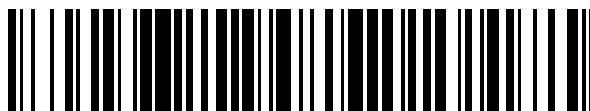


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 381 049**

51 Int. Cl.:  
**D01D 5/088** (2006.01)  
**D01D 10/02** (2006.01)  
**D01F 6/62** (2006.01)  
**D02G 3/02** (2006.01)  
**G01B 5/02** (2006.01)  
**G01L 5/04** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **04708231 .8**  
96 Fecha de presentación: **04.02.2004**  
97 Número de publicación de la solicitud: **1590511**  
97 Fecha de publicación de la solicitud: **02.11.2005**

54 Título: **Hilo de poli(tereftalato de trimetileno) recocido al devanar**

30 Prioridad:  
**05.02.2003 US 445158 P**  
**16.09.2003 US 663295**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**22.05.2012**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**22.05.2012**

73 Titular/es:  
**E.I. DU PONT DE NEMOURS AND COMPANY**  
**1007 MARKET STREET**  
**WILMINGTON, DE 19898, US**

72 Inventor/es:  
**DING, Zhuomin y**  
**LONDON, Joe, Forrest, Jr.**

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

ES 2 381 049 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**

Hilo de poli(tereftalato de trimetileno) recocado al devanar

**Referencia cruzada a solicitud relacionada**

5 Esta solicitud de patente se refiere a y reivindica beneficios de prioridad procedente del documento U.S. Serie No. 10/663295, presentado el 16 de Septiembre de 2003, y de la solicitud de patente provisional de EE.UU., serie No. 60/445.158, presentada el 5 de Febrero de 1003, incorporados en su totalidad por referencia en esta memoria.

**Campo de la invención**

10 La presente invención se refiere a un hilo de poliéster y a su fabricación. Más particularmente, la invención es un procedimiento para proporcionar hilos de poli(tereftalato de trimetileno) que resisten el envejecimiento por almacenamiento, que son adecuados para usar como hilos alimentados para su tratamiento posterior tal como estirado y/o estirado-texturación, así como también para uso directo en tejidos sin tratamiento adicional..

**Antecedentes de la invención**

15 El poli(tereftalato de etileno)("2GT") y el poli(tereftalato de butileno)("4GT"), a los que se alude en general como "poli(tereftalatos de alquileno)", son poliésteres comerciales comunes. Los poli(tereftalatos de alquileno) poseen excelentes propiedades físicas y químicas, en particular. estabilidad frente a compuestos químicos, el calor y la luz, puntos de fusión altos y alta resistencia. Como resultado han sido utilizados ampliamente para la fabricación de resinas, películas y fibras.

20 El poli(tereftalato de trimetileno)("3GT") ha adquirido un interés comercial creciente como fibra debido a los desarrollos recientes de procedimientos de obtención de menor costo del 1,3-propanodiol (PDO), uno de los componentes de la estructura fundamental del polímero. El 3GT en forma de fibra ha sido deseable desde hace largo tiempo por su aptitud para la tinción a presión atmosférica por colorantes de dispersión, bajo módulo de curvatura, recuperación elástica y resiliencia.

25 Los hilos procedentes del alimentador (a los que también se hace referencia en esta memoria como "hilos alimentados", tales como hilos parcialmente orientados, "POY") se preparan, típicamente, por hilado en estado de fusión del polímero de partida. Los hilos del alimentador no poseen las propiedades requeridas para obtener productos textiles sin un proceso posterior de estirado o de estirado-texturación, y, por consiguiente, son sometidos con frecuencia a almacenamiento. Durante el almacenamiento, antes del tratamiento subsiguiente, los hilos del alimentador envejecen frecuentemente, lo que da por resultado pérdida de propiedades. Como hilo alimentado para estirado-texturación o estirado, el POY es transportado con frecuencia desde la instalación productora de la fibra hasta instalaciones en las que el POY es sometido al proceso de estirado-texturación o de estirado.

30 Un problema importante de envejecimiento de los hilos POY de 3GT ocurre generalmente durante el tiempo que transcurre desde que el hilo ha sido producido en una máquina de hilar hasta antes de tratar el hilo en una máquina de estirar o texturizar. (Por el contrario, los hilos de 2GT no envejecen, típicamente, con mucha rapidez durante el transcurso del almacenamiento del hilo y, por tanto, pueden permanecer adecuados para operaciones realizadas aguas debajo, de estirado o de estirado-texturación después de períodos de almacenamiento tan largos como, por ejemplo, 3 meses). Los problemas de envejecimiento de los hilos de 3GT son especialmente evidentes a temperaturas elevadas durante el almacenamiento y el transporte. Por ejemplo, temperaturas de 38°C y superiores pueden ser experimentadas por los hilos durante el almacenamiento durante los meses de verano en una instalación sin aire acondicionado. Los hilos POY de 3GT almacenados a temperaturas de 38°C o más, pueden llegar a ser inadecuados en menos de 24 horas para el tratamiento subsiguiente.

35 El documento EP 1 172 467 A1 describe un procedimiento de fabricación de un hilo de 3GT en el que los procesos de hilado y almacenamiento se realizan bajo condiciones rigurosas de temperatura y humedad, 10 – 25°C, en una humedad relativa de 75 – 90%. Este proceso no es práctico para los fabricantes que carecen de instalaciones de almacenamiento con aire acondicionado en climas cálidos, o que transportan el hilo en camiones u otros medios de transporte sin aire acondicionado. El documento EP 1 172 467 A1 describe, además, que existe un impacto importante de la temperatura sobre el almacenamiento del hilo, lo que da como resultado bobinas de hilo deformadas, inadecuadas para los procesos subsiguientes de estirado y texturación.

40 Igualmente, el documento EP 1 209 262 describe también un hilo de 3GT, declarando que era capaz de ser almacenado y texturizado seguidamente. La patente afirma que el hilo posee una propiedad mejorada de arrollamiento en bobina si la fibra tiene una orientación de 0,030 – 0,070 determinada mediante birrefringencia, y una cristalinidad de 1,320 – 1,340 g/cm<sup>3</sup> determinada por la densidad de la fibra/cm<sup>3</sup>. Se proporciona un procedimiento de producción de tales fibras mediante tratamiento por calor (50 –170°C) y cristalización de las fibras durante el proceso de hilado, y devanando inmediatamente con una "tensión extremadamente baja" (0,02-0,20 cN/dtex). Sin embargo, la tecnología descrita en la patente implica que la primera polea guía esté fría, que la segunda polea guía esté caliente y que la bobina sea devanada inmediatamente después de la polea guía caliente.

El documento JP02129427 revisa la tecnología de recocado-devanado que arrolla la bobina inmediatamente después de la polea guía caliente. Según el documento JP02129427, el devanado directo de la bobina después de una polea guía caliente proporciona una hebra blanda originada por la alta temperatura de la hebra existente entre la polea guía calentada y el devanador. La hebra blanda da lugar a una hebra con agitación, lo que ocasiona un aumento de las roturas durante el proceso de hilado o un aumento del número fallos en los cambios de bobinas en procesos automáticos. Además, con objeto de mejorar la uniformidad del hilo, disminuir las roturas durante el proceso de hilado o reducir los fallos al realizar el cambio de bobinas en procesos automáticos causados por las hebras blandas en la tecnología, ha de aumentarse la tensión de arrollamiento entre la polea guía caliente y el devanador. Este aumento de la tensión de arrollamiento hace imposible evitar un arrollamiento hermético de la bobina. Por consiguiente, la tecnología de devanar una bobina inmediatamente después de una polea guía caliente, no es el avance que permita fabricar PTT-POY sin arrollamiento hermético de la bobina, sin roturas durante el proceso de hilado, o sin fallos al realizar los cambios bobinas.

Tanto la patente de EE.UU. No. 6.399.194 como el documento JP 01214372 describen procesos en los que los hilos de 3GT son sometidos a una etapa de tratamiento por calor después de enfriar y de la aplicación de un acabado a la fibras hiladas antes de ser devanadas. En estos procesos, los hilos calientes son devanados directamente en bobinas para evitar que la hebra pase por otra polea guía bajo tensión baja antes de arrollamiento..

El documento WO 01/85590 describe el tratamiento por calor de un hilo no cristalino durante el proceso de hilado. Debido a que el hilo es amorfo, se aplica estirado permitiendo que la hebra pase la segunda polea guía (fría).

El documento JP02129427 reconoce varios de los problemas encontrados en las patente anteriores, y coloca una polea guía fría después de la polea guía caliente antes del arrollamiento.

El documento EP-A-1 285 876 describe un procedimiento de producción de un hilo de poliéster parcialmente orientado, que comprende:

- someter a extrusión a través de una hilera poli(tereftalato de trimetileno) en estado fundido;
- enfriar el poli(tereftalato de trimetileno) obtenido en la extrusión formando una hebra de filamentos sólidos en la que los filamentos tienen una tensión a 130°C mayor que 0,018 cN/dtex (0,02 g/d), aproximadamente;
- hacer pasar los filamentos sobre una o dos poleas guía calentadas a una temperatura desde 70 a 120°C, a una velocidad de al menos 3000 m/m, aproximadamente;
- devanar el hilo formando una bobina, en cuyo proceso la bobina se mantiene en 30°C o menos.

El documento US 6.335.093 describe un procedimiento de producción de un hilo rizado compuesto que comprende 50-90% en peso de filamentos de celulosa y filamentos de fibras sintéticas, tales como PTT. Los filamentos de celulosa están entrelazados con los filamentos de fibras de PTT. Los hilos rizados compuestos sufren un tratamiento por calor mediante el cual se obtiene una estructura de cubierta/núcleo en la que los filamentos celulósicos forman la cubierta u los filamentos de PTT forman el núcleo. El hilo rizado compuesto puede ser texturizado mediante torcimiento falso. La etapa de texturación de torcimiento falso va seguida de un tratamiento por calor a una temperatura de 140°C a 220°C.

