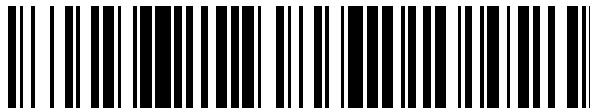


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 373 379**

51 Int. Cl.:  
**D01D 5/088** (2006.01)  
**D01D 5/092** (2006.01)  
**D01F 6/62** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **03762524 .1**  
96 Fecha de presentación: **26.06.2003**  
97 Número de publicación de la solicitud: **1521869**  
97 Fecha de publicación de la solicitud: **13.04.2005**

54 Título: **PROCEDIMIENTO PARA HILAR.**

30 Prioridad:  
**05.07.2002 EP 02015058**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**02.02.2012**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**02.02.2012**

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

72 Inventor/es:  
**MIDDELJANS, Hendrik;**  
**HEUVELING, Eric;**  
**KRINS, Bastiaan y**  
**BOER, Johannes, Frederik**

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

ES 2 373 379 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**

Procedimiento para hilar

5 La presente invención se refiere a un procedimiento para hilar un hilo de múltiples hebras a partir de un material termoplástico, el cual abarca las etapas, en las cuales el material fundido se extruye a través de un gran número de aberturas de tobera de una tobera de hilado para dar una madeja de filamentos con muchos filamentos y, después de solidificar, se bobina en forma de hilo, y en las cuales la madeja de filamentos se refrigera en la parte inferior de la tobera para hilar.

La presente invención se refiere, además, a hilados y cuerdas de filamentos de poliéster que contienen tales hilos de filamentos de poliéster.

10 Un procedimiento como el descrito anteriormente se conoce del documento EP-A-1 079 008. En este caso, durante el hilado los filamentos recién extruídos son apoyados en su movimiento de avance por una corriente de aire. Por tanto, en este caso se produce esencialmente una refrigeración por una corriente de agente refrigerante que fluye paralelamente al hilo. Con una refrigeración de este tipo se consiguen en toda regla buenos resultados, especialmente en el caso de elevadas velocidades de tracción.

15 Un segundo método de refrigeración en dos etapas para hilar un hilo de múltiples hebras a partir de un material termoplástico se da a conocer en el documento JP 11061550. En una primera etapa de refrigeración los filamentos son soplados unilateralmente o en forma anular y, en una segunda etapa, se insufla aire a presión en la parte superior de la etapa de refrigeración, de modo que se origina una corriente descendente paralela a los filamentos. Por ello, los filamentos deben obtener propiedades físicas lo mas uniformes posible.

20 El comportamiento a la refrigeración de los polímeros termoplásticos es muy complicado y depende de una serie de parámetros. Durante la refrigeración se llega especialmente a la formación de diferencias en el comportamiento de la birrefringencia a lo largo de la sección transversal del filamento, puesto que la piel del filamento se enfría más rápidamente que el interior, el núcleo, de los filamentos. Además de esto, de esta manera se producen también diferencias en la cristalización entre los filamentos. Por tanto, la refrigeración determina en gran medida la cristalización de los polímeros en el filamento, lo cual se hace perceptible en el posterior empleo de los filamentos, por ejemplo en el estirado. Para una serie de aplicaciones es deseable conseguir lo más rápidamente posible después de la extrusión un alto grado de enfriamiento para fomentar una rápida formación de cristalización.

Los procedimientos de refrigeración del estado actual de la técnica no cumplen frecuentemente estas exigencias o sólo las cumplen insatisfactoriamente.

30 Por tanto, es objeto de la presente invención poner a disposición un procedimiento que procure una refrigeración efectiva de los filamentos extruidos provocando por ello una buena cristalización en los filamentos, también especialmente en caso de bajas velocidades de bobinado.

35 El objetivo se cumple conforme a la invención porque el procedimiento, tal como se describe en el preámbulo de la reivindicación 1, se caracteriza porque la refrigeración se lleva a cabo en dos etapas, de modo que en una primera zona de refrigeración la madeja de filamentos se somete a la afluencia de una corriente de un medio de refrigeración gaseoso, de tal manera que el medio de refrigeración gaseoso atraviesa transversalmente la madeja de filamentos abandonando de nuevo prácticamente por completo la madeja de filamentos por el lado opuesto al lado de afluencia de la corriente y, en una segunda zona de refrigeración por debajo de la primera zona de refrigeración, la madeja de filamentos se sigue enfriando esencialmente por autosucción del medio de refrigeración gaseoso que se encuentra en el entorno de la madeja de filamentos.

