

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 377 377**

51 Int. Cl.:

D01D 5/06 (2006.01)

D01F 6/60 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **09809302 .4**

96 Fecha de presentación: **21.07.2009**

97 Número de publicación de la solicitud: **2321452**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **18.05.2011**

54 Título: **Proceso para la producción de una pluralidad de filamentos de poliamida aromática de alta resistencia y alto módulo**

30 Prioridad:
29.08.2008 EP 08163291

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
27.03.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
27.03.2012

73 Titular/es:
**Teijin Aramid B.V.
Velperweg 76
6824 BM Arnhem, NL**

72 Inventor/es:
**JAARSVELD, Michiel Jan Adriaan y
VAN WORKUM, Theodorus Hendrikus**

74 Agente/Representante:
de Elzaburu Márquez, Alberto

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

ES 2 377 377 T3

DESCRIPCIÓN

Proceso para la producción de una pluralidad de filamentos de poliamida aromática de alta resistencia y alto módulo

La invención se refiere a un proceso para la producción de filamentos de poliamida aromática de alta resistencia y alto módulo.

5 Dichos procesos son conocidos en la materia. Inicialmente, la disolución ácida de poliamidas aromáticas se extruía en un fluido no coagulante, por ejemplo aire, y entonces en un baño superficial de fluido coagulante, por ejemplo agua, y se sacaba a través de un orificio en el fondo del baño. Se dirigieron desarrollos posteriores a aumentar la velocidad de hilado, lo que conduce a un rendimiento mayor, haciendo por tanto más eficaz el proceso. Sin embargo, la calidad del hilo se deteriora al aumentar la velocidad de hilado. Aún peor, a veces tienen que reducirse las velocidades de hilado para los hilos finos y delicados. Esto reduce aún más la capacidad.

Se ha reconocido que las altas velocidades de hilado crean una fricción significativa entre los filamentos y el líquido coagulante debido a la gran diferencia en velocidad entre los filamentos y el líquido coagulante, conduciendo por tanto a una reducción de las propiedades del filamento, por ejemplo, la fuerza por densidad lineal unitaria.

15 El documento US 4.869.860 da a conocer un proceso mejorado para la producción de filamentos de poliamida aromática. Después de la extrusión, la disolución polimérica pasa verticalmente de forma descendente a un líquido coagulante acelerado por la gravedad y en caída libre. Aunque se reduce la diferencia de velocidad entre filamentos y líquido coagulante, la velocidad de hilado sigue estando limitada por el hecho de que la velocidad del líquido coagulante no puede aumentarse por encima de la velocidad alcanzada mediante la aceleración de la gravedad.

20 Por consiguiente, el documento US 4.898.704 da a conocer un proceso para la producción de filamentos de poliamida aromática de alta resistencia y alto módulo mediante la coagulación de una urdimbre de filamentos a partir de un hilera lineal mediante el suministro de una lámina a chorro de líquido coagulante de forma igualada y uniforme a lo largo de cada lado de la urdimbre. El chorreo del líquido coagulante reduce adicionalmente la velocidad relativa del filamento frente al líquido coagulante. Los chorros se localizan en cada lado de la urdimbre, mostrando por tanto el coagulador a chorro una configuración simétrica. Debido a la disposición simétrica de los chorros, los filamentos no se aplastan y no entran en contacto con ninguna superficie sólida ni mecánica hasta después de coagular.

25 El documento US 4.298.565 da a conocer un proceso mejorado para la preparación de filamentos de poliamida aromática de alta resistencia y alto módulo en que se extruye una disolución ácida que contiene al menos 30 g/100 ml de ácido de una poliamida aromática a través de una hilera en una capa de fluido no coagulante y entonces en un baño coagulante, formando filamentos que se pasan a través de un conducto de hilado alineado con la hilera. Se chorrea líquido coagulante adicional simétricamente por los filamentos a lo largo de una dirección descendente, formando un ángulo de 0 a 85° con respecto a los filamentos. La velocidad del líquido coagulante chorreado puede ser del orden de un 150% de la del hilo, preferiblemente no supera aproximadamente un 85% de la velocidad del hilo. Las mejores de las propiedades de los hilos no se observan a menos que hilera, conducto de hilado, chorros y la extensión del conducto de hilado estén cuidadosamente alineados en el mismo eje y a menos que los elementos de chorro se diseñen y alineen cuidadosamente para proporcionar un chorreo perfectamente simétrico por la línea de enfilado.

