



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 367 040**

51 Int. Cl.:

D01F 6/76 (2006.01)

D01D 5/088 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **06723415 .3**

96 Fecha de presentación : **14.03.2006**

97 Número de publicación de la solicitud: **1863958**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **12.12.2007**

54 Título: **Procedimiento para producir hilos de filamentos de sulfuro de polietileno.**

30 Prioridad: **18.03.2005 EP 05005914**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
27.10.2011

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
27.10.2011

73 Titular/es: **DIOLIN INDUSTRIAL FIBERS GmbH**
Industriecenter Obernburg
63784 Obernburg, DE

72 Inventor/es: **Krins, Bastian;**
Feijen, Henricus, Hubertus, Wilhelminus;
Heuzeveldt, Peter;
Vieth, Christian y
Elbert, Rudolf

74 Agente: **De Elzaburu Márquez, Alberto**

ES 2 367 040 T3

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

DESCRIPCIÓN

Procedimientos para producir hilos de filamentos de sulfuro de polietileno

La presente invención se refiere a un proceso para producir un hilo multifilamento de sulfuro de polifenileno, un hilo multifilamento de sulfuro de polifenileno y el uso de un hilo multifilamento de sulfuro de polifenileno.

- 5 El término "filamento" como se usa en la presente memoria, significa fibras de longitud prácticamente infinita. Los hilos que consisten de un número de filamentos se denominan por lo tanto hilos de filamento.

- 10 Los filamentos de sulfuro de polifenileno están disponibles como hilos de monofilamento, hilos multifilamento o fibras discontinuas. Los filamentos de sulfuro de polifenileno son producidos por un proceso de hilado por fusión. Estos pueden usarse a temperaturas de hasta 190°C sin mostrar un daño o deterioro significativos. Los filamentos de PPS son resistentes a las llamas, auto-extinguibles y se funden a temperaturas de aproximadamente 285°C.

El procedimiento de acuerdo con la invención comprende las etapas en las que una masa fundida de sulfuro de polifenileno es cargada en un dispositivo de hilado, la masa fundida es extruida a través de una hilera con una pluralidad de orificios de la hilera para formar un haz de filamentos con una pluralidad de filamentos, el enfriamiento del haz de filamentos en una zona de enfriamiento y el enrollado de los filamentos después de su solidificación.

- 15 El comportamiento de enfriamiento del sulfuro de polifenileno es ciertamente complicado y depende de una serie de parámetros. El proceso de enfriamiento también da lugar a diferencias en el comportamiento de cristalización de los filamentos. El enfriamiento, por lo tanto, determina la cristalización de los polímeros en el filamento en gran medida, lo cual es notable en el uso posterior de los filamentos, por ejemplo en la extrusión.

- 20 El documento EE.UU. 5.372.760 se refiere a un procedimiento para la producción de una fibra en base a sulfuro de poliarileno y un hilo multifilamento en base a sulfuro de poliarileno. Preferiblemente, el sulfuro de poliarileno utilizado es un sulfuro de polifenileno. Después de la extrusión del chorro de hilado los filamentos son sometidos a enfriamiento forzado en la columna de hilado por inactivación con un gas de soplado.

- 25 El documento DE 40 06 397 se refiere a un proceso para la producción de mono- y multifilamentos así como también de fibras hechas de sulfuro de polifenileno. El proceso es un proceso de hilado por fusión. Por debajo de la hilera se sopla aire o gas inerte con una temperatura en el intervalo de 50°C y 150°C contra los filamentos seguido por varias etapas de extrusión a una relación de extrusión total de 3,7 a 11,2: El proceso puede producir un hilo multifilamento con una tenacidad de 76 cN/tex y un alargamiento a la rotura de 16%.

- 30 La Solicitud de Patente Japonesa Núm. 3-168750 describe un método para la fabricación de fibras de sulfuro de polifenileno en un proceso de hilado por fusión. El sulfuro de polifenileno es fundido e hilado a través de una hilera con lo cual el hilo hilado se enfría mediante el soplado de una corriente de aire de enfriamiento con una temperatura de al menos 45°C sobre el mismo. El hilo es entonces extruido en caliente mediante el pasaje por una zona de calentamiento.

- 35 La Solicitud de Patente Japonesa Núm. 9-78693 describe fibras de sulfuro de polifenileno para aislamiento eléctrico, un método de fabricación de las mismas, y un material de aislamiento eléctrico. La tenacidad de las fibras hiladas por fusión y extrusión se encuentra en 44 cN/tex, el alargamiento a la rotura se encuentra en aproximadamente 20%. El sulfuro de polifenileno se hilado mediante una hilera, el hilo hilado pasa a través de una atmósfera de alta temperatura rodeado por un tubo de calentamiento de 5 cm a 30 cm de longitud a una temperatura en el intervalo de 280°C y 350°C, después de lo cual se solidifica mediante enfriamiento uniforme por aire a 100°C o menos, preferiblemente 20-80°C. Este hilo no extruido es cargado en forma continua en un proceso de extrusión por calor y normalmente es extruido en una pluralidad de etapas de dos etapas o más, sin ser enrollado. La relación de extrusión debe ser 3,0-5,5.