40 En la presente invención se trata, por tanto, de una refrigeración en dos etapas. En la primera etapa la madeja de filamentos es atravesada por el medio de refrigeración gaseoso. En este caso es decisivo sobretodo que el medio de refrigeración abandone la madeja de filamentos prácticamente por completo por el lado opuesto al lado de afluencia de la corriente. Es decir, que en esta etapa de la refrigeración el medio de refrigeración no debe ser arrastrado en lo posible por la madeja de filamentos. Para llevar a cabo esta primera etapa de refrigeración cabe pensar que el medio de refrigeración gaseoso fluya a través de la madeja de filamentos transversalmente al sentido de movimiento de la madeja de filamentos, es decir que se establece un denominado soplado transversal. Este soplado se puede ejecutar de forma efectiva haciendo que el medio de refrigeración gaseoso, después de fluir a través de la madeja de filamentos, sea succionado mediante un dispositivo de succión. Por ello se consigue, por una parte una buena orientación de la corriente de refrigeración y, por otra, se garantiza que el medio de refrigeración abandone también cuantitativamente la madeja de filamentos. Así, la ejecución puede tener lugar, por ejemplo, haciendo que la madeja de filamentos pase entre un dispositivo de soplado y un dispositivo de succión. Otra posibilidad consiste en dividir la corriente de filamentos y disponer, por ejemplo en la mitad entre dos corrientes de filamentos, una soplante como, por ejemplo, mediante un tubo perforado, el cual se extiende durante un determinado trecho paralelamente y entre las corrientes de filamentos. Después, el medio de refrigeración gaseoso se puede soplar desde el centro de la madeja de filamentos hacia fuera a través de la madeja de filamentos. También aquí hay que cuidar que el medio de refrigeración abandone nuevamente las madejas de forma prácticamente completa. Obviamente, también se podría

pensar en ejecutar el soplado y la succión inversamente, haciendo que el tubo que se extiende en medio de las corrientes de madejas sirva como succión y llevando a cabo entonces el soplado desde afuera hacia adentro.

5 Es preferible para el procedimiento conforme a la invención que la velocidad de soplado de la corriente del medio de refrigeración gaseoso esté comprendida entre 0,1 y 1 m/s. Con estas velocidades se consigue una refrigeración homogénea en gran medida sin turbulencias y sin formación de diferencias en la cristalización entre piel/núcleo.

Además de esto, ha resultado totalmente suficiente si la primera zona de refrigeración presenta una longitud comprendida entre 0,2 y 1,2 m.

Un soplado a lo largo de esta longitud y bajo las condiciones anteriormente descritas proporciona el grado de refrigeración deseado en la primera zona o, respectivamente, etapa.

10 La segunda etapa de refrigeración se lleva a cabo mediante la denominada autosucción ("self suction yarn cooling"). En este caso, la madeja de filamentos arrastra consigo el medio de refrigeración gaseoso que se encuentra en su entorno, por ejemplo aire ambiental, y de este modo continúa enfriándose. En este caso se produce una corriente del medio de refrigeración gaseoso, la cual discurre en gran medida paralelamente al sentido de desplazamiento de la madeja de filamentos. Aquí es importante que el medio de refrigeración gaseoso llegue a la madeja de filamentos al menos desde dos lados.

15 La unidad de autosucción puede estar formada por dos placas perforadas y que discurren paralelamente a la madeja de filamentos, denominadas placas de dos caras. La longitud es al menos de 10 cm pudiendo ser bastante mayor y alcanzar hasta varios metros. Para este tramo de autosucción pueden ser bastante habituales longitudes de 30 cm hasta 150 cm.

20 En el procedimiento conforme a la invención se prefiere que la segunda etapa de refrigeración mediante la conducción de los filamentos entre materiales perforados tales como, por ejemplo, placas perforadas, se lleve a cabo de tal manera que el medio de refrigeración gaseoso en el caso de la autosucción, pueda llegar a los filamentos desde dos lados.

25 Para ello ha resultado ventajoso que esta segunda zona de refrigeración de la madeja de filamentos se lleve a través de un tubo perforado. Estos tubos de autosucción son conocidos por el experto en la materia. Hacen posible el arrastre del medio de refrigeración gaseoso a través de la madeja de filamentos de tal modo que se evitan en gran medida las turbulencias.