Si bien se reconoce que el envejecimiento de hilos del alimentador de 3GT es una consecuencia, sería deseable disponer de un proceso de hilado con pocas roturas del hilo obtenido que fuera capaz de producir un hilo en una dimensión grande de la bobina, por ejemplo, 6 kg o más, aproximadamente, con alta uniformidad y con baja formación de protuberancias u hoyos. Además, sería deseable que tal procedimiento proporcionara una bobina de hilo con conformación estable de la bobina y propiedades estables del hilo, es decir, un procedimiento en el que la bobina no se deforme y en el que las propiedades del hilo no cambien a temperaturas altas de almacenamiento, tales como 38°C o mayores.

### Sumario de la invención

Conforme a un primer aspecto según la invención, se proporciona un procedimiento estable de recocado-devanado para producir un hilo de poliéster que comprende:

- (a) someter a extrusión a través de una hilera poli(tereftalato de trimetileno) fundido;
- (b) enfriar el poli(tereftalato de trimetileno) obtenido en la extrusión para formar una hebra de filamentos sólidos en la que los filamentos tienen una tensión a 130°C mayor que 0,018 cN/dtex (0,02 g/d), aproximadamente;
- (c) hacer pasar los filamentos a una polea guía que se hace funcionar a una velocidad y una temperatura para calentar la hebra, en cuyo procedimiento la velocidad y la temperatura a que la hebra es calentada son suficientes para proporcionar un hilo con un valor de retracción en calor seco de aproximadamente 4% o menos; en el que la velocidad de la polea guía calentada es al menos, 3000 m/m aproximadamente y la temperatura de la polea guía calentada es, aproximadamente, 90°C a, aproximadamente, 165°C aproximadamente; y

(d) hacer pasar el hilo a una polea guía de enfriamiento en la que el hilo es enfriado a una temperatura de 35°C aproximadamente o menos, en el que la velocidad de la polea guía de enfriamiento proporciona una razón de estirado entre la polea guía calentada y la polea guía de enfriamiento, de aproximadamente 1.04 ó menos, en el que la tensión de la hebra es aumentada antes de pasar a la polea guía de enfriamiento, en el que la tensión de la hebra es aumentada al menos en 0,0044 cN/dtex (0,005 g/d); y

(e) en el que la hebra que procede de la polea guía de enfriamiento es devanada en una bobina.

Puede aplicarse un acabado a los filamentos sólidos después de enfriar. Preferiblemente, el arrollamiento es tal que la velocidad auténtica del hilo es menor que la velocidad de la polea guía fría. Asimismo, preferiblemente, los filamentos son devanados en una bobina a una tensión mayor que, aproximadamente, 0,035 cN/dtex (0,04 gramos por denier (g/d))

Conforme a otro aspecto según la presente invención, un hilo de poli(tereftalato de trimetileno) hilado en fusión posee una retracción en calor seco (Dry Warm Shrinkage) (DWS) de, aproximadamente, 4% o menos. Preferiblemente el valor DWS es, aproximadamente, 2% o menos. Según todavía otro aspecto de la invención, el hilo de poli(tereftalato de trimetileno) hilado en fusión, devanado en una bobina, por exposición a temperaturas de 41°C durante al menos aproximadamente 3,2 horas posee una razón de hoyos de aproximadamente 0,82 o menos, o tiene una diferencia de diámetros de la bobina de 2 mm o menos, aproximadamente.

Conforme a otro aspecto según la presente invención, el hilo, que posee un valor DWS de aproximadamente 4% o menos, puede ser arrollado en una bobina que tiene un grosor de la capa de hilo de al menos 50 mm aproximadamente y un peso de bobina de al menos 6 kg, aproximadamente. La bobina devanada podría tener un grosor de la capa de hilo de al menos 63 mm, aproximadamente, 74 mm aproximadamente, 84 mm aproximadamente o incluso, al menos, 94 mm, aproximadamente, y un peso de bobina de al menos 8 kg aproximadamente, 10 kg aproximadamente, 12 kg aproximadamente o incluso, 14 kg aproximadamente. De preferencia, la bobina devanada posee una razón de protuberancias menor que 9% aproximadamente y una razón de hoyos de 2% o menos aproximadamente. De preferencia, el hilo es arrollado en torno a un tubo sustancialmente desprovisto de deformación.

Preferiblemente, el hilo posee una tenacidad igual o mayor que, aproximadamente, 2,2 cN/dtex (2,5 g/d. También, preferiblemente, el hilo posee un módulo menor o igual que, aproximadamente, 20 cN/dtex (23 g/d), Además, el hilo tiene preferiblemente un Uster menor o igual que, aproximadamente, 2%. Además, el hilo tiene preferiblemente una retracción en ebullición menor o igual que, aproximadamente, 14%.

Según otro aspecto de la presente invención una bobina de hilo hecha con poli(tereftalato de trimetileno) procedente de un proceso de hilado en fusión, que tiene un valor DWS de 4% o menos, aproximadamente, un grosor de las capas de hilo de al menos 16 mm, aproximadamente, un peso de al menos 1,5 kg, aproximadamente, y que posee un diámetro de bobina de al menos 142 mm, aproximadamente, por exposición a temperaturas de al menos 41°C durante 3,2 horas al menos, posee una razón de hoyos de, aproximadamente, 0,82% o menos

Según todavía, otro aspecto de la presente invención, una bobina hecha con hilo de poli(tereftalato de trimetileno) hilado en fusión, que tiene un valor DWS de, aproximadamente, 4% o menos, un grosor de las capas de hilo de, aproximadamente, 20 – 30 mm, un peso de, aproximadamente, 2 – 3 kg y que tiene un diámetro de bobina de, aproximadamente, 151 – 169 mm, que por exposición a una temperatura de al menos 41°C durante al menos 3,2 horas, tiene una diferencia entre los diámetros del extremo y de la parte media de la bobina de, aproximadamente, 2 mm o menos.

También se describe un método que comprende

- (a) medir la longitud sin estirar de un hilo como  $L_1$ ;
- (b) calentar el hilo durante un tiempo y a una temperatura suficientes para que el hilo alcance al menos el 85% de su retracción de equilibrio;
- (c) enfriar el hilo calentado;
- (d) medir la longitud sin estirar del hilo enfriado como  $L_2$ ; y
- (e) calcular la retracción en calor seco (DWS) del hilo usando la fórmula:

$$DWS = \frac{L_1 - L_2}{L_1} \times 100$$

Preferiblemente, la temperatura de calentamiento es, aproximadamente, 30 a 90°C. También preferiblemente, el tiempo de calentamiento está determinado por la temperatura de calentamiento, según la relación que sigue

$$\text{Tiempo de calentamiento} \geq 1,561 \times 10^{10} \times e^{-0,4482[\text{Temperatura de calentamiento}^*]}$$

en cuya relación el tiempo de calentamiento está expresado en minutos y la temperatura de calentamiento en grados Celsius. Más preferiblemente, el tiempo de calentamiento está determinado por la temperatura de calentamiento según la relación siguiente::

5 
$$\text{Tiempo de calentamiento} \geq 1,993 \times 10^{12} \times e^{-0,5330 [\text{Temperatura de calentamiento}]}$$

en la que el tiempo de calentamiento está expresado en minutos y la temperatura de calentamiento en grados Celsius.

### Descripción de los dibujos

La Figura 1 ilustra una configuración del proceso de hilado útil en esta invención

10 La Figura 2 proporciona una ilustración esquemática de una bobina de hilo que demuestra deformación por protuberancias y hoyos

La Figura 3 es una gráfica que ilustra la relación existente entre el valor DWS y las diferencias de diámetros de la bobina al envejecer, con la razón de hoyos, un fenómeno de envejecimiento.

15 La Figura 4 es una gráfica que muestra la razón de hoyos y la diferencia de diámetros de la bobina para una bobina de hilo antes y después de envejecer.

### Descripción detallada

La presente invención proporciona hilos de alimentador de 3GT para procesos de estirado y texturación con resistencia al envejecimiento mejorada debida recocido durante el hilado, así como también hilos de 3GT de uso final directo. En particular, la presente invención proporciona hilos que son estables durante el almacenamiento donde las temperaturas pueden alcanzar 38°C e incluso ser superiores. El hilo estable permite arrollar la bobina con facilidad durante el proceso de hilado, lo que permite producir bobinas de gran tamaño, es decir, de un tamaño de 20 donde las bobinas no son propensas al aplastamiento del tubo. Los hilos de 3GT producidos mediante el procedimiento de esta invención poseen alargamiento y tenacidad similares a las de otros hilos producidos sin recocer, manteniéndose con ello la productividad del proceso de hilado. La presente invención proporciona un proceso de hilado en el que los parámetros de la hilatura para el proceso de hilado están seleccionados basándose en la resistencia al envejecimiento determinada mediante un ensayo de envejecimiento.

#### Poli(tereftalato de trimetileno) 3GT

30 Los hilos proporcionados en la presente invención están basados en el polímero 3GT, que engloba el homopolímero y copoliésteres o copolímeros que contienen al menos, aproximadamente, 70% en moles de unidades de tri(tereftalato de trimetileno) que se repiten. Los poli(tereftalatos de trimetileno) preferidos contienen al menos, aproximadamente 85 % en moles, más preferiblemente, al menos aproximadamente 90% en moles, todavía más preferiblemente, al menos aproximadamente 95 ó al menos aproximadamente 98% en moles y, lo más preferible, aproximadamente 100% en moles de unidades de tri(tereftalato de trimetileno) que se repiten.