El chorreo simétrico se considera necesario para conseguir filamentos con las propiedades deseadas a altas velocidades de hilado, para evitar condiciones de coagulación heterogéneas en los filamentos individuales y para evitar que se peguen los filamentos a la pared del conducto de hilado o entre sí.

40 Es por lo tanto un objeto de la presente invención proporcionar una alternativa a los procesos de la técnica anterior que emplea un coagulador a chorro simétrico que permite un hilado a alta velocidad de filamentos de poliamida aromática de alta resistencia y alto módulo con una disposición de proceso más sencilla y por tanto económica.

Este objeto se consigue con un proceso para la producción de una pluralidad de filamentos de poliamida aromática de alta resistencia y alto módulo que comprende las etapas de:

- 45 - extruir una disolución ácida que contiene al menos un 15% en peso de una poliamida aromática a través de orificios dispuestos linealmente en una hilera, proporcionando así una urdimbre de filamentos,
- pasar la urdimbre de filamentos a través de una capa de fluido no coagulante en un baño de coagulación, y posteriormente
- 50 - pasar la urdimbre a través de un conducto de hilado, teniendo el conducto de hilado una sección transversal alargada con al menos dos lados opuestos que están paralelos a la urdimbre de filamentos, siendo la longitud de estos lados al menos tan larga como la anchura de la urdimbre de filamentos,
- chorrear líquido coagulante adicional a un caudal constante por los filamentos en dirección descendente a un ángulo de entre 15 y 75° con respecto a los filamentos,

- desplazándose de forma descendente el líquido coagulante chorreado con la urdimbre de filamentos a través del conducto de hilado a una velocidad de aproximadamente 50 a 100% de la velocidad de los filamentos, chorreándose el líquido coagulante a través de un canal de chorro de cualquier lado del conducto de hilado que es paralelo a la urdimbre de filamentos, teniendo el canal de chorro al menos la misma anchura que la urdimbre de filamentos.

- 5 De acuerdo con los procedimientos conocidos, los filamentos se desvían, se lavan y/o se neutralizan y secan antes de ovillar los hilos producidos por el proceso.

El término "urdimbre", como se usa en la presente memoria, significa una serie de filamentos alineados conjuntamente de forma esencialmente paralela.

- 10 El proceso según la invención hace uso de una configuración de chorro asimétrica. Se chorrea el líquido coagulante por los filamentos solo en un lado de los filamentos. En un coagulador de chorro, el líquido de coagulación, preferiblemente agua o disoluciones acuosas, se chorrea a lo largo del hilo. Al hacer esto, se reduce la fricción agua/hilo, y por lo tanto la tensión del hilo. También, al elegir cuidadosamente el ángulo de chorro, puede controlarse la succión del baño coagulador. Esto da control sobre la estabilidad del baño. También el chorro puede usarse para aspirar el hilo durante el enfilado.

- 15 Aunque la técnica anterior indica otra cosa, pudo encontrarse sorprendentemente que el proceso según la invención, con una configuración de chorro asimétrica en combinación con una hilera lineal, conduce a filamentos de poliamida aromática de alta resistencia y alto módulo sin pérdida de propiedades incluso a altas velocidades de hilado. La configuración de chorro asimétrica es suficiente para recubrir los filamentos individuales con líquido coagulante y para evitar que se peguen los filamentos a la pared del conducto de hilado así como con otros filamentos. El proceso según la invención permite una construcción más sencilla de la unidad de coagulación, ya que se requiere solo un chorro, lo que hace la fabricación mucho más fácil y por lo tanto reduce costes. El uso de solo un chorro en lugar de dos o incluso una pluralidad de chorros alineados simétricamente reduce también el riesgo de obturación en el canal de salida del chorro, puesto que la altura del canal de chorro puede aumentarse para obtener velocidades similares en el conducto. A condición de que la sección transversal del conducto de hilado, así como la velocidad de flujo, sean idénticas, pasa el mismo caudal a través de solo un canal de chorro. La altura del canal de chorro único que tiene la misma anchura que los dos chorros dispuestos simétricamente puede duplicarse entonces en comparación con los dos chorros dispuestos simétricamente. La altura aumentada del canal de chorro se suma también a una construcción más sencilla, porque los canales de chorro estrechos son mucho más difíciles de fabricar con una precisión similar.

