partir de fibras discontinuas de material compuesto poliéster por un método de carda, un método formador de papel o un método por chorro de aire y después se trata térmicamente.
- 15 12. La tela no tejida de fibras discontinuas de material compuesto poliéster como se reivindica en la reivindicación 11, donde la tela no tejida se somete a un procedimiento de entrecruzamiento de fibras antes del tratamiento térmico.
13. La tela no tejida de fibras discontinuas de material compuesto poliéster como se reivindica en la reivindicación 1, donde las fibras discontinuas de material compuesto poliéster están contenidas en la tela no tejida con un contenido de 25 a 100% en peso sobre la base de la tela no tejida.
- 20 14. La tela no tejida de fibras discontinuas de material compuesto poliéster como se reivindica en la reivindicación 1, donde la tela no tejida de fibras discontinuas de material compuesto poliéster se utiliza con un uso en el que la tela no tejida se pone en contacto con alimentos.