35 Por "copoliésteres o copolímeros" se alude a aquellos poliésteres obtenidos usando 3 ó más reactantes, teniendo cada uno de los cuales dos grupos que forman ésteres. Por ejemplo, puede usarse un copoli(tereftalato de trimetileno) en el que el comonomero empleado para producir el copoliéster está seleccionado entre el grupo que consiste en ácidos dicarboxílicos alifáticos lineales, cíclicos y ramificados que tienen 4-12 átomos de carbono (por ejemplo, ácido butanodioico, ácido pentanodioico, ácido hexanodioico, ácido dodecanodioico, y ácido 1,4-ciclohexanodicarboxílico); ácidos dicarboxílicos aromáticos distintos del ácido tereftálico y que tienen 8-12 átomos de carbono (por ejemplo, el ácido isoftálico y el ácido 2,6-naftalenodicarboxílico); dioles alifáticos lineales, cíclicos y ramificados que tienen 2-8 átomos de carbono (distintos del 1,3-propanodiol, por ejemplo, etanodiol, 1,2-propanodiol, 1,4-butanodiol, 3-metil-1,5-pentanodiol, 2,2-dimetil-1,3-propanodiol, 2-metil-1,3-propanodiol y 1,4-ciclohexanodiol); y glicoles de éteres aromáticos que tienen 4-10 átomos de carbono (por ejemplo, bis(2-hidroxiethyl)éter de hidroquinona o un poli(éter etilénico)glicol de un peso molecular inferior a 460 aproximadamente, incluyendo el glicol de éter dietilénico. El comonomero puede estar presente, típicamente, en el copoliéster en un nivel en el intervalo de aproximadamente 0,5 a aproximadamente 15% en moles, y puede estar presente en cantidades de hasta aproximadamente 30% en moles.

50 El poli(tereftalato de trimetileno) puede contener cantidades menores de otros comonomeros, y tales comonomeros son seleccionados habitualmente para que no tengan un efecto adverso importante sobre las propiedades. Tales otros comonomeros incluyen 5-sulfoisofalato sódico, por ejemplo, en un nivel en el intervalo de aproximadamente 0,2 a 5% en moles. Cantidades muy pequeñas de comonomeros trifuncionales, por ejemplo, ácido trimelítico, pueden ser incorporadas para regular la viscosidad.

La viscosidad intrínseca (I.V.) del poli(tereftalato de trimetileno) de la invención es, al menos, 0,80 dl/g, aproximadamente, de preferencia, al menos, 0,90 dl/g aproximadamente, y lo más preferible, al menos 1,0 dl/g aproximadamente. Las viscosidades intrínsecas de las composiciones de poliésteres de la invención, son, preferiblemente, de hasta 2,0 dl/g aproximadamente, más preferiblemente de hasta 1,5 dl/g aproximadamente y, lo más preferible, de hasta 1,2 dl/g aproximadamente. Ha de reconocerse que para conseguir una hebra estable y producir un hilo estable, el poli(tereftalato de trimetileno) que posee una viscosidad intrínseca inferior necesita una mayor velocidad de hilado que el polímero que tiene una viscosidad intrínseca mayor.

Poli(tereftalato de trimetileno) y técnicas de fabricación preferidas para producir poli(tereftalato de trimetileno) figuran descritas en las patentes de EE.UU. Nos. 5.015.789, 5.276.201, 5.284.979, 5.334.778, 5.364.984, 5.364.987, 5.391.263, 5.434.239, 5.510.454, 5.504.122, 5.532.333, 5.532.404, 5.540.868, 5.633.018, 5.633.362, 5.677.415, 5.686.276, 5.710.315, 5.714.262, 5.730.913, 5.763.104, 5.774.074, 5.786.443, 5.811.496, 5.821.092, 5.830.982, 5.840.957, 5.856.423, 5.962.745, 5.990.265, 6.232.511, 6.235.948, 6.245.844, 6.255.442, 6.277.289, 6.281.325, 6.297.408, 6.312.805, 6.325.945, 6.331.264, 6.335.421, 6.350.895, 6.353.062 y 6.437.193, H.L. Traub "Synthese und textilchemische Eigenschaften des Poly-Trimethyleneterphtalats", Dissertation Universität Stuttgart (1994), S. Schauhoff, "New Developments in the Production of Poly(trimethylene tereohthalate) (PTT)", Man-Made Fiber Year Book (Septiembre, 1996) y la solicitud de patente de EE.UU. No. 10/057.497. Los poli(tereftalatos de trimetileno) útiles como el poliéster de esta invención pueden obtenerse en el comercio, de E.I. du Pont de Nemours and Company, Wilmington, Delaware, con la marca comercial Sorona.

El poli(tereftalato de trimetileno) puede ser también una composición de poliéster que puede colorearse con colorantes ácidos, según se describe en las solicitudes de patente de EE.UU. Nos. 09/708.209, presentada el 8 de Noviembre de 2000 (correspondiente al documento WO 01/34693) ó 09/938.760, presentada el 24 de Agosto de 2002.

El poli(tereftalato de trimetileno) de la solicitud de patente de EE.UU. No. 09/708.209 comprende una amina secundaria o una sal de una amina secundaria en una cantidad eficaz para favorecer la aptitud de coloración con colorantes ácidos de las composiciones de poliésteres capaces de coloración con colorantes ácidos y coloreadas con colorantes ácidos. Preferiblemente, la unidad de amina secundaria está presente en la composición del polímero en una cantidad de al menos 0,5 % en moles aproximadamente, y más preferiblemente, de al menos 1% en moles aproximadamente. La unidad de amina secundaria está presente en la composición del polímero preferiblemente en una cantidad de 15% en moles aproximadamente, o menos, más preferiblemente, de 10 % en moles aproximadamente, o menos, y lo más preferible, de aproximadamente 5% en moles o menos, basada en el peso de la composición. Las composiciones de poli(tereftalato de trimetileno) capaces de coloración con colorantes ácidos, de la solicitud de patente de EE.UU. No. 09/938.760, presentada el 24 de Agosto de 2001, comprenden poli(tereftalato de trimetileno) y un aditivo polimérico a base de una amina terciaria. El aditivo polimérico se prepara partiendo de (i) una triamina que contiene una unidad o unidades de una amina secundaria o una unidad o unidades de una sal de una amina secundaria, y (ii) una o más de otras unidades de monómeros y/o polímeros. Un aditivo polimérico preferido comprende una poliamida seleccionada entre el grupo que consiste en poli-imino-bisalquienotereftalamida, -isofalamida y -1,6-naftalamida, y sus sales. También pueden prepararse fibras capaces de coloración con colorantes ácidos, usando poli(éter glicoles) de tetrametilpiperidina, según se describe en la patente de EE.UU. No. 4.001.190. El poli(tereftalato de trimetileno) útil en esta invención, puede comprender también composiciones coloreables o coloreadas catiónicamente tales como las descritas en la patente de EE.UU. No. 6.312.805, y composiciones coloreadas o que contienen colorante.

Otros aditivos poliméricos pueden añadirse al poli(tereftalato de trimetileno) para mejorar su resistencia, facilitar el procesamiento después de la extrusión o proporcionar otros beneficios. Por ejemplo, puede añadirse hexametilendiamina en cantidades pequeñas de aproximadamente 0,5 a aproximadamente 6% en moles para añadir resistencia y capacidad de procesamiento a las composiciones de poliésteres de la invención que pueden colorearse con colorantes ácidos. Poliamidas tales como Nylon 6 ó Nylon 6-6 pueden añadirse en cantidades menores de aproximadamente 0,5 a aproximadamente 5% en moles, para añadir resistencia y capacidad de procesamiento a las composiciones de poliésteres de la invención que pueden colorearse con colorantes ácidos. Puede añadirse un agente de nucleación, de preferencia aproximadamente 0,005 a aproximadamente 2% en peso, de una sal monosódica de un ácido dicarboxílico seleccionada entre el grupo que consiste en tereftalato monosódico, naftaleno-dicarboxilato sódico e isofalato monosódico, como agente de nucleación, según se describe en la patente de EE.UU. No. 6.245.644.

El poli(tereftalato de trimetileno) puede contener, si se desea, aditivos, por ejemplo, deslustrantes, agentes de nucleación, estabilizadores térmicos, reforzadores de la viscosidad, abrillantadores ópticos, pigmentos y antioxidantes. Puede añadirse TiO<sub>2</sub> u otros pigmentos al poli(tereftalato de trimetileno), la mezcla, o en la fabricación de las fibras (Véanse, por ejemplo, ñas patentes de EE.UU. Nos. 3.671.379, 5.798.433 y 5.340.909, 6.153.679, y los documentos EP 699 700 y WO 00/26301.

#### Procedimiento de hilado

En el procedimiento de la presente invención, la hilatura puede llevarse a cabo usando un equipo convencional de los conocidos en la técnica en lo que respecta a la producción de fibras de poliésteres. Típicamente, el 3GT puede

obtenerse como un material en escamas. Las escamas se secan en un sistema de desecación de escamas típico de poliésteres. Típicamente, el contenido de humedad después de desecar será, aproximadamente, 40 ppm (partes por millón) o menos.

5 Las etapas de extrusión, enfriamiento y de aplicación de un acabado a los filamentos, pueden llevarse a cabo por cualesquiera métodos estándar de la técnica de hilado de hilos de poliéster. Típicamente, una vez que las corrientes de polímero han sido obtenidas en la extrusión desde las hileras, son enfriadas para formar filamentos sólidos. El enfriamiento puede ser llevado a cabo de un modo convencional, usando aire u otros fluidos descritos en la técnica (por ejemplo, nitrógeno). Pueden usarse técnicas de flujo cruzado, radial u otras técnicas convencionales. Preferiblemente, las corrientes son enfriadas con aire. Se aplica a los filamentos un acabado convencional de los  
10 hilados.

Una vez aplicado a los filamentos un acabado, los filamentos se hacen pasar, opcionalmente, a través de un chorro de aire de entrelazado y después a una polea guía calentada.,

15 La temperatura y el número de vueltas sobre la polea guía calentada deben ser suficientes para recocer los filamentos y ofrecer una hebra estable. Esta temperatura debe estar en el intervalo de aproximadamente 90-165°C, preferiblemente 115-160°C aproximadamente, más preferiblemente 125-155°C aproximadamente. Los filamentos, típicamente, efectúan aproximadamente 4-10 vueltas sobre la polea guía calentada, con lo que los filamentos son calentados y recocidos. Menos vueltas serán necesarias a temperaturas más altas de la polea guía calentada, mientras que más vueltas permiten emplear temperaturas más bajas para que ocurra un recocido suficiente. Demasiadas vueltas o demasiado pocas vueltas pueden dar por resultado el que los filamentos sean inestables. Por  
20 ejemplo, con demasiado pocas vueltas, la polea guía puede tener dificultades para retener apropiadamente la hebra, lo que puede dar por resultado separación entre la polea guía y la hebra. Con demasiadas vueltas, la polea guía puede sacudir y desestabilizar la hebra. Los filamentos resultan suficientemente recocidos cuando el valor de DWS del hilo producido es, aproximadamente, 4% o menos.