- 40 La Solicitud de Patente Japonesa 2-219475 describe fibras de sulfuro de polifenileno y el método de fabricación de las mismas. Las fibras de sulfuro de polifenileno consisten en un filamento continuo que tiene una tenacidad de al menos 44 cN/tex y un alargamiento a la rotura de al menos 20%. Para el proceso, pellets de polímero de fibra de sulfuro de polifenileno se funden a una temperatura de 310 a 340°C y pasan sucesivamente a través de un filtro y orificios de hilera de 0,1 - 0,5 mm de diámetro para formar una hebra de hilo hilado, la cual posteriormente pasa a través de una atmósfera de alta temperatura rodeada por un tubo de aislamiento térmico o un tubo de calentamiento dispuesto a una distancia de 5 - 30 cm inmediatamente por debajo de la hilera en la cual los orificios de la hilera se forman y controlan a una temperatura ambiente de 150 - 350°C, y posteriormente se enfría mediante un flujo de aire tibio o un flujo de aire frío a 100°C o menos.

- 45 Es un objeto de la presente invención proporcionar otro proceso para la producción de hilos multifilamento de polisulfuro de polifenileno en el que el enfriamiento es mejorado adicionalmente para producir un hilo multifilamento de sulfuro de polifenileno con propiedades deseadas en relación con la tenacidad a la rotura y el alargamiento a la rotura. Es otro objeto de la invención proporcionar un hilo multifilamento de sulfuro de polifenileno con propiedades deseadas en relación con la tenacidad a la rotura y el alargamiento a la rotura.
- 55

Este objeto se logra mediante un proceso para producir un hilo multifilamento de sulfuro de polifenileno que comprende las etapas en las que una masa fundida de sulfuro de polifenileno es cargada a un dispositivo de hilado, la masa fundida se extruye a través de una hilera con una pluralidad de orificios de la hilera para formar un haz de filamentos con una pluralidad de filamentos, el enfriamiento del haz de filamentos en una zona de enfriamiento y el enrollamiento de los filamentos después de la solidificación, caracterizado porque sólo después de un período de tiempo de entre 0,1 segundos y 0,3 segundos después de salir de la hilera los filamentos del hilo hilado son sometidos a una etapa de enfriamiento activo. En una realización preferida del proceso la temperatura de los filamentos después de salir de la hilera y antes del enfriamiento activo es de al menos $T_{spin} - 150^{\circ}\text{C}$ preferiblemente al menos $T_{spin} - 50^{\circ}\text{C}$. La temperatura máxima de los filamentos es T_{spin} . T_{spin} significa la temperatura de hilado en $^{\circ}\text{C}$ de la masa fundida de sulfuro de polifenileno. Después de salir de la hilera el hilo hilado de este modo no es sometido a una etapa de enfriamiento activo durante 0,1 segundos a 0,3 segundos.

La viscosidad de los chips de polímero de sulfuro de polifenileno utilizados como materia prima para el proceso de acuerdo con la invención se encuentra entre 150 y 300 Pas medida de acuerdo con la norma ISO/FDIS 11443 (12/2004) a una temperatura de 310°C y una velocidad de corte de 1200 s^{-1} .

El polímero utilizado en el proceso de acuerdo con la invención tiene esencialmente una estructura lineal, es decir, el nivel de monómeros trifuncionales utilizado es inferior al 0,1%. El polímero es, por supuesto, un polímero no reticulado ya que de otra manera no podría ser utilizado en un proceso de hilado por fusión. El polímero consiste en al menos 90% en peso de sulfuro de polifenileno lineal no reticulado.

En el proceso de acuerdo con la invención, la longitud de esta etapa en la que el hilo no es sometido a enfriamiento activo es determinada por la velocidad del hilo y el tiempo en que no es sometido a enfriamiento activo. La velocidad del hilo se calcula como la velocidad de enrollado del primer carretel en el proceso. La velocidad de enrollado del primer carretel, es decir, la velocidad con que se extruye el hilo de la hilera, se encuentra preferiblemente en el intervalo de 200 m/min a 1000 m/min. Así, por ejemplo, con una velocidad de enrollado del primer carretel de 300 m/min y un período de tiempo antes del enfriamiento activo de aproximadamente 0,15 segundos, la longitud de la etapa en la que el hilo hilado no se somete a enfriamiento activo es de aproximadamente 75 cm.

En una realización preferida del proceso de la invención, la extrusión del hilo se realiza a una velocidad en el intervalo de 250 m/min a 500 m/min.