- 20 25 30 Preferiblemente, la anchura de chorro supera la anchura de la urdimbre de filamentos en al menos un 2,5%, más preferiblemente en al menos un 5% y lo más preferiblemente en al menos un 10%.

- 35 El proceso según la invención usa una hilera alargada lineal en lugar de una hilera circular que comprende orificios dispuestos radialmente o un agrupamiento de orificios en la zona circular. Una disposición de hilera circular conduce a unas condiciones de coagulación heterogéneas para la pluralidad de filamentos desde el borde exterior del agrupamiento de filamentos o filamentos dispuestos radialmente hasta el centro del agrupamiento de filamentos o filamentos dispuestos radialmente.

Los orificios de la hilera se disponen en filas y las posiciones de los orificios en cada fila se equilibran con los orificios de filas adyacentes para proporcionar una urdimbre de filamentos espaciados uniformemente.

- 40 La serie de orificios puede estar en el intervalo de 1 a 25 filas, preferiblemente de 3 a 15 filas, más preferiblemente de 3 a 10 filas. Los orificios de la hilera están preferiblemente espaciados con separaciones en el intervalo de 0,4 - 1,5 mm y siendo la distancia entre orificios adyacentes de una fila la misma que la distancia entre orificios en filas adyacentes, formando así un paso triangular equilátero. En una realización preferida, el número de orificios por fila se encuentra entre 50 y 200.

- 45 Los líquidos coagulantes preferidos son disoluciones acuosas, preferiblemente agua. El líquido coagulante está habitualmente a una temperatura inicial de menos de 20°C, preferiblemente menos de 10°C.

- 50 Hay un límite superior al flujo de chorro. Cuando la velocidad del chorro alcanza la velocidad de hilado, la tensión antes del rodillo de desviación se vuelve tan baja que el hilo ya no se desvía, sino que los filamentos caen rectos. Un rodillo de desviación desvía la dirección del hilo de vertical a horizontal o viceversa. En una realización preferida del proceso según la invención, el líquido coagulante chorreado se desplaza descendentemente con la urdimbre de filamentos a través del tubo de hilado a una velocidad de aproximadamente 80 a 95% de la velocidad de los filamentos.

En otra realización preferida del proceso según la invención, los filamentos individuales tienen una densidad lineal de 0,4 dtex a 10 dtex. El número de filamentos hilados por el proceso se encuentra entre 50 y 5000 filamentos, más preferiblemente entre 500 y 2500 filamentos.

La velocidad de desplazamiento descendente de los filamentos a través del conducto de hilado se encuentra preferiblemente entre 300 m/min y 2000 m/min, más preferiblemente entre 300 m/min y 1000 m/min.

5 El proceso según la invención es especialmente ventajoso si el líquido de chorreo y/o líquido de lavado se reutiliza parcial o completamente recogiendo y alimentándolo al coagulador de chorro. La altura aumentada del canal de chorro en comparación con la disposición de chorro simétrica conduce a un riesgo de obturación reducido.

Debe observarse que el proceso según la presente invención no está limitado a una sola hilera, sino que comprende también múltiples hileras que van en paralelo, por ejemplo, en un colector de hilado.

Se consigue también el objeto de la presente invención con un proceso para la producción de una pluralidad de filamentos de poliamida aromática de alta resistencia y alto módulo que comprende las etapas de

10 - extruir una disolución ácida que contiene al menos un 15% en peso de una poliamida aromática a través de una hilera con orificios dispuestos en 1 a 10 filas en forma anular, proporcionando así un haz de filamentos,

- pasar el haz de filamentos a través de una capa de fluido no coagulante en un baño de coagulación, y posteriormente

15 - pasar el haz de filamentos a través de un conducto de hilado, teniendo el conducto de hilado una sección transversal en forma anular y teniendo un diámetro interno una pared del tubo de hilado interna y teniendo un diámetro externo una pared del tubo de hilado externa,