25 La velocidad mínima de hilado en la presente invención para un polímero de 3GT dado que posee una I.V. particular, debe asegurar que los filamentos, después de solidificación y antes de llegar a la polea guía calentada, son suficientemente cristalinos, es decir, que los filamentos poseen una tensión a 130°C de, al menos, 0,018 cN/dtex (0,02 g/d), aproximadamente, de preferencia de, al menos, 0,027 cN/dtex (0,03 g/d), aproximadamente. La cristalinidad permite que la línea de hilado tenga una tensión suficiente para estabilizar la hebra y soportar la relajación de orientación. El hilo cristalino es calentado, o recocido, sobre una polea guía durante un número de  
30 vueltas, a una temperatura y una velocidad, en la que la velocidad es, al menos, la velocidad mínima de hilado necesaria para proporcionar un proceso estable.

35 La velocidad de la polea guía calentada se define como la velocidad de hilado. Una I.V. superior del polímero permitirá velocidades de hilado más bajas y una I.V. del polímero más baja, puede necesitar mayores velocidades de hilado para obtener un proceso estable de recocido-devanado, con suficiente tensión de la línea de hilado. Por ejemplo, si se emplea un homopolímero con una I.V. del polímero de 1,02 aproximadamente, la velocidad de la polea guía calentada es al menos, aproximadamente, 3000 m/m para cumplir el requisito de tensión a 130°C. Para un homopolímero con una I.V. de polímero menor que 1,02, aproximadamente, la velocidad de la polea guía calentada tiene por lo menos en un valor que es mayor que 3000 m/m aproximadamente. Para copolímeros o polímeros  
40 mezclados, la velocidad de la polea guía caliente se ajusta de modo semejante para hacer que el filamento solidificado antes de que alcance la polea guía caliente tenga una tensión a 130°C mayor que 0,018 cN/dtex (0,02 g/d), aproximadamente.

45 Después de la polea guía calentada, las hebras pasan a una polea guía fría, que está a una temperatura suficiente para enfriar las hebras a 35°C, aproximadamente, o menos. La temperatura de la polea guía fría es, típicamente,  $\leq 35^\circ\text{C}$  aproximadamente. Es importante que la hebra sea enfriada sobre una polea guía fría después de recocido por la polea guía calentada, para ajustar la tensión de la hebra. Pueden utilizarse dispositivos de calentamiento adicionales, tales como otra polea guía calentada, o un calefactor, antes de enfriar la hebra. Los filamentos enfriados efectúan al menos 0,5 vueltas sobre una polea guía fría. Pueden necesitarse mas vueltas de la hebra sobre la polea guía fría, cuando no existe un dispositivo de enfriamiento antes o después de la polea guía fría.

50 Preferiblemente, las hebras son enfriadas por medios apropiados situados entre la polea guía calentada y la polea guía fría. Típicamente, el enfriamiento es efectuado haciendo pasar las hebras desde la polea guía calentada hasta un chorro de entrelazado. El uso de un chorro de entrelazado proporciona, además de enfriamiento, una tensión aumentada de la hebra para el paso a la polea guía fría.

55 La velocidad de la polea guía fría es tal que la razón de estirado (razón de estirado = velocidad de la polea guía fría / velocidad de la polea guía calentada, en un sistema de dos poleas guía), es menor que 1,04 aproximadamente. Preferiblemente, la razón de estirado es menor que 1,02 aproximadamente, más preferiblemente la razón de estirado es 1,0 ó menos, aproximadamente. Cuando la polea guía fría es más lenta que la polea guía calentada, es decir, la razón de estirado es menor que 1 aproximadamente, las hebras se relajan.

La razón de estirado está limitada en el extremo inferior a la que permita llevar a cabo la hilatura. Si la razón de estirado es demasiado baja, no habrá suficiente tensión de la hebra para mantener el pase de la hebra a las poleas guía con las velocidades de hilado deseadas. A medida que la razón de estirado aumenta, el alargamiento disminuye significativamente y aumenta la tenacidad, lo que da por resultado una productividad más baja del proceso de hilado. Una razón de estirado por encima de 1,04 aproximadamente, puede causar problemas de arrollamiento de la bobina tales como la formación de hoyos y aplastamiento del tubo, lo que hace inutilizable la bobina del hilo.

Los filamentos son arrollados luego formando una bobina en una etapa en la que la velocidad auténtica del hilo, que se define en esta memoria como la velocidad del hilo al devanar, es menor que la velocidad de la polea guía fría. La velocidad auténtica del hilo viene proporcionada por la siguiente ecuación:

$$\text{Velocidad auténtica del hilo} = \frac{SP(WU)}{\cos(HA)} \quad (II)$$

en cuya ecuación SP(WU) es la velocidad de devanado; HA es el ángulo de la hélice de arrollamiento. Los filamentos son arrollados en una tensión de devanado mayor que, aproximadamente, 0,036 cN/dtex (0,04 g/d), preferiblemente mayor que, aproximadamente, 0,045 cN/dtex (0,05 g/d). Los filamentos son devanados a una tensión de arrollamiento menor que, aproximadamente, 0,108 cN/dtex (0,12 g/d), preferiblemente menor que, aproximadamente, 0,09 cN/dtex (0,10 g/d) y más preferiblemente menor que, aproximadamente, 0,72 cN/dtex (0,8 g/d). La tensión de arrollamiento es regulada por un devanado sobrealimentado, (overfeed), según la ecuación (III)

$$\text{OvFd}(WU) = 100\% \times \frac{SP(GS2) - TYS}{SP(G2)} \quad (III)$$

en cuya ecuación OvFd es el devanado sobrealimentado; SP(G2) es la velocidad de hilado de la polea guía fría y TYS es la velocidad auténtica del hilo según se ha definido antes.

Si bien la discusión anterior se refiere a una polea guía calentada como una primera polea guía y una polea guía fría como una segunda polea guía, ha de reconocerse que pueden utilizarse configuraciones alternativas del proceso de hilado. Por ejemplo, la hebra enfriada puede ser arrollada primeramente sobre una polea guía fría antes de arrollar sobre una "primera" polea guía calentada, según se ha descrito antes. La polea guía fría anterior puede funcionar a la misma velocidad que la polea guía calentada o ligeramente más alta. Alternativamente, pueden usarse dos poleas guía calentadas antes de una polea guía fría. Otras alternativas pueden incluir el reemplazo de la polea guía calentada o la polea guía fría (o ambas) por un grupo de poleas guía con dos o más poleas guía en el grupo, con tal que la hebra se haga pasar primeramente a una polea guía calentada o a un grupo de poleas guía calentadas, y después a una polea guía fría o un grupo de poleas guía frías.

En configuraciones alternativas del proceso de hilado cambia la definición de la razón de estirado. Por ejemplo, si se usan tres poleas guía en una secuencia fría-calentada-fría, o en una secuencia calentada-fría-fría, la razón de estirado se define como la razón de velocidades entre la de la polea guía fría, que está situada inmediatamente después de la polea guía calentada, y la de la polea guía calentada. Si se utiliza una segunda polea guía calentada, tal como en una secuencia de poleas guía calentada-calentada-fría, la razón de estirado se define como la razón de velocidades entre la de la polea guía fría, y la de la primera polea guía calentada.

El procedimiento de esta invención puede ser practicado con referencia a la Figura 1. Sin embargo, ha de entenderse que esto es solamente ilustrativo, y no debe ser interpretado como limitación del alcance de la invención. Los expertos en la técnica podrán apreciar fácilmente variaciones. El polímero de poli(tereftalato de trimetileno) es suministrado a la tolva 1, que alimenta el polímero a la extrusora 2 en el bloque de hilado 3. El bloque de hilado 3 contiene la bomba de hilado 4 y el paquete de hilado 5. La hebra de polímero, 6, sale del bloque de hilado 3 y es enfriada en 7 con aire. Se aplica un acabado a la hebra 6 en el aplicador de acabado 8. La hebra 6 es enfriada mediante el de entrelazado 9, y pasa a la primera polea guía calentada, 10, con su rodillo separador 11. La hebra 6 es enfriada mediante el chorro de entrelazado 12 y pasa a la segunda polea guía fría 13 con el rodillo separador 14. La hebra 6 atraviesa la guía distribuidora 15 y pasa al devanador 16 situado sobre la bobina 17.

Envejecimiento de la bobina de hilo

El envejecimiento de bobinas de hilo, tales como bobinas de hilos de 3GT POY, es puesto de manifiesto por fenómenos tales como la "formación de protuberancias", "formación de hoyos" y "aplastamiento del tubo", además de cambios de las propiedades del hilo a todo lo largo de la bobina.