30 Es posible atemperar el medio de refrigeración que se succiona a través de la madeja de filamentos, por ejemplo mediante la utilización de intercambiadores de calor. Esta forma de ejecución permite llevar el proceso independientemente de la temperatura ambiental, lo cual repercute ventajosamente sobre la estabilidad a largo plazo del procedimiento, por ejemplo diferencias entre día-noche o, respectivamente, verano-invierno.

Entre la tobera de hilado o la placa de toberas y el comienzo de la primera zona de refrigeración habitualmente se encuentra también un denominado tubo de calefacción. Dependiendo del tipo de filamento, este elemento habitual para el experto en la materia tiene una longitud entre 10 y 40 cm.

35 Entre la primera y segunda zona de refrigeración aún puede tener lugar de manera ventajosa una etapa de unión de las madejas de modo en sí conocida, por ejemplo por los denominados "airmover" o "airknives". Además, esta etapa de unión de las madejas puede tener lugar también dentro de la segunda zona de refrigeración.

40 Obviamente, el procedimiento conforme a la invención, a continuación de las zonas de refrigeración y antes del bobinado, puede presentar además un estirado de los filamentos, de manera en sí conocida. Bajo el concepto de estirado se deben entender aquí todos los métodos habituales conocidos por el experto en la materia para estirar los filamentos. Esto puede tener lugar, por ejemplo, mediante rodillos, individuales o a pares o análogos. Debe mencionarse expresamente que el estirado se refiere tanto a relaciones de estirado mayores que 1, como también a relaciones menores que 1. Estas últimas relaciones son conocidas por el experto bajo el término de relajación. Dentro de un proceso aparecen juntas relaciones de estirado mayores o menores que 1.

45 La relación global de estirado se calcula habitualmente a partir de la relación de las velocidades de estirado - aún cuando tenga lugar una relajación - o respectivamente de la velocidad de bobinado al final del proceso y de la velocidad de hilado de los filamentos, es decir la velocidad con la cual las madejas de filamentos recorren las zonas de refrigeración. Una constelación típica es, por ejemplo, una velocidad de hilado de 2760 m/min, un estirado con 6000 m/min, una relajación adicional a continuación del estirado de 0,5%, es decir una velocidad de bobinado de 5970 m/min. Esto es el resultado en una relación de estirado global de 2,16.

50 Por tanto, conforme a la invención son preferidas para el bobinado velocidades de al menos 2000 m/min. En principio, en el marco de lo técnicamente realizable no se ponen límites hacia arriba en cuanto a la velocidad. Sin embargo, en general para el ámbito superior de velocidad en el caso del bobinado se prefiere aproximadamente 6000 m/min.

Para las relaciones globales de estirado, en sí habituales, de 1,5 a 3,0 resultan ámbitos para la velocidad de hilado de aproximadamente 500 hasta aproximadamente 4000 m/min, preferentemente 2000 a 3500 m.

Antepuesto a los dispositivos de estirado y detrás de las zonas de refrigeración se puede encontrar, además, un pozo de caída. Este elemento también es en sí conocido.

- 5 Como medio de refrigeración gaseoso se emplea preferentemente aire o un gas inerte tal como nitrógeno o argón.

En principio, el procedimiento conforme a la invención no se limita a determinados tipos de polímeros y se puede aplicar a todos los tipos de polímeros que sean extruibles en forma de filamentos. Sin embargo, como material termoplástico se prefieren polímeros tales como poliéster, poliamida, poliolefina o también mezclas o copolímeros de estos tipos.

- 10 Es particularmente muy preferido que el material termoplástico esté constituido esencialmente por tereftalato de polietileno.

El procedimiento conforme a la invención permite la producción de filamentos, que son bastante bien adecuados para aplicaciones técnicas, especialmente para su utilización en cuerdas para neumáticos. El procedimiento es además bien adecuado para la producción de hilos técnicos. Las instalaciones necesarias para el hilado de hilos técnicos, especialmente la elección de la tobera, así como la longitud del tubo de calefacción, son conocidas por el experto en la materia.

- 15

Por tanto, la invención se refiere también a hilos de filamentos, especialmente a hilos de filamentos de poliéster, los cuales se pueden obtener según el procedimiento anteriormente descrito.