No hay, en principio, ninguna restricción en el número de hebras o filamentos individuales que comprende un hilo multifilamento. Un multifilamento comprende por lo general entre 10 y 500 filamentos, y con frecuencia entre 50 y 300 filamentos. Los multifilamentos se suelen recoger en el curso del proceso en los llamados haces de filamentos y se enrollan de esta forma. La densidad lineal de los filamentos que comprenden los hilos continuos, es decir, la densidad lineal del filamento, también puede variar dentro de límites amplios. No obstante, en general, se utilizan densidades lineales del filamento en el intervalo de aproximadamente 1 a aproximadamente 30 dtex, y preferiblemente entre 5 y 30 dtex, más preferiblemente entre 5 y 20 dtex, y con la mayor preferencia entre 5 y 10 dtex. La densidad lineal del filamento se refiere al hilo final que podría haber sido sometido a extrusión.

Entre la hilera y el comienzo de la zona de enfriamiento activo el primer haz de filamentos puede pasarse a través de un tubo perforado o poroso por un período de tiempo de entre 0,1 segundos y 0,3 segundos. Mientras pasa a través de un tubo perforado o poroso la temperatura del hilo es de al menos $T_{spin} - 150^{\circ}\text{C}$ preferiblemente al menos $T_{spin} - 50^{\circ}\text{C}$. Estos tubos perforados o porosos son también conocidos por los expertos en la materia con el nombre de tubos de auto-succión. Los mismos hacen posible arrastrar el medio gaseoso a través del haz de filamentos de manera tal que la mezcla puede ser en su mayoría evitada. El haz de filamentos también puede ser conducido entre paneles perforados o porosos. El haz de filamentos es conducido a través o entre tubos o paneles perforados o porosos de manera que un medio gaseoso llega a los filamentos por auto-succión. El haz de filamentos arrastra de este modo el medio de enfriamiento gaseoso en su proximidad, como el aire ambiente, de modo que el medio gaseoso fluye mayormente paralelo a la dirección en la que el haz de filamentos se está moviendo.

En otra realización preferida existe entre la hilera y el comienzo de la primera zona de enfriamiento activo un denominado tubo calentado con una temperatura de entre $T_{spin} - 50^{\circ}\text{C}$ y $T_{spin} + 10^{\circ}\text{C}$. Como se describió, el hilo corre a través de ese tubo calentado por un período de tiempo de entre 0,1 segundos y 0,3 segundos. Dependiendo del tipo de filamento, la longitud de este elemento, que es conocida por los expertos en la materia, está determinada por la velocidad de alimentación del hilo a través del mismo. Sin embargo, la longitud de este elemento es de al menos 40 cm.

En una realización más preferida del proceso de acuerdo con la invención, hay entre la hilera y el comienzo de la primera zona de enfriamiento activo un tubo calentado con una temperatura en el intervalo de $T_{spin} - 50^{\circ}\text{C}$ y $T_{spin} + 10^{\circ}\text{C}$ y posteriormente un tubo perforado o poroso o paneles perforados o porosos. El hilo corre a través de la combinación de un tubo calentado y un tubo o panel perforado o poroso durante un período de tiempo de entre 0,1 segundos y 0,3 segundos.

En una realización de la zona de enfriamiento activo del proceso de acuerdo con la invención un medio de enfriamiento gaseoso es soplado en el haz de filamentos. El flujo de medio de enfriamiento gaseoso se dirige de

manera tal que llega a los filamentos desde un lado o en forma circunferencial. El haz de filamentos es de este modo soplado con un medio de enfriamiento gaseoso en la zona de enfriamiento de manera tal que el medio de enfriamiento gaseoso circula a través del haz de filamentos en forma transversal. El medio de enfriamiento gaseoso también puede ser soplado en la parte superior de la zona de enfriamiento de modo que hay un flujo hacia abajo de medio de enfriamiento paralelo a los filamentos. La temperatura del medio de enfriamiento gaseoso es preferiblemente de 20 - 100°C. El medio de enfriamiento es preferiblemente aire.

Después de pasar por un tubo perforado, un tubo calentado con una temperatura de entre $T_{\text{spin}} - 50^{\circ}\text{C}$ y $T_{\text{spin}} + 10^{\circ}\text{C}$ o una combinación de un tubo calentado y de un tubo perforado por un período de tiempo de entre 0,1 segundos y 0,3 segundos los filamentos son preferiblemente enfriados en otra realización de la zona de enfriamiento activo por un fluido, compuesto total o parcialmente de un componente que es líquido a la temperatura ambiente de los filamentos.

El fluido utilizado para el enfriamiento en la zona de enfriamiento consiste en todo o en parte de un componente que es líquido a temperatura ambiente, como agua, vapor de agua, alcohol o mezclas de estos componentes con medios gaseosos, por ejemplo, aire o nitrógeno. La zona de enfriamiento puede ser implementada en diversas realizaciones en el método de la invención. En una realización preferida, los hilos continuos se enfrían mientras son cargados a través de la zona de enfriamiento esencialmente por un líquido compuesto en parte o totalmente de agua.