1. Formación de protuberancias

La protuberancia es la deformación en el sentido de la longitud de la bobina, en la que el hilo se expande en sentido vertical por encima de la superficie primitiva final de la bobina, véase la Figura 2. La formación de protuberancias



puede describirse cuantitativamente por la “razón de protuberancias”, mediante la ecuación (V) como ilustra la Figura 2

$$\text{Razón de Protuberancias} = \frac{h}{\text{TYL}} \times 100\% \text{ o } \frac{B - A}{\text{ED} - \text{TOD}} \times 100\% \quad (\text{V})$$

5 en cuya ecuación  $h$  es la altura de la protuberancia; TYL es el grosor del hilo en la bobina;  $B$  es la longitud máxima de la bobina de hilo;  $A$  es la longitud de la bobina a lo largo de la superficie del tubo que actúa como núcleo (núcleo tubular); ED es el diámetro en el extremo de la bobina, “diámetro del extremo de la bobina”; TOD es el diámetro exterior del tubo. La altura de la protuberancia,  $h$ , tiene la relación indicada por la ecuación III y el grosor de la capa de hilo de una bobina, TYL tiene la relación indicada por la ecuación (IV).

$$A + 2h = B \quad (\text{III})$$

$$10 \quad \text{TOD} + 2 \text{ TYL} = \text{ED} \quad (\text{IV})$$

Ha de apreciarse que el cálculo de la razón de protuberancias incluye el impacto del diámetro de la bobina a través del grosor de la capa de hilo, “TYL”. Por consiguiente, una bobina de pequeño diámetro podría hacer que una protuberancia importante pareciera que era pequeña. La formación de protuberancias puede tener lugar durante el devanado de la bobina, la descarga de la bobina o durante el almacenamiento del hilo.

## 15 2. Formación de hoyos

La formación de hoyos se refiere a la deformación de la bobina en el sentido del radio de la bobina, en la que el hilo existente entre las superficies de los dos extremos de la bobina se contrae más que esas superficies próximas a los extremos, por lo que el diámetro medio de la bobina es menor que el diámetro de los extremos, véase la Figura 2. La deformación por hoyos puede describirse cuantitativamente como la “razón de hoyos” mediante la ecuación (VI).

$$20 \quad \text{Razón de hoyos} = \frac{\text{ED} - \text{MD}}{A} \times 100\% \quad (\text{VI})$$

en cuya ecuación ED es el diámetro en el extremo de la bobina, “ diámetro del extremo de la bobina”: MD es el diámetro de la bobina en la parte media de la bobina, “diámetro de la parte media de la bobina”, y A es la longitud de la bobina a lo largo de la superficie del núcleo tubular. La formación de hoyos puede tener lugar durante el arrollamiento de la bobina o durante el almacenamiento de la bobina.

## 25 3. Aplastamiento del tubo

El aplastamiento del tubo hace referencia a un fenómeno de las bobinas de hilo en el que el tubo que transporta el hilo, es literalmente aplastado por el hilo transportado por el tubo. El aplastamiento del tubo en el proceso de hilado de 3GT puede tener lugar durante el devanado de la bobina. El aplastamiento del tubo es un defecto grave en la formación de la bobina y habitualmente va acompañado de formación de hoyos y/o de protuberancias.

## 30 4. Cambios en las propiedades del hilo

En ausencia de envejecimiento, el denier del hilo en todas las partes de una bobina de hilo de 3GT es constante. Cuando una bobina de hilo de 3GT envejece. lo que se pone de manifiesto por la formación de protuberancias o la formación de hoyos, las propiedades del hilo cambian. El denier del hilo, medido en la superficie superior de una bobina puede aumentar en aproximadamente 10-20 con respecto al denier de la superficie superior antes de envejecer. Después de envejecer, el denier también puede cambiar dentro de una capa de hilo, que se mueve desde una de las superficies del extremo de la bobina hacia la superficie del otro extremo. No obstante, los deniers de los hilos cerca del núcleo tubular o en éste, por ejemplo, aproximadamente 4-10 capas de hilo, pueden permanecer inalterados después de envejecer. A medida que la capa de hilo se desplaza desde el núcleo tubular, el denier puede aumentar rápidamente y alcanzar un máximo después de envejecer. El denier, entonces, puede disminuir con relación al máximo, con mayor distancia desde el núcleo tubular, alcanzando finalmente la superficie superior en un denier entre el del hilo en el núcleo tubular y el denier máximo.

45 Las diferencias de denier del hilo a lo largo de una bobina causan problemas durante los procesos de estirado y texturación. Estas diferencias de denier en el hilo del alimentador permanecen en el hilo estirado-texturizado y puede dar como resultado falta de uniformidad del color, entre otras características indeseables de los hilos producidos.

Además de los cambios de denier , el alargamiento y la tenacidad cambian también por envejecimiento, con una disminución rápida de la tenacidad y un aumento del alargamiento. Los cambios de tenacidad y alargamiento son consistentes con el cambio de denier. Siempre que hay cambios de denier, la tenacidad y el alargamiento cambian. También puede haber cambios espectaculares en las propiedades de retracción por el envejecimiento de los hilos de alimentador de 3GT.

Procedimiento analítico mejorado

El procedimiento de esta invención proporciona un hilo de 3GT para usar en productos textiles que es resistente al envejecimiento por exposición prolongada a medios ambiente en que las temperaturas pueden exceder de 38°C aproximadamente. Aun cuando el envejecimiento se manifiesta en una bobina de hilo por la formación de protuberancias y/o de hoyos, estos fenómenos pueden tardar horas o días en desarrollarse. Los fabricantes de hilos preferirían fabricar solamente bobinas que resistieran el envejecimiento. Hasta la fecha, no se ha dispuesto de un método de ensayo, que pueda realizarse rápidamente, para correlacionar las condiciones del proceso de hilado con la predisposición del hilo obtenido en proceso de hilado para resistir el envejecimiento.

Sorprendentemente, se ha descubierto en la presente invención que la medida de la retracción del hilo en condiciones específicas, en un nuevo ensayo titulado Retracción en Calor Seco (Dry Warm Shrinkage), o "DWS", permite predecir si una bobina de hilo pudiera desarrollar formación de hoyos, una característica del envejecimiento, cuando se almacena a temperaturas elevadas, tales como mayores que 38°C aproximadamente. El valor DWS hace posible predecir rápidamente el envejecimiento del hilo, utilizando solamente para la medida un trozo corto de hilo. Las bobinas de hilo con DWS aceptable pueden almacenarse con seguridad para su uso futuro sin riesgo de deformación de la bobina. El valor DWS no está limitado por el tamaño de la bobina lo que significa que una vez identificadas las condiciones del proceso de hilado, puede prepararse cualquier tamaño de bobina, usando tales condiciones.

Para los fines de esta discusión, los efectos de envejecimientos son demostrados por la formación de hoyos. La resistencia al envejecimiento de un hilo viene descrita por la diferencia de la razón de hoyos de una bobina medida antes y después de almacenar.

Cuanto mayor es la razón de hoyos después de almacenar, menor es la resistencia al envejecimiento del hilo. Para una bobina dada, si la razón de hoyos después de almacenar es la misma que la razón de hoyos antes de almacenar, la bobina posee una excelente resistencia al envejecimiento. Si la diferencia es grande, la resistencia al envejecimiento es mala.

Se describe un método, que es un ensayo acelerado de envejecimiento, mejorado, de aplicabilidad general. El método determina la resistencia al envejecimiento de un hilo de 3GT exponiendo un trozo de hilo a condiciones en las que el hilo alcanza al menos 85%, preferiblemente 95%, de su retracción de equilibrio, y midiendo la retracción del hilo. La temperatura de calentamiento puede ser desde aproximadamente 30 hasta aproximadamente 90°C, preferiblemente, aproximadamente 38 a aproximadamente 52°C, y más preferiblemente, aproximadamente 42 a aproximadamente 48°C. El tiempo de calentamiento a una temperatura de calentamiento dada en la medida de DWS es, por tanto:

$$\text{Tiempo de Calentamiento} \geq 1,561 \times 10^{10} \times e^{-0,4482[\text{Temperatura de Calentamiento}]}$$

El tiempo de calentamiento preferido es:

$$\text{Tiempo de calentamiento} \geq 1,993 \times 10^{12} \times e^{-0,5330[\text{Temperatura de Calentamiento}^*]}$$

en cuyas fórmulas el tiempo de calentamiento está expresado en minutos y la temperatura de calentamiento en grados Celsius. Por ejemplo, a una temperatura de calentamiento de 41°C, el tiempo de calentamiento de la muestra ha de ser mayor o igual que 163 minutos (2,72 horas), preferiblemente 644 minutos (10,73 horas). A una temperatura de calentamiento de la muestra de 45°C, el tiempo de calentamiento de la muestra ha de ser mayor o igual que 27,2 minutos (0,45 horas), preferiblemente 76,4 minutos (1,27 horas). Las medidas han de efectuarse después de exponer el hilo a 41°C durante 24 horas por lo menos, para determinar la retracción de equilibrio.

El hilo empleado para la medida de DWS puede ser hilo enmadejado o hilo sin lazos. Una madeja puede tener un solo lazo o varios lazos, en la que el lazo puede consistir en un solo filamento o en varios filamentos. Una muestra de hilo sin lazos puede contener varios hilos o un solo hilo, en la que el hilo puede ser de un solo filamento o de varios filamentos.

La longitud de la muestra (L1 antes de calentar y L2 después de calentar) se define como la longitud de la madeja que tiene la mitad de la longitud del hilo que forma un solo lazo de la madeja. La longitud de la muestra puede ser cualquier longitud que pueda medirse prácticamente antes y después de calentamiento. La longitud de la muestra L1 está, típicamente, en el intervalo de aproximadamente 10 a 1000 mm, y de preferencia, 50 a 700 mm aproximadamente. Una longitud L1 de aproximadamente 100 mm puede utilizarse convenientemente para la muestra en la forma de una madeja de un solo lazo, y L1 de aproximadamente 500 mm para la muestra en la forma de una madeja de varios lazos.

En este método, un peso tensor es suspendido desde la muestra de hilo para mantener recta la muestra para medir la longitud, L1. El hilo se forma típicamente en un lazo anudando los extremos. La longitud, L1, es medida a temperatura ambiente con el peso tensor colgando del lazo. El peso tensor debe ser suficiente, por lo menos, para mantener la muestra recta, pero no debe hacer que la muestra se estire. Un peso tensor preferido para un hilo de muestra puede calcularse según la fórmula que sigue:

Paso Tensor = 0,1 x 2 x (No. de lazos de una madeja) x (denier del hilo)

5 Típicamente, la muestra es arrollada en un doble lazo y se suspende en una rejilla. Si está colgada en una rejilla, opcionalmente, el peso aplicado puede suspenderse desde el lazo. El peso puede ser útil para mantener firme la muestra. El peso aplicado no debe limitar la contracción de la muestra ni ocasionar estiramiento durante el calentamiento. Cuando no se emplea peso, la muestra puede colocarse, sencillamente, sobre una superficie donde se deja que se contraiga libremente durante el calentamiento.