- 20 La presente invención se refiere especialmente a aquellos hilos de filamentos de poliéster con una resistencia de rotura T en mN/tex y un alargamiento de rotura E en %, en los cuales el producto de la resistencia de rotura T por la raíz tercera del alargamiento de rotura E ( $T \cdot E^{1/3}$ ) es al menos 1600 mN %<sup>1/3</sup>/tex. Preferentemente, este producto se sitúa entre 1600 y 1800 mN %<sup>1/3</sup>/tex.

- 25 Las mediciones de la resistencia de rotura T, así como del alargamiento de rotura E para la determinación del parámetro  $T \cdot E^{1/3}$  se efectúan conforme a la norma ASTM 885 y, por lo demás, son conocidas por el experto en la materia.

En una forma de ejecución preferida, la invención se refiere a hilos de filamentos de poliéster en los cuales la suma de su alargamiento en % después de la aplicación de una fuerza específica EAST ("elongation at specific tension") de 410 mN/tex y su contracción en aire caliente a 180°C (HAS) en %, es decir la suma de EAST + HAS, es menor de 11%, preferentemente menor de 10,5.

- 30 La medición de EAST tiene lugar conforme a ASTM 885 y la determinación de HAS tiene lugar igualmente según ASTM 885, con la condición de que la medición se lleve a cabo a 180°C, en mN/tex y durante más de 2 minutos.

Finalmente, la presente invención se refiere a cuerdas para neumáticos, que contienen hilos de filamentos de poliéster, presentando la cuerda una capacidad de retención Rt en %, lo cuales se caracterizan porque el factor de calidad Q<sub>f</sub>, el cual representa el producto de  $T \cdot E^{1/3}$  de los hilos de filamentos de poliéster por la Rt de la cuerda, es mayor que 1350 mN %<sup>4/3</sup>/tex.

- 35

Por capacidad de retención se debe entender el cociente entre la resistencia de rotura de la cuerda después de la inmersión (dipping) y la resistencia de rotura de los hilos.

Es particularmente preferido que el factor de calidad sea mayor que 1375 mN %<sup>4/3</sup>/tex y ventajosamente tiene un valor de hasta 1800 mN %<sup>4/3</sup>/tex.

- 40 La invención debe ser ilustrada con más detalle con ayuda de los ejemplos siguientes, sin que esté limitada a ellos.

Un granulado de tereftalato de polietileno con un viscosidad relativa de 2,04 (medida en una solución de 1 g de polímero en 125 g de una mezcla de 2,4,6-triclorofenol y fenol (TCF/F, 7:10 m/m) a 25°C en un viscosímetro Ubbelohde (DIN 51562), se hiló y se refrigeró en las condiciones expuestas en la Tabla 1. La velocidad de estirado fue 6000 m/min. Se ajustó una relajación adicional del 0,5%, velocidad de bobinado: 5970 m/min.

- 45

**Tabla 1**

Título del hilo [dtex]	1140
Título individual	4,35
Tobera de hilado	331 agujeros, cada uno con 800 µm de diámetro
Longitud del tubo de calefacción [mm]	150
Temperatura en el tubo de calefacción [°C]	200
Longitud de la primera zona de refrigeración [mm]	700
Volumen de soplado [m <sup>3</sup> /h]	400
Longitud de la segunda zona de refrigeración [mm], placa de dos caras	700
Temperatura del aire de refrigeración [°C]	50
Formación de las madejas	Airmover

Las características del hilo se determinaron en tres muestras y se representan en la Tabla 2

**Tabla 2**

	Ejemplo 003	Ejemplo 004	Ejemplo 005
Velocidad de hilado [m/min]	2791	2759	2727
Resistencia de rotura T [mN/tex]	688	703	712
Alargamiento de rotura E [%]	13,9	13,7	12,9
Resistencia con alargamiento de 5% TASE5 [mN/tex]	388	341	348
$T \cdot E^{1/3}$ [mN % <sup>1/3</sup> /tex]	1654	1682	1670

Finalmente, se determinaron las propiedades de la cuerda después de la inmersión y se recopilan en la Tabla 3

- 5 El factor de calidad Qf es el resultado del producto de  $T \cdot E^{1/3}$  por la retención.