En una realización sencilla y ventajosa del método de la invención, los hilos continuos se enfrían esencialmente mediante un baño de agua mientras se cargan a través de la zona de enfriamiento. Debe tenerse cuidado aquí de que la temperatura del agua no sea demasiado alta para evitar la adherencia entre los filamentos.

La realización de mayor preferencia, sin embargo, es aquella en la que el hilo multifilamento de sulfuro de polifenileno se enfría a su paso por la zona de enfriamiento esencialmente mediante un rocío de pequeñas gotas de agua. Esta realización aprovecha el hecho de que pequeñas gotas de agua, preferiblemente con un diámetro promedio no superior a 150 μm , pueden disipar una cantidad significativamente mayor de calor que la que es posible por el paso a través de un baño de agua. La razón de esto es el calor de evaporación adicional de las gotas, la energía térmica necesaria se extrae de los hilos. Las gotas son puestas ventajosamente en contacto con los hilos continuos a través de boquillas. En este caso la zona de enfriamiento puede tomar la forma de, por ejemplo, una cámara de niebla con boquillas acopladas en su extremo inferior, que dirigen el rocío sobre los hilos en la dirección opuesta a la del movimiento del hilo y en un ángulo de, por ejemplo, 45°.

Después de hilar los filamentos del hilo multifilamento de sulfuro de polifenileno a través de una hilera con una pluralidad de orificios, la extrusión de los filamentos de hilo a una velocidad en el intervalo de 200 m/min a 1000 m/min, sometiendo a los filamentos de hilo a una temperatura de al menos $T_{\text{spin}} - 150^{\circ}\text{C}$ preferiblemente al menos $T_{\text{spin}} - 50^{\circ}\text{C}$ durante un período de tiempo de entre 0,1 segundos y 0,3 segundos, el enfriamiento de los filamentos del hilo, los filamentos pueden secarse, en preparación para el proceso de extrusión, por un método conocido per se, por ejemplo, mediante la aplicación de aire, por ejemplo aire comprimido a temperatura ambiente, por medio de un soplador. La extrusión de los filamentos de hilo puede llevarse a cabo en una forma conocida per se después del enfriamiento. Puede lograrse una relación de extrusión de 3 a 6 en una etapa de extrusión única o múltiple.

En una realización preferida del proceso de acuerdo con la invención, la extrusión se lleva a cabo después del enfriamiento en un primer y segundo paso de extrusión con la tensión y/o la temperatura del hilo siendo constantes en el primer paso de extrusión y con la tensión del hilo siendo aumentada en el segundo paso. La extrusión en un primer y segundo paso es llevada a cabo preferiblemente en carreteles rodeados por aire ambiente. La tensión y/o la temperatura del hilo se aumentan en el segundo paso. En el primer paso de extrusión está presente con preferencia una boquilla de vapor. Se considera que las ventajas de extruir los filamentos de hilo en un primer y segundo paso de extrusión con la tensión y/o la temperatura del hilo siendo constantes en el primer paso de extrusión y con la tensión y/o la temperatura del hilo siendo aumentadas en el segundo paso también pueden aplicarse a otros procesos de hilado por fusión.

En una realización más preferida del proceso de la invención la extrusión en un primer y segundo paso se lleva a cabo de manera tal que la tensión del hilo en el segundo paso de extrusión se incrementa desde un valor inicial a un valor final por medio de una pluralidad de carreteles de extrusión, mediante el aumento de la velocidad de los carreteles de extrusión sucesivos. Contados a partir del valor inicial de tensión del hilo al logro del valor final, se utilizan más de dos carreteles consecutivos, y en especial con preferencia más de tres y, por ejemplo, más de cinco carreteles. Puede utilizarse una cantidad total de hasta 30 carreteles de extrusión para el proceso.

Sorprendentemente, se ha encontrado que en esta realización el índice de pelusa del filamento puede reducirse considerablemente.

En el proceso de acuerdo con la invención, la temperatura en el segundo paso de extrusión también puede aumentarse desde un valor inicial a un valor final por el calentamiento de carreteles de extrusión consecutivos a temperaturas sucesivamente más elevadas que aumentan desde un valor inicial a un valor final, siendo irrelevante para la reducción del índice de pelusa mencionada si se utilizan dos o más de dos carreteles de extrusión consecutivos, contados desde el valor inicial de la temperatura al valor final.

En una realización de la mayor preferencia la extrusión en el segundo paso de extrusión se lleva a cabo de manera tal que la tensión del hilo aumenta desde un valor inicial a un valor final por medio de una pluralidad de carretes de extrusión, mediante el incremento de la velocidad de los carretes de extrusión sucesivos y la temperatura aumenta desde un valor inicial a un valor final por el calentamiento de carretes de extrusión consecutivos a temperaturas sucesivamente más elevadas que el aumento de un valor inicial a un valor final.

La extrusión puede ser seguida opcionalmente por una etapa de relajación en uno o más carretes de relajación.