El calentamiento puede conseguirse usando un fluido gaseoso o líquido. Si se usa un líquido, el hilo se coloca en un recipiente. Se usa convenientemente una estufa si el fluido es un gas, siendo aire el gas preferido. La muestra debe ser colocada en el fluido calefactor de un modo que permita que la muestra se contraiga libremente.

10 La muestra se retira del calentamiento y se enfría durante 15 minutos, aproximadamente, por lo menos. La longitud de la muestra calentada se mide con el peso tensor colgando de la muestra, y se registra el valor como L2. Se calcula DWS a partir de L1 y L2, basándose en la ecuación (VII):

$$\text{DWS (\%)} = \frac{L_1 - L_2}{L_1} \times 100 \quad (\text{VII})$$

15 Sorprendentemente, DWS se corresponde con la resistencia al envejecimiento del hilo, como se pone de manifiesto, por ejemplo, por la formación de hoyos.

20 La Figura 3 es una gráfica que muestra la correlación de DWS con la razón de hoyos. Como se ha establecido anteriormente, el desarrollo de la razón de hoyos es una manifestación del envejecimiento de la bobina. DWS junto con ED-MD, que es la diferencia de diámetros, (diámetro del extremo de la bobina – diámetro de la parte media de la bobina), se representan frente a la razón de hoyos para bobinas después de exponer bobinas de hilo individuales de aproximadamente 2,5 kg, 160 mm de diámetro, a una temperatura de 41°C durante 3,2 horas. Los valores de DWS de las bobinas fueron medidos antes de la exposición. La razón de hoyos y la diferencia de diámetros fueron medidas después de la exposición. Como puede apreciarse de la Figura 3, el valor DWS aumenta a medida que aumenta la razón de hoyos y por tanto está correlacionado con la formación de hoyos.

25 Si bien no se desea estar limitados por teoría alguna, se piensa que la deformación de la bobina ocasionada por envejecimiento resulta de la retracción del hilo, al tiempo que el valor DWS mide la retracción del hilo que pudiera desarrollarse al almacenar el hilo a temperaturas similares a las encontradas en climas cálidos durante los meses de verano en ausencia de aire acondicionado. Por consiguiente, el valor DWS puede usarse para describir eficazmente la resistencia al envejecimiento de un hilo.

30 Los estándares comerciales para la hilatura de filamentos permiten una diferencia de diámetros de ED – MD en una bobina de hilo de 2,6 kg y 160 mm de diámetro, de 2 mm. Por tanto, si un hilo envejecido posee una diferencia de diámetros de aproximadamente 2 mm o menos, el hilo posee una resistencia al envejecimiento aceptable por los estándares comerciales.

35 La diferencia de diámetros está relacionada con el valor DWS como muestra la gráfica de la Figura 3. Según la Figura 3, ED-MD = 2 mm, la razón de hoyos = 0,8% y DWS = 4%. Por consiguiente, un hilo que tiene un valor DWS de aproximadamente 4% o menos posee una resistencia al envejecimiento aceptable. Pueden determinarse, por tanto, las condiciones aceptables de un procedimiento de hilatura en el que un hilo es recocado durante el devanado, si el hilo producido posee un valor DWS menor o igual que 4% aproximadamente, de preferencia menor o igual que 2% aproximadamente, la razón de hoyos es menor o igual que 0,8% aproximadamente, de preferencia menor o igual que 0,44% aproximadamente, la diferencia de diámetros es menor o igual que 2 mm aproximadamente, de preferencia menor o igual que 1,1 mm aproximadamente.

45 Es importante reconocer que ED-MD y la razón de hoyos que se han proporcionado antes están limitados por el tamaño de la bobina. Las dimensiones de la bobina en estos estudios eran 160 mm de diámetro y 2,5 kg de peso. Los aumentos de las dimensiones de la bobina requerirán un aumento de los límites de ED-MD y de la razón de hoyos. Sin embargo, el valor DWS no resulta afectado por el tamaño de la bobina, por tanto el valor DWS se aplica a cualquier bobina de hilo de cualquier tamaño. Una vez medido el valor DWS para un hilo, puede juzgarse inmediatamente si el hilo será resistente al envejecimiento durante su almacenamiento.

Propiedades del hilo y de la bobina

Puede describirse el hilo producido según la presente invención como poseedor de una o más de las propiedades siguientes.

50 (1) El hilo es resistente al envejecimiento como viene indicado por tener un valor de retracción en calor seco (DWS) menor o igual que 4% aproximadamente, de preferencia menor o igual que 2% aproximadamente, basado en el ensayo de envejecimiento DWS como ya se ha descrito anteriormente.

Alternativamente, pero limitado por las dimensiones de la bobina, la resistencia al envejecimiento del hilo puede describirse por la razón de hoyos y la razón de protuberancias desarrolladas en un ensayo de envejecimiento descrito por las Condiciones (A) y (B) de envejecimiento para una bobina de muestra que cumple la Condición (C). El hilo es resistente al envejecimiento si se cumplen las dos condiciones que siguen:

5 - Razón de hoyos  $\leq 0,82\%$  aproximadamente, y

- Diferencia en la razón de protuberancias antes y después del ensayo de envejecimiento  $\leq 5\%$  aproximadamente.

(A) Temperatura, 41°C

(B) Tiempo de calentamiento, 3,2 horas

10 (C) El grosor de las capas de hilo medido entre la superficie exterior del núcleo tubular y la superficie exterior de la bobina es 25 mm aproximadamente

(2) El hilo posee un alargamiento menor o igual que 105% aproximadamente. El alargamiento es similar al proporcionado por un proceso de hilatura realizado en condiciones similares, pero sin recocido y sin estirado, a cuyo proceso se hace referencia en esta memoria como un proceso de hilatura "sencillo". En general, se prefiere un alargamiento mayor, con una razón de estirado menor o igual que 1 aproximadamente, para evitar disminuciones en la productividad del proceso de hilatura en la etapa subsiguiente de estirado-texturación. Sin embargo, no es deseable para mantener la estabilidad del proceso de hilatura un alargamiento mayor que 105% aproximadamente.

20 Cuando el hilo producido está destinado para uso final directo, el alargamiento puede ser especificado y ajustarse las condiciones de la hilatura para proporcionar el alargamiento especificado.

(3) El hilo de esta invención posee una tenacidad mayor o igual que 2,2 cN/dtex (2,5 g/d), preferiblemente mayor que 2,52 cN/dtex (2,8 g/d) aproximadamente, que es similar a la tenacidad que se consigue en un proceso de hilatura sencillo.

25 (4) El hilo posee un módulo menor o igual que 20,7 cN/dtex (23 g/d), preferiblemente menor que 20,25 cN/dtex (22,5 g/d). El módulo es , con ventaja, ligeramente inferior en el hilo de esta invención al obtenido en un proceso de hilatura sencillo.

30 (5) El valor Uster, U%, del hilo es menor o igual que 2% aproximadamente, de preferencia menor que 1,5% aproximadamente, que es similar al Uster proporcionado en un proceso de hilatura sencillo. Un impacto importante de envejecimiento para el hilo alimentado de DTY es la no uniformidad del hilo, aumentada después de envejecer. La no uniformidad del hilo aumentada da por resultado un U% aumentado de modo importante, lo que esta relacionado con defectos de coloración de hilos de DTY.

35 (6) La retracción a ebullición (BOS) del hilo de esta invención es menor o igual que 14% aproximadamente, de preferencia menor que 10% aproximadamente. Este hilo tiene un valor BOS significativamente reducida con respecto a los hilos producidos en un proceso de hilatura sencillo. Es importante un valor BOS bajo para hilos de uso final directo- Si el valor BOS de SAY es mayor que 14% aproximadamente, la retracción del tejido puede ser demasiado alta para que sea aceptable.

(7) La tensión a 130°C (Tens130) es igual o mayor que 0.018 cN/dtex (0,02 gramos/denier) (g/d), aproximadamente.

40 (8) La temperatura de comienzo de la retracción (Ton) es 45-70°C aproximadamente, de preferencia 50-70°C aproximadamente. Desde el punto de vista de la resistencia al envejecimiento, una temperatura alta de comienzo de la retracción tiende a tener menos posibilidad de que el hilo envejezca durante su almacenamiento.

45 (9) La temperatura del primer pico de tensión térmica (T(p1)) es 60-90°C, aproximadamente, de preferencia 65-90°C aproximadamente. Para el proceso de hilatura sencillo a velocidades de hilado empleadas para la hilatura de SAY según la presente invención, se observan típicamente dos tensiones térmicas pico en la medida de la temperatura de la tensión térmica. La temperatura del primer pico de tensión térmica está próxima a la temperatura ambiente. La tensión térmica del segundo pico está relacionada con la desorientación de la región cristalina. Dado que la tensión del segundo pico está afectada frecuentemente por la preparación de la muestra o por la dificultad para determinarla, los inventores usan el valor de la tensión a 210°C para representar el segundo pico de tensión. Debido a que la temperatura del primer pico de tensión es tan próxima a la temperatura de comienzo de la retracción para los hilos que tienen dos picos de tensión, los factores que afectan a la temperatura de comienzo de la retracción afectan de modo semejante a la temperatura del primer pico de tensión

(10) La tensión del primer pico es de 0,026-0,13 cN/dtex (0,03 – 0,15 g/d) aproximadamente, de preferencia 0,026-0,09 cN/dtex (0,03 – 0,10 g/d) aproximadamente. Una tensión del primer pico más baja proporciona una fuerza de impulsión baja para la retracción del hilo en una temperatura elevada de almacenamiento del hilo. Para mejorar la propiedad de envejecimiento de un hilo, es deseable que el hilo resultante tenga una tensión baja del primer pico. Una tensión baja del primer pico se corresponde con una tensión de hilado baja. Por consiguiente, la tensión del primer pico no debe ser menor que 0,026 cN/dtex (0,03 g/d) aproximadamente. Por otra parte, una tensión excesivamente alta del primer pico significa habitualmente que en el proceso de hilatura se ha aplicado un estirado importante. En tal caso, cuando la tensión del primer pico es mayor que 0,13 cN/dtex (0,15 g/d) aproximadamente hay una fuerte evidencia de que tenga lugar el arrollamiento de la bobina con aplastamiento del tubo al hilar SAY.