- chorrear líquido coagulante adicional a un caudal constante por los filamentos en dirección descendente a un ángulo de entre 15 y 75° con respecto a los filamentos,

20 - desplazar de forma descendente el líquido coagulante chorreado con la urdimbre de filamentos a través del conducto de hilado a una velocidad de aproximadamente 50 a 100% de la velocidad de los filamentos, chorreándose el líquido coagulante a través de un canal de chorro, y estando localizado el canal de chorro a lo largo de la circunferencia de la pared del tubo de hilado externa o a lo largo de la circunferencia de la pared del tubo de hilado interna.

25 El líquido coagulante en esta disposición se chorrea por los filamentos solo por un lado de los filamentos, y por lo tanto puede considerarse también una configuración de chorro asimétrica. El chorreo se lleva a cabo por la dirección del diámetro del conducto de hilado interno o por el diámetro del conducto de hilado externo. Se chorrean entonces los filamentos contra la pared del conducto de hilado interna o la pared del conducto de hilado externa. Sin embargo, la configuración de chorro es suficiente para recubrir los filamentos individuales con líquido coagulante y para evitar que se peguen los filamentos a la pared del conducto de hilado, así como con otros filamentos.

30 En una realización preferida de este proceso, el diámetro interno del conducto de hilado es de al menos 4 mm, más preferiblemente de al menos 6 mm y lo más preferiblemente de al menos 12 mm.

El número de filamentos hilados por el proceso anteriormente dado a conocer es de al menos 250, preferiblemente de al menos 500.

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

35 Se llevó a cabo el hilado extruyendo una disolución ácida de una poliamida aromática a través de una hilera consistente en 125 capilares en 3 filas con un paso triangular de 1 mm. La velocidad de hilado era de 500 m/min. La velocidad del líquido coagulante en el conducto de hilado bajo el chorro era un 80% de la velocidad de hilado. El ángulo del chorro era de 30°.

40 El "alargamiento de rotura" (EAB en inglés) y la "fuerza por densidad lineal unitaria" (BT en inglés) del hilo resultante se midieron según la norma ASTM D885-98.

Se dan las propiedades de hilo resultantes obtenidas usando un coagulador de chorro en comparación con un hilo obtenido mediante el mismo equipo usando la misma disolución ácida de poliamida aromática, pero sin chorrear líquido coagulante adicional por los filamentos.

Ejemplo I

45 Se llevó a cabo el ejemplo I usando una disposición de chorro asimétrica con una altura de chorro de 0,5 mm y una anchura del conducto de hilado de 1 mm. La Tabla 1 muestra las propiedades del hilo resultante con y sin chorro.

Tabla 1

	EAB	BT
	%	mN/tex
Coagulador de chorro simétrico	3,11	2292
Ejemplo comparativo sin chorro	3,31	2067
Ganancia de chorro	-0,20	+224

Ejemplo II (referencia)

5 Se llevó a cabo el ejemplo II usando una disposición de chorro simétrica con dos chorros opuestos entre sí. La anchura del conducto de hilado era la misma que en el ejemplo 1, concretamente 1 mm. Puesto que se pasa ahora el mismo caudal que en el ejemplo 1 a través de dos chorros, se redujo la altura del chorro a 0,25 mm para obtener la misma velocidad del líquido coagulante en el conducto de hilado. La Tabla 2 muestra las propiedades del hilo resultante con y sin chorro.

Tabla 2

	EAB	BT
	%	mN/tex
Coagulador de chorro simétrico	3,42	2230
Ejemplo comparativo sin chorro	3,37	2069
Ganancia de chorro	+0,05	+161

Ejemplo III (referencia)

10 Se llevó a cabo el ejemplo III usando una disposición de chorro simétrica con dos chorros opuestos entre sí. En este ejemplo, se mantuvo la altura del chorro igual que en el ejemplo I, concretamente a 0,5 mm. A través de cada chorro pasó el mismo caudal que en el ejemplo I. Por lo tanto, el caudal en el conducto de hilado se duplicó en comparación con el ejemplo I. Para obtener la misma velocidad del líquido coagulante en el conducto de hilado, se duplicó la anchura del tubo de hilado a 2 mm. La Tabla 3 muestra las propiedades del hilo resultante con y sin chorro.