Después de la extrusión en un primer y segundo paso de extrusión se lleva a cabo el enrollado del hilo a una velocidad en el intervalo de 1000 m/min a 4000 m/min.

La invención también se refiere a hilos multifilamento de sulfuro de polifenileno obtenibles por un proceso de acuerdo con la invención. Dichos hilos multifilamento de sulfuro de polifenileno presentan una tenacidad a la rotura de al menos 50 cN/tex, preferiblemente 55 cN/tex. En otra realización preferida la tenacidad a la rotura del hilo multifilamento de sulfuro de polifenileno es de al menos 60 cN/tex. En una realización más preferida la tenacidad a la rotura del hilo de filamento de PPS es de al menos 65 cN/tex. En una realización de la mayor preferencia la tenacidad a la rotura del hilo de filamento de PPS es de al menos 70 cN/tex. La tenacidad a la rotura de los hilos multifilamento de sulfuro de polifenileno obtenibles por un proceso de acuerdo con la invención no debe superar 80 cN/tex.

El alargamiento a la rotura del hilo multifilamento de sulfuro de polifenileno obtenible por un proceso de acuerdo con la invención se encuentra entre 8% y 16% para hilos que exhiben una tenacidad a la rotura de 60 cN/tex a 80 cN/tex, preferiblemente entre 10,5% y 12,5%. Para hilos multifilamento de sulfuro de polifenileno obtenibles por un proceso de acuerdo con la invención con una tenacidad a la rotura entre 50 cN/tex y 60 cN/tex, el alargamiento a la rotura se encuentra preferiblemente en el intervalo de 16% a 30%.

La invención se refiere además a hilos multifilamento de sulfuro de polifenileno. La densidad lineal de los filamentos que comprenden los hilos continuos, es decir, la densidad lineal del filamento, también puede variar dentro de límites amplios. No obstante, en general, se utilizan densidades lineales del filamento en el intervalo de aproximadamente 5 a 30 dtex, preferiblemente 5 a 20 dtex, con la mayor preferencia 5 a 10 dtex.

El polímero de sulfuro de polifenileno utilizado para el hilo multifilamento de acuerdo con la invención esencialmente tiene una estructura lineal, es decir, el nivel de monómeros trifuncionales utilizado es inferior al 0,1%. El polímero es, por supuesto, un polímero no reticulado ya que de otra manera no podría ser fundido y utilizado en un proceso de hilado por fusión. El polímero consiste de al menos 90% en peso de sulfuro de polifenileno lineal no reticulado. El sulfuro de polifenileno (PPS) preferido generalmente contiene al menos 50 moles % y en particular al menos 70 moles % de unidades de sulfuro de fenileno, y se conoce, por ejemplo, bajo el nombre de Fortron®.

Los hilos multifilamento de sulfuro de polifenileno presentan una tenacidad a la rotura de al menos 50 cN/tex, preferiblemente 55 cN/tex. En otra realización preferida la tenacidad a la rotura del hilo multifilamento de sulfuro de polifenileno es de al menos 60 cN/tex. En una realización más preferida la tenacidad a la rotura del hilo de filamento de PPS es de al menos 65 cN/tex. En una realización de la mayor preferencia la tenacidad a la rotura del hilo de filamento de PPS es de al menos 70 cN/tex. La tenacidad a la rotura de los hilos multifilamento de sulfuro de polifenileno de acuerdo con la invención por lo general no supera 80 cN/tex.

El hilo multifilamento de sulfuro de polifenileno de acuerdo con la invención presenta una densidad lineal del filamento de 5 dtex a 30 dtex, una densidad lineal general de 500 dtex a 2500 dtex, una tenacidad a la rotura en el intervalo de 50 cN/tex a 80 cN/tex y un alargamiento a la rotura de 8% a 16% para un hilo con una tenacidad a la rotura en el intervalo de 60 cN/tex a 80 cN/tex y un alargamiento a la rotura de 16% a 30% para un hilo con una tenacidad a la rotura en el intervalo de 50 cN/tex a 60 cN/tex.

Como resultado del alargamiento a la rotura elevado de 8% a 16% para un hilo con una tenacidad a la rotura en el intervalo de 60 cN/tex a 80 cN/tex y un alargamiento a la rotura de 16% a 30% para un hilo con una tenacidad a la rotura en el intervalo de 50 cN/tex a 60 cN/tex, el hilo multifilamento de sulfuro de polifenileno de acuerdo con la invención tiene una capacidad de absorción de energía alta, la cual, combinada con una densidad lineal del filamento de 5 dtex a 30 dtex, una densidad lineal general de 500 dtex a 2500 dtex abre posibilidades interesantes para su uso como se describe a continuación, en campos de aplicación donde esta combinación de propiedades es importante.

En otra realización preferida del hilo multifilamento de sulfuro de polifenileno de acuerdo con la invención, el hilo tiene, para una longitud de hilado de 10.000 m, un índice de pelusa de menos de 2500, y preferiblemente menos de 1000, más preferiblemente menos de 500.