Se han preparado bobinas de hilo usando el proceso de hilatura de esta invención para proporcionar hilos resistentes al envejecimiento. Las bobinas de hilo no están limitadas a bobinas de dimensiones pequeñas y se contemplan bobinas de mayores dimensiones.

Según un aspecto de la presente invención, una bobina devanada de poli(tereftalato de trimetileno) hilado en estado fundido, de esta invención, posee un grosor de la capa de hilo de al menos 50 mm aproximadamente y un peso de bobina de al menos 6 kg, aproximadamente. Preferiblemente, la bobina devanada posee un grosor de la capa de hilo de al menos 63 mm aproximadamente y un peso de bobina de al menos 8 kg aproximadamente. Más preferiblemente, la bobina posee un grosor de la capa de hilo de al menos 74 mm aproximadamente y un peso de bobina de al menos 10 kg aproximadamente. Todavía más preferiblemente, la bobina posee un grosor de la capa de hilo de al menos 84 mm aproximadamente y un peso de bobina de al menos 12 kg aproximadamente. Lo más preferible, es que la bobina posea un grosor de la capa de hilo de al menos 94 mm aproximadamente y un peso de bobina de al menos 14 kg aproximadamente. Tal como se usa en esta memoria, se entiende que “peso de bobina” incluye solamente el peso del hilo y excluye el peso del tubo. Preferiblemente, la bobina devanada posee una razón de protuberancias menor que 9% aproximadamente y una razón de hoyos de aproximadamente 2% o menos, de preferencia aproximadamente 1% o menos. Preferiblemente, el hilo es devanado en torno a un tubo, que está sustancialmente libre de aplastamiento o no hay aplastamiento del tubo al devanar durante el proceso de hilatura.

### Ejemplos

#### Métodos de Ensayo

El alargamiento y la tenacidad fueron medidos usando un aparato para ensayos de tracción de Instron Corp., modelo 1122.. El alargamiento a rotura y la tenacidad se midieron de conformidad con el método D2256 de ASTM.

Retracción en ebullición (“BOS”). Se determinó según el método D2259 de ASTM del modo siguiente. Se suspendió un peso de un trozo de hilo para producir sobre el hilo una carga de 0,18 cN/dtex (0,2 g/d) y después se midió la longitud  $L_1$ . Luego se retiró el peso y el hilo se sumergió en agua en ebullición durante 30 minutos. Entonces se retiró el hilo del agua en ebullición, se centrifugó durante un minuto aproximadamente y se dejó enfriar durante 5 minutos aproximadamente. El hilo enfriado se cargó luego con el mismo peso de antes. Se registró la nueva longitud del hilo,  $L_2$ . La retracción en tanto por ciento se calculó según la ecuación I que figura a continuación.

$$\text{Retracción (\%)} = \frac{L_1 - L_2}{L_1} \times 100 \quad I$$

Retracción en calor seco (“DWS”). Se seleccionó un trozo de muestra de un hilo enmadejado de un solo lazo, que comprendía varios filamentos. Un peso tensor se suspendió de un trozo del hilo para producir una carga de 0,18 cN/dtex (0,2 g/d) sobre el hilo y luego se midió su longitud,  $L_1$ , de 100 mm. Un sujetapapeles que pesaba aproximadamente 0,51 g fue fijado al lazo. El hilo se colocó en una rejilla y después en una estufa calentada por aire a 45°C, aproximadamente, durante 2 horas. El hilo se retiró después de la estufa, se dejó enfriar durante 15 minutos aproximadamente y luego se midió otra vez la longitud registrándola como  $L_2$ . La retracción en tanto por ciento se calculó según la ecuación I anterior.

Análisis térmico mecánico. Para los fines de esta invención es una medida de la tensión térmica frente a la temperatura. Las propiedades que siguen pueden ser obtenidas partiendo de la medida de la tensión térmica-temperatura: temperatura de comienzo de la retracción, tensión térmica del primer pico, temperatura del primer pico de tensión, tensión térmica del segundo pico (la temperatura del segundo pico de tensión es fija en 210°C para los fines de esta invención) y tensión térmica a 130°C

La medida de la tensión térmica frente a la temperatura se llevó a cabo con una velocidad de calentamiento de 30°C/minuto usando un dispositivo de medida de retracción-tensión-temperatura producido por DuPont. El instrumento emplea muestras de un solo lazo de una longitud descrita más adelante. La muestra total se calienta uniformemente en el instrumento con una velocidad de calentamiento dada y constante. Cuando se mide la tensión térmica frente a la temperatura, la longitud de la muestra se mantiene constante y se aplica una pretensión sobre la muestra antes de comenzar el calentamiento. La tensión térmica se mide durante el calentamiento. Para filamentos de 3GT, la muestra se calienta desde 25-30°C hasta 210 –215°C. La velocidad de calentamiento es constante. Se

dispone de varias velocidades de calentamiento, tales como 3, 5, 10, 30°C/min y así sucesivamente. La muestra de hilo se preparó como un lazo partiendo de 200 mm de hilo aproximadamente, para un lazo de 100 mm de largo aproximadamente. La pretensión aplicada en una medida de tensión-temperatura fue de  $4,5 \times 10^{-3}$  cN/dtex (0,005 gramos/denier), es decir, la pretensión (gramos) = denier del hilo x 2 x 0,005 (gramos/denier).

- 5 La temperatura de comienzo de la retracción (Ton) describe el punto de partida de la retracción del hilo. La temperatura de comienzo de la retracción (Ton) se obtiene trazando una línea recta a través del incremento rápido de tensión térmica y trazando una línea recta paralela al eje de las temperaturas. y haciendo pasar la tensión mínima antes de que la tensión aumente rápidamente. La temperatura del punto de cruce de las dos líneas rectas se define como la temperatura de comienzo de la retracción (Ton).
- 10 Uster. La desigualdad de la desviación media, U%, se midió según el método D-1425 de ASTM usando el instrumento Uster Tester 3, Tipo UT3-EC3, fabricado por Zellweger Uster. U%, valor normal, se obtuvo a una velocidad de la hebra de 200 m/m, con un tiempo de ensayo de 2,5 minutos.

Ejemplos 1-2

- 15 Escamas de poli(tereftalato de trimetileno) (3GT) proporcionadas por E.I. DuPont de Nemours and Company, Inc., Wilmington, DE, que tenían una I.V. de 1,02 y un contenido de humedad menor que 40 ppm, fueron cargadas en una extrusora para volver a fundir, después se hizo pasar a un bloque de hilado y se sometió a extrusión desde las hileras a una temperatura de 264°C. La hilera tenía 34 orificios de 0,254 mm de diámetro. La corriente de polímero fundido procedente de las hileras entró primeramente en una zona de retardo sin calentar, fría, de 70 mm de largo desde la hilera hasta el punto de comienzo del enfriamiento, seguido de una zona de aire de enfriamiento en flujo transversal, para llegar a obtener filamentos sólidos. Después de realizar con un dosificador una aplicación de un acabado, los filamentos pasaron a un primer chorro de entrelazado y entraron en un sistema de estirado donde los filamentos fueron hechos pasar a dos poleas guía de 190 mm de diámetro. Los parámetros del proceso de hilatura se proporcionan en la Tabla 1. Los filamentos fueron hechos pasar a una polea guía calentada y luego a una polea guía fría después del primer pase a través de un chorro de entrelazado para reducir la temperatura, como ilustra la Figura 1. Los filamentos fueron hechos pasar desde la polea guía fría a través de una guía distribuidora para devanar. La tensión de arrollamiento se reguló en 0,054 cN/dtex (0,06 g/d) mediante una sobrealimentación de devanado de 0,70%. El tubo utilizado como núcleo, núcleo tubular, utilizado en este trabajo tenía las especificaciones siguientes:

	Longitud del núcleo tubular:	300 mm
30	Carrera de devanado	257 mm
	Diámetro exterior del núcleo tubular	110 mm
	Grosor de la pared del tubo	7 mm

Las propiedades de los hilos resultantes se proporcionan en la Tabla 2.

Ejemplos comparativos A-D

- 35 Se repitió el proceso de los Ejemplos 1-2, excepto que la polea guía calentada se mantuvo a temperatura ambiente y que no se llevó a cabo recocado. Los parámetros del proceso de hilatura se proporcionan en la Tabla 1. Las propiedades de los hilos resultantes se proporcionan en la Tabla 2

Ejemplos comparativos E y F

- 40 Se repitió el proceso de los Ejemplos 1-2, excepto que la polea guía calentada se mantuvo en temperaturas que no recocían suficientemente el hilo para que cumpliera los criterios de resistencia al envejecimiento. Los parámetros del proceso de hilatura se proporcionan en la Tabla 1. Las propiedades de los hilos resultantes se proporcionan en la Tabla 2.