**Tabla 3**

	Ejemplo 003	Ejemplo 004	Ejemplo 005
Resistencia de rotura T [mN/tex]	589	595	604
Resistencia con alargamiento de 5% TASE5 [mN/tex]	227	223	222
$T \cdot E^{1/3}$ [mN % <sup>1/3</sup> /tex]	1654	1682	1670
Capacidad de retención Rt [%]	85,6	84,6	84,8
Factor de calidad [mN % <sup>4/3</sup> /tex]	1416	1424	1417
Alargamiento con una fuerza específica de 410 mN/tex EAST [%]	5,9	5,8	5,7
Contracción en aire caliente (HAS) [%]	4,2	4,5	4,3
EAST + HAS [%]	10,1	10,3	10,0

## REIVINDICACIONES

- 5 1. Procedimiento para hilar un hilo de múltiples hebras a partir de un material termoplástico, el cual abarca las etapas, en las cuales el material fundido se extruye a través de un gran número de aberturas de tobera de una tobera de hilado para dar una madeja de filamentos con muchos filamentos y después de solidificar se bobina en forma de hilo, y en las cuales la madeja de filamentos se refrigera en dos etapas en la parte inferior de la tobera, en una primera zona de refrigeración la madeja de filamentos se somete a la afluencia de un medio de refrigeración gaseoso, de tal manera que el medio de refrigeración gaseoso atraviesa transversalmente la madeja de filamentos, caracterizado porque el medio de refrigeración abandona de nuevo prácticamente por completo la madeja de filamentos por el lado opuesto al lado de afluencia de la corriente y, en una segunda zona de refrigeración por debajo de la primera zona de refrigeración, la madeja de filamentos se sigue enfriando esencialmente por autosucción del medio de refrigeración gaseoso que se encuentra en el entorno de la madeja de filamentos.
- 10 2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el medio de refrigeración gaseoso después de atravesar la madeja de hilos se succiona mediante un dispositivo de succión.
- 15 3. Procedimiento según la reivindicación 1 o 2, caracterizado porque la velocidad de afluencia del medio de refrigeración gaseoso se sitúa entre 0,1 y 1 m/s.
4. Procedimiento según una o varias de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque la primera zona de refrigeración presenta una longitud comprendida entre 0,2 y 1,2 m.
- 20 5. Procedimiento según una o varias de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque la segunda zona de refrigeración se lleva a cabo mediante la conducción de los filamentos entre materiales perforados tales como, por ejemplo, placas perforadas, de tal modo que el medio de refrigeración gaseoso en el caso de la autosucción puede incidir sobre los filamentos desde dos lados.
6. Procedimiento según una o varias de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque la segunda zona de refrigeración se lleva a cabo mediante la conducción de la madeja de filamentos a través de un tubo perforado.
- 25 7. Procedimiento según una o varias de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque después de la refrigeración y antes del bobinado tiene lugar un estirado de los filamentos de manera en sí conocida.
8. Procedimiento según una o varias de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado porque el bobinado tiene lugar a velocidades de al menos 2000 m/min.
- 30 9. Procedimiento según una o varias de las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado porque en el caso del medio de refrigeración gaseoso se trata de aire o de un gas inerte.
10. Procedimiento según una o varias de las reivindicaciones 1 a 9, caracterizado porque el material termoplástico se selecciona de un grupo que comprende poliéster, poliamida, poliolefina o mezclas de estos polímeros.
11. Procedimiento según una o varias de las reivindicaciones 1 a 10, caracterizado porque el material termoplástico se compone esencialmente de tereftalato de polietileno.
- 35 12. Hilos de filamentos de poliéster, obtenibles según una o varias de las reivindicaciones 1 a 11, con una resistencia de rotura T en mN/tex y un alargamiento de rotura E en %, en los cuales el producto de la resistencia de rotura T por la raíz tercera del alargamiento de rotura E,  $T \cdot E^{1/3}$  es al menos 1600 mN %<sup>1/3</sup>/tex.
- 40 13. Hilos de filamentos de poliéster según la reivindicación 12, en los cuales la suma de su alargamiento en % después de la aplicación de una fuerza específica EAST ("elongation at specific tension") de 410 mN/tex y de su contracción en aire caliente HAS a 180°C, en %, es decir la suma de EAST + HAS, es menor de 11%.
14. Cuerda que comprende hilos de filamentos de poliéster según la reivindicación 12 o 13, presentando la cuerda después de la inmersión una capacidad de retención Rt en %, caracterizado porque el factor de calidad  $Q_r$ , el producto de  $T \cdot E^{1/3}$  de los hilos de filamentos de poliéster por la Rt de la cuerda, es mayor que 1350 mN %<sup>1/3</sup>/tex.