En aún otra realización preferida del hilo multifilamento de sulfuro de polifenileno de acuerdo con la invención los filamentos del hilo tienen una densidad lineal de 5 dtex a 20 dtex.

La tenacidad a la rotura del hilo multifilamento de sulfuro de polifenileno de acuerdo con la invención se encuentra preferiblemente en el intervalo de 50 cN/tex a 60 cN/tex.

El hilo multifilamento de sulfuro de polifenileno de acuerdo con la invención puede ser obtenido por el proceso para la producción de un hilo multifilamento de sulfuro de polifenileno de acuerdo con la invención.

La combinación ventajosa de propiedades en el hilo multifilamento de sulfuro de polifenileno de acuerdo con la invención y en el hilo multifilamento de sulfuro de polifenileno resultante de un proceso de acuerdo con la invención hace el uso de este multifilamento interesante en campos de aplicación donde valores altos de densidad lineal del filamento y total, tenacidad a la rotura y alargamiento a la rotura, junto con una alta estabilidad térmica y química, son importantes, como por ejemplo para la producción de telas unidas por aguja, telas de soporte, en especial para su uso en medios filtrantes, para accesorios interiores de aeronaves, o para refuerzos de mangueras.

Si los hilos multifilamento de sulfuro de polifenileno obtenibles por un proceso de acuerdo con la invención o los hilos multifilamento de sulfuro de polifenileno de acuerdo con la invención se utilizan para medios filtrantes o telas unidas por aguja, se prefiere una densidad lineal de 900 dtex a 1400 dtex. En una realización más preferida el hilo multifilamento de sulfuro de polifenileno tiene una densidad lineal desde 1000 dtex a 1200 dtex.

Para los propósitos de la presente invención, la densidad lineal del filamento, tenacidad a la rotura y alargamiento a la rotura se determinan de acuerdo con la norma ASTM D805. Estos parámetros deben determinarse como valor medio de al menos 5 mediciones individuales. El índice de pelusa se determina con el equipo FRAYTEC5 de Enka Tecnica.

La presente invención se describe con más detalle en los siguientes ejemplos no limitantes.

Ejemplo 1

El sulfuro de polifenileno lineal (Fortron®0320C0) se funde y se carga en una hilera con 200 orificios. Los orificios son circulares y tienen un diámetro de 300 µm. El multifilamento hilado se extruye a una velocidad de 300 m/min, se pasa a través de un tubo calentado de aproximadamente 12 cm de longitud, con una temperatura en el tubo calentado de 300°C a 320°C y un tubo perforado de aproximadamente 100 cm de longitud, se pasa posteriormente a través de una zona de enfriamiento activo en la cual los filamentos se enfrían mediante un rocío de pequeñas gotas de agua, se extruye en un primer y segundo pasos de extrusión, y posteriormente la tensión del hilo se relaja en un 0,7% en un paso de relajación antes de que el multifilamento se enrolle a una velocidad de 1350 m/min.

En el primer paso de extrusión, la extrusión se realiza con una relación de extrusión de 4,02. Se utilizan para este propósito los carretes de extrusión 1-4, un carrete 1 que tiene una temperatura de 70°C, los carretes 2 y 3 que no están calentados, y un 4 carrete 4 que tiene una temperatura de 125°C.

En el segundo paso de extrusión, la extrusión se realiza con una relación de extrusión de 1,12 de modo que la relación de extrusión total asciende a 4,50. Se utilizan para este propósito los carretes de extrusión 5-20, sus temperaturas y velocidades se muestran en la Tabla 1. La Tabla 1 muestra que en la segunda zona de extrusión la tensión del filamento aumenta desde su valor inicial en el carrete 5 a su valor final en el carrete 10 por medio de seis carretes consecutivos.

Tabla 1

Carrete de extrusión (n)	Velocidad [m/min]	Temperatura [°C]
5	1205	125
6	1234	125
7	1263	170
8	1292	200
9	1321	240
10-13	1350	240
14-20	1350	240

Ejemplo 2

El Ejemplo 2 se llevó a cabo de la misma manera que el Ejemplo 1, excepto que en la zona de la segunda extrusión la tensión y la temperatura del hilo se incrementaron como se muestra en la Tabla 2. La Tabla 2 muestra que en la

zona de la segunda extrusión la tensión del hilo aumenta desde su valor inicial en el carretel 6 a su valor final en el carretel 7 por medio de dos carreteles consecutivos.

Tabla 2

Carretel de extrusión (n)	Velocidad [m/min]	Temperatura [°C]
5	1205	125
6	1205	125
7	1350	170
8	1350	200
9	1350	240
10-13	1350	240
14-20	1350	240

5 Ejemplo 3

El Ejemplo 3 se llevó a cabo de la misma manera que el Ejemplo 1, excepto que en la zona de la segunda extrusión la tensión y la temperatura del hilo se incrementaron como se muestra en la Tabla 3. La Tabla 3 muestra que en la zona de la segunda extrusión la tensión del hilo aumenta desde su valor inicial en el carretel 6 a su valor final en el carretel 7 por medio de dos carreteles consecutivos.