15 Tabla 3

	EAB	BT
	%	mN/tex
Coagulador de chorro simétrico	3,25	2355
Ejemplo comparativo sin chorro	3,44	2134
Ganancia de chorro	-0,19	+221

Una disposición de chorro asimétrica conduce a hilos con propiedades de hilo comparables o incluso mejores que usando una disposición de chorro simétrica. Aunque el ejemplo III condujo básicamente a la misma ganancia de propiedades de hilo en comparación con el ejemplo I, la disposición simétrica necesitó un caudal de líquido coagulante que era el doble en comparación con la disposición de chorro simétrica.

REIVINDICACIONES

1. Proceso para la producción de una pluralidad de filamentos de poliamida aromática de alta resistencia y alto módulo, que comprende las etapas de:
- 5 - extruir una disolución ácida que contiene al menos un 15% en peso de una poliamida aromática a través de orificios dispuestos linealmente en una hilera, proporcionando así una urdimbre de filamentos,
 - pasar la urdimbre de filamentos a través de una capa de fluido no coagulante en un baño de coagulación, y posteriormente
 - 10 - pasar la urdimbre a través de un conducto de hilado, teniendo el conducto de hilado una sección transversal alargada con al menos dos lados opuestos que están paralelos a la urdimbre de filamentos, siendo la longitud de estos lados al menos tan larga como la anchura de la urdimbre de filamentos,
 - chorrear líquido coagulante adicional a un caudal constante por los filamentos en dirección descendente a un ángulo de entre 15 y 75° con respecto a los filamentos,
 - 15 - desplazar de forma descendente el líquido coagulante chorreado con la urdimbre de filamentos a través del conducto de hilado a una velocidad de aproximadamente 50 a 100% de la velocidad de los filamentos, chorreándose el líquido coagulante a través de un canal de chorro de cualquier lado del conducto de hilado que es paralelo a la urdimbre de filamentos, y teniendo el canal de chorro al menos la misma anchura que la urdimbre de filamentos.
2. Proceso según la reivindicación 1, caracterizado porque el líquido coagulante chorreado se desplaza descendentemente con la urdimbre de filamentos a través del conducto de hilado a una velocidad de aproximadamente 80 a 95% de la velocidad de los filamentos.
- 20 3. Proceso según la reivindicación 1 o 2, caracterizado porque los filamentos tienen una densidad lineal de 0,5 dtex a 10 dtex.
4. Proceso según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque la velocidad de los filamentos se encuentra entre 300 m/min y 2000 m/min
- 25 5. Proceso según la reivindicación 1, caracterizado porque el líquido coagulante se reutiliza parcial o totalmente recogéndolo y alimentándolo al chorro.
6. Proceso para la producción de una pluralidad de filamentos de poliamida aromática de alta resistencia y alto módulo que comprende las etapas de:
- 30 - extruir una disolución ácida que contiene al menos un 15% en peso de una poliamida aromática a través de una hilera con orificios dispuestos en 1 a 10 filas en forma anular concéntrica, proporcionando así un haz de filamentos,
 - pasar el haz de filamentos a través de una capa de fluido no coagulante en un baño de coagulación, y posteriormente
 - pasar el haz de filamentos a través de un conducto de hilado, teniendo el conducto de hilado una sección transversal en forma anular con una pared del tubo de hilado interna que tiene un diámetro interno y una pared del tubo de hilado externa que tiene un diámetro externo,
 - 35 - chorrear líquido coagulante adicional a un caudal constante por los filamentos en dirección descendente a un ángulo de entre 15 y 75° con respecto a los filamentos,
 - 40 - desplazar de forma descendente el líquido coagulante chorreado con la urdimbre de filamentos a través del conducto de hilado a una velocidad de aproximadamente 50 a 100% de la velocidad de los filamentos, chorreándose el líquido coagulante a través de un canal de chorro, estando localizado el canal de chorro a lo largo de la circunferencia de la pared del tubo de hilado externa o a lo largo de la circunferencia de la pared del tubo de hilado interna.