10 Tabla 3

Carretel de extrusión (n)	Velocidad [m/min]	Temperatura [°C]
5	1205	125
6	1205	125
7	1350	240
8	1350	240
9	1350	240
10-13	1350	240
14-20	1350	240

Ejemplo 4

El Ejemplo 4 se llevó a cabo de la misma manera que el Ejemplo 1, excepto que en la zona de la segunda extrusión la tensión y la temperatura del hilo se incrementaron como se muestra en la Tabla 4. La Tabla 4 muestra que en la zona de la segunda extrusión la tensión del hilo aumenta desde su valor inicial en el carretel 5 a su valor final en el carretel 10 por medio de seis carreteles consecutivos.

Tabla 4

Carretel de extrusión (n)	Velocidad [m/min]	Temperatura [°C]
5	1205	125
6	1234	125

7	1263	240
8	1292	240
9	1321	240
10-13	1350	240
14-20	1350	240

La Tabla 5 muestra las propiedades del hilo de multifilamento de sulfuro de polifenileno que resulta de los Ejemplos 1 a 4. La Tabla 5 muestra que las realizaciones del proceso de acuerdo con la invención en los Ejemplos 1 a 4 da como resultado un hilo de multifilamento de sulfuro de polifenileno de acuerdo con la invención que tiene una densidad lineal del filamento de 5 dtex a 30 dtex, una densidad lineal general de 500 dtex a 2500 dtex, una tenacidad a la rotura en el intervalo de 50 cN/tex a 80 cN/tex y un alargamiento a la rotura de 16% a 30% para un hilo con una tenacidad a la rotura en el intervalo de 50 cN/tex a 60 cN/tex. La comparación de los Ejemplos 1 y 4 con los Ejemplos 2 y 3 indica que si la tensión del hilo se incrementa en la zona de la segunda extrusión desde su valor inicial en el carretel 5 a su valor final en el carretel 10 por medio de seis carreteles consecutivos, se obtiene un índice de pelusa considerablemente menor que si la tensión del hilo se incrementa en la zona de la segunda extrusión desde su valor inicial en el carretel 6 a su valor final en el carretel 7 por medio de dos carreteles consecutivos.

Tabla 5

	Ejemplo 1	Ejemplo 2	Ejemplo 3	Ejemplo 4
Densidad lineal del filamento [dtex]	5,39	5,24	5,32	5,32
Densidad lineal general [dtex]	1077	1047	1063	1063
Tenacidad a la rotura [cN/tex]	57,7	54,5	57,1	57,2
Alargamiento a la rotura [%]	17,5	18,0	17,9	17,3
Contracción con aire caliente [%]	12,3	11,1	11,1	12,2
Alargamiento para una carga de 45 N [%]	11,9	13,5	12,6	11,8
Módulo a un alargamiento de 0,5-2% [cN/tex]	447	412	433	461
Índice de pelusa [10000 m^{-1}]	409	2000	1818	291

REIVINDICACIONES

1. Un proceso para producir un hilo multifilamento de sulfuro de polifenileno que comprende los pasos en los que una masa fundida de sulfuro de polifenileno es cargada a un dispositivo de hilado, la masa fundida se extruye a través de una hilera con una pluralidad de orificios de la hilera para formar un haz de filamentos con una pluralidad de filamentos, el enfriamiento del haz de filamentos en una zona de enfriamiento y el enrollado de los filamentos después de la solidificación, caracterizado en que la viscosidad del polímero de polisulfuro de polifenileno utilizado como materia prima se encuentra entre 150 y 300 Pas medida de acuerdo con la norma ISO/FDIS 11443 (12/2004) a una temperatura de 310°C y una velocidad de corte de 1200 s⁻¹,
- que el polímero de polisulfuro de polifenileno utilizado para el proceso esencialmente tiene una estructura lineal y que sólo después de un período de tiempo de entre 0,1 segundos y 0,3 segundos después de salir de la hilera los filamentos del hilo hilado son sometidos a una etapa de enfriamiento activo.
2. Un proceso para producir un hilo multifilamento de sulfuro de polifenileno de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado en que por un período de tiempo de entre 0,1 segundos y 0,3 segundos después de salir de la hilera y antes del enfriamiento activo la temperatura de los filamentos es de al menos $T_{spin} - 150^{\circ}\text{C}$.
3. Un proceso para producir un hilo multifilamento de sulfuro de polifenileno de acuerdo con la reivindicación 2, caracterizado en que entre la hilera y el comienzo de la zona de enfriamiento activo los filamentos se pasan a través de un tubo perforado o poroso o se pasan entre paneles perforados o porosos por un período de tiempo de entre 0,1 segundos y 0,3 segundos.
4. Un proceso para producir un hilo multifilamento de sulfuro de polifenileno de acuerdo con la reivindicación 2 caracterizado en que entre la hilera y el comienzo de la zona de enfriamiento activo los filamentos se pasan a través de un tubo calentado con una temperatura en el intervalo de $T_{spin} - 50^{\circ}\text{C}$ y $T_{spin} + 10^{\circ}\text{C}$ por un período de tiempo de entre 0,1 segundos y 0,3 segundos.
5. Un proceso para producir un hilo multifilamento de sulfuro de polifenileno de acuerdo con la reivindicación 2 caracterizado en que entre la hilera y el comienzo de la zona de enfriamiento activo los filamentos se pasan a través de un tubo calentado con una temperatura en el intervalo de $T_{spin} - 50^{\circ}\text{C}$ y $T_{spin} + 10^{\circ}\text{C}$ y posteriormente a través de un tubo o paneles perforados o porosos por un período de tiempo de entre 0,1 segundos y 0,3 segundos.
6. Un proceso para producir un hilo multifilamento de sulfuro de polifenileno de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5 caracterizado en que en la zona de enfriamiento activo se sopla un medio de enfriamiento gaseoso en el haz de filamentos.
7. Un proceso para producir un hilo multifilamento de sulfuro de polifenileno de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5 caracterizado en que en la zona de enfriamiento activo los filamentos se enfrían mediante un fluido, que consiste total o parcialmente de un componente que es líquido a temperatura ambiente.
8. Un proceso para producir un hilo multifilamento de sulfuro de polifenileno de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7 caracterizado en que la extrusión se lleva a cabo después del enfriamiento en un primer y segundo paso de extrusión con la tensión y/o la temperatura del hilo siendo aumentadas en el segundo paso.
9. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 8, caracterizado en que la tensión del hilo es aumentada desde un valor inicial a un valor final en el segundo paso de extrusión por medio de una pluralidad de carreteles de extrusión, mediante los cuales se utilizan más de dos carreteles de extrusión consecutivos, contados desde el valor inicial al logro del valor final.
10. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 8 o 9, caracterizado en que se utilizan tres a 30 bobinas de extrusión consecutivas.
11. Un proceso de acuerdo con una o más de las reivindicaciones 1 a 10, caracterizado en que el enrollado del hilo después de la extrusión se realiza a una velocidad en el intervalo de 1000 m/min a 4000 m/min.
12. Un hilo multifilamento de sulfuro de polifenileno que tiene una densidad lineal del filamento de 5 dtex a 30 dtex, una densidad lineal general de 500 dtex a 2500 dtex, una tenacidad a la rotura en el intervalo de 50 cN/tex a 80 cN/tex, caracterizado en que un hilo con una tenacidad a la rotura en el intervalo de 60 cN/tex a 80 cN/tex presenta un alargamiento a la rotura de 8% a 16% y que un hilo con una tenacidad a la rotura en el intervalo de 50 cN/tex a 60 cN/tex presenta un alargamiento a la rotura de 16% a 30%.
13. Un hilo multifilamento de sulfuro de polifenileno de acuerdo con la reivindicación 12, caracterizado en que el sulfuro de polifenileno consiste en al menos 90% en peso de un material de polímero de sulfuro de polifenileno lineal no reticulado.

14. Un hilo multifilamento de sulfuro de polifenileno de acuerdo con la reivindicación 12 o 13, caracterizado en que para una longitud de hilado de 10.000 m el hilo de multifilamento tiene un índice de pelusa de menos de 2500.
- 5 15. Un hilo multifilamento de sulfuro de polifenileno de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 12 a 14, caracterizado en que para una longitud de hilado de 10.000 m el hilo multifilamento tiene un índice de pelusa de menos de 1000.
16. Un hilo multifilamento de sulfuro de polifenileno de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 12 a 15, caracterizado en que para una longitud de hilado de 10.000 m el hilo multifilamento tiene un índice de pelusa de menos de 500.
- 10 17. Un hilo multifilamento de sulfuro de polifenileno de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 12 a 16, caracterizado en que el hilo de multifilamento tiene una densidad lineal del filamento de 5 dtex a 20 dtex.
18. Un hilo multifilamento de sulfuro de polifenileno de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 12 a 17, caracterizado en que el hilo multifilamento tiene una tenacidad a la rotura en el intervalo de 50 cN/tex a 60 cN/tex.
- 15 19. El uso de un hilo multifilamento de sulfuro de polifenileno obtenible por un proceso de acuerdo con una o más de las reivindicaciones 1 a 11 para la producción de telas de soporte, particularmente para el uso en medios filtrantes, para accesorios interiores de aeronaves o para refuerzos de mangueras.
20. El uso del hilo multifilamento de sulfuro de polifenileno de acuerdo con una o más de las reivindicaciones 12 a 18, para la producción de telas de soporte, particularmente para el uso en medios filtrantes, para accesorios interiores de aeronaves o para refuerzos de mangueras.