Tabla 1. Condiciones del proceso de hilado de los Ejemplos 1-2 y de los Ejemplos Comparativos A-F

Ejemplo	Vueltas(G1)	T(G1)	Vueltas (G2)	DR	SP(G1)	SP(G2)	SP(WU)	OF(WU)	Tw
		°C			m/m	m/m	m/m	%	
	(a)	(b)	(c)	(d)	(e)	(f)	(g)	(h)	(i)
1	6s7g	135	3s4g	0,9989	3334	3330	3277	0,7	6,2
2	6s7g	115	3s4g	0,9989	3334	3330	3277	0,7	6,0
A	4s5g	ta	0s1g	1,0000	3334	3334	3281	0,7	8,4

ES 2 381 049 T3

Ejemplo	Vuelta(G1)	T(G1) °C	Vuelta (G2)	DR	SP(G1) m/m	SP(G2) m/m	SP(WU) m/m	OF(WU) %	Tw g
	(a)	(b)	(c)	(d)	(e)	(f)	(g)	(h)	(i)
B	4s5g	ta	0s1g	1,0000	3500	3500	3444	0,7	9,1
C	4s5g	ta	0s1g	1,0000	3800	3800	3732	0,9	8,6
D	4s5g	ta	0s1g	1,0000	4001	4001	3921	1,1	8,6
E	6s7g	95	3s4g	0,9989	3334	3330	3277	0,7	5,7
F	6s7g	75	3s4g	0,9989	3334	3330	3277	0,7	5,6

(a) Vueltas de la hebra sobre la primera polea guía; g = vueltas sobre polea guía; s = vueltas sobre el rodillo separador;

(b) Temperatura de la primera polea guía; "ta" es temperatura ambiente;

(c) Vueltas de la hebra sobre la segunda polea guía;

(d) Razón de estirado (razón de la velocidad de la primera polea guía respecto a la velocidad de la segunda polea guía);

(e) Velocidad de la primera polea guía;

(f) Velocidad de la segunda polea guía;

(g) Velocidad de devanado;

(h) Devanado sobrealimentado;

(i) Tensión de arrollamiento, en gramos (g).

Tabla 2. Propiedades del hilo de los Ejemplos 1-2 y de los Ejemplos Comparativos A-F

Ejemplo	DWS %	BOS %	Denier	Módulo (g/d) cN/dtex	Tenacidad (g/d) cN/dtex	E <sub>b</sub> %	U %	T(p1) °C	Tens(p1) (g/d) cN/dtex	Ton °C	Tens (130°C) (g/d) cN/dtex	Razón de hoyos % -Antes	Razón de hoyos % -Después
1	1,5	5,8	106,4	(20,8) 18,7	(3,02) 2,72	79,5	0,83	77,8	(0,042) 0,038	57,18	(0,0429) 0,0386	0,16	0,29
2	2,6	12,5	106,6	(20,8) 18,7	(3,08) 2,77	79,5	0,88	66,9	(0,050) 0,045	53,16	(0,0452) 0,0407		
A	14,9	38,9	106,7	(21,1) 19	(3,08) 2,75	79,7	0,85	53,8	(0,085) 0,059	51,29	(0,0463) 0,0417	0,65	1,87
B	13,7	32,2	101,7	(21,4) 19,3	(3,14) 2,83	77,6	0,85	57,6	(0,071) 0,064	51,60	(0,0612) 0,0551	0,63	1,86
C	9,1	23,7	94,1	(21,9) 19,7	(3,16) 2,84	72,0	0,81	61,8	(0,080) 0,072	52,26	(0,0784) 0,0706	0,52	1,76
D	7,6	14,4	89,4	(21,5) 19,4	(3,19) 2,87	71,5	0,77	62,6	(0,088) 0,079	52,64	(0,0770) 0,0693	0,53	1,62
E	7,5	25,3	106,5	(20,7) 18,6	(3,14) 2,83	81,1	0,88	58,6	(0,060) 0,054	51,92	(0,0458) 0,0410		
F	17,3	31,0	106,7	(19,8) 17,8	(3,13) 2,82	82,1	0,87	55,1	(0,061) 0,055	51,81	(0,0413) 0,0372		

Nota: DWS es la retracción en calor seco

BOS es la retracción en ebullición

E<sub>b</sub> en la Tabla 2 es el alargamiento a rotura en %

T(p1) en la Tabla 2 es la temperatura del primer pico de tensión térmica

Tens(p1) es la tensión térmica del primer pico

Ton es la temperatura de comienzo de la retracción

Tens(130°C) es la tensión térmica en la temperatura de 130°C



Discusión de resultados – Ejemplos 1-2 y Ejemplos Comparativos A, E y F

Como puede apreciarse en la Tabla 2, a una velocidad de hilado de 3334 m/m, además de otras condiciones de la Tabla 1, el recocido a temperaturas de 115°C y superiores, da por resultado un hilo de 3GT resistente al envejecimiento como está indicado por los valores bajos de DWS. Los Ejemplos 1 y 2 y los Ejemplos Comparativos A, E y F, ponen de manifiesto el efecto de la temperatura de recocido en una velocidad de hilado de 3334 m/m. Dado que los Ejemplos 1 y 2 poseen valores de DWS menores que 4%, las temperaturas de recocido proporcionaron los hilos producidos con suficiente resistencia al envejecimiento. Las temperaturas de recocido de los Ejemplos Comparativos no fueron suficientes para producir hilos resistentes al envejecimiento. Por tanto, se determinó una temperatura de recocido suficiente a 3334 m/m y las condiciones especificadas en la Tabla 1. La tensión a 130°C fue mayor que 0,036 cN/dtex (0,04 g/d), aproximadamente, para todos los ejemplos.

Una bobina de hilo de 156 mm de diámetro y 2,3 kg de peso preparada según el Ejemplo 1, fue monitorizada para determinar la deformación de la bobina por exposición a una temperatura de 41°C durante 3,2 horas en una estufa calentada por aire. Antes de la exposición, la razón de hoyos de la bobina era 0,15%, y la diferencia entre los diámetros del extremo y de la parte media de la bobina, ED-MD, era 0,4 mm. Después de exponer durante 2,25 horas, la razón de hoyos era 0,2, aproximadamente 9%, y ED-MD era 0,7 mm. Después de exponer durante 3,2 horas, la razón de hoyos era 0,2, aproximadamente 9%, lo que indica resistencia al envejecimiento. La razón de hoyos de una bobina de hilo similar preparada según el Ejemplo Comparativo A también fue monitorizada después de exponer a 41°C durante 3,2 horas. La razón de hoyos de esta bobina aumentó desde un valor de 0,65 antes de calentar hasta 1,87 después de calentar, lo que indica alto grado de deformación. Los resultados de las exposiciones apoyan a los valores DWS como predictores exactos de resistencia al envejecimiento de bobinas de hilos.

Ejemplos 3-5

Se repitió el proceso de los Ejemplos 1-2, excepto que la velocidad de hilado erae 3500 m/m y el segundo chorro de entrelazado tenía una presión de 170 kPa en lugar de 240 kPa. Otras condiciones del proceso de hilatura se proporcionan en la Tabla 3. La velocidad de devanado fue fijada para conseguir la tensión de arrollamiento deseada. Las propiedades de los hilos resultantes se proporcionan en la Tabla 4

En estos ejemplos se utilizó una razón de estirado de 1. Se ensayaron cuatro temperaturas de la polea guía calentada a la velocidad de hilado de 3500 m/m, véase la Tabla 3, que incluye el Ejemplo Comparativo B en el que no se aplicó calentamiento durante el proceso de hilado. En comparación con el Ejemplo 1, estos ejemplos emplearon una velocidad de hilado diferente con objeto de conseguir la tensión de arrollamiento deseada. Los Ejemplos 3-5 y el Ejemplo Comparativo B utilizan el mismo polímero que el del Ejemplo 1. Por consiguiente, el denier de los hilos resultantes de los Ejemplos 3-5 y el Ejemplo Comparativo B es ligeramente inferior al denier del hilo del Ejemplo 1.

Tabla 3. Condiciones de hilado de los Ejemplos 3-5 y el Ejemplo Comparativo B.

Ejemplo	Vuelta(G1)	T(G1) °C	Vuelta(G2)	DR	SP(G1) m/m)	SP(G2) m/m	SP(WU) m/m	OF(WU) %	Tw g
	(a)	(b)	(c)	(d)	(e)	(f)	(g)	(h)	(i)
3	6s7g	135	0s1g	1,0000	3500	3500	3407	1,778	3,6
4	6s7g	125	0s1g	1,0000	3500	3500	3389	2,306	4,1
5	6s7g	115	0s1g	1,0000	3500	3500	3389	2,306	-
B	4s5g	ta	0s1g	1,0000	3500	3500	3444	0,7	9,1

(a) –(i) son los mismos que para la Tabla 1

Tabla 4.- Propiedades de los hilos de los Ejemplos 3-5 y el del Ejemplo Comparativo B

Ejemplo	DWS %	BOS %	Denier	Módulo (g/d) cN/dtex	Tenacidad (g/d) cN/dtex	E <sub>b</sub> %	U, %	T(p1) g/d	Tens(p1) g/d	Ton °C	Tens (130°C) (g/d) cN/dtex	Razón de hoyos %	Razón de hoyos %
												Antes	Después
3	1,6	5,6	101,8	(20,2) 18,2	(3,05) 2,74	76,6	0,87	72,8	0,044	54,80	(0,0437) 0,0383	0,13	0,28
4	2,2	6,3	103,0	(20,0) 18,0	(3,10) 2,79	80,3	0,96	70,2	0,043	54,64	(0,0416) 0,0374		
5	3,9	11,2	102,6	(20,4) 18,4	(3,07) 2,76	79,1	0,96	60,9	0,053	53,25	(0,0424) 0,0382		
B	13,7	32,2	101,7	(21,4) 19,3	(3,14) 2,83	77,6	0,85	57,6	0,071	51,80	(0,0612) 0,0551	0,63	1,86

Discusión de resultados – Ejemplos 3-5 y Ejemplo Comparativo B

5 Como puede apreciarse en la Tabla 4, el valor DWS disminuyó a medida que aumentaba la temperatura de la polea guía calentada en la velocidad de hilado de 3500 m/m. Cuando la temperatura de la polea guía calentada se aumentó a 135°C en el Ejemplo 3, DWS descendió a un valor por debajo de 2% aproximadamente, mientras que a 125°C y a 115°C, DWS era 2, aproximadamente 2%, y 3, aproximadamente 9%, respectivamente. Por consiguiente, una temperatura de 115°C es suficiente para proporcionar en estas condiciones un hilo resistente al envejecimiento. La tensión a 130°C fue, también, mayor que 0,036 cN/dtex (0,04 g/d), aproximadamente, en los tres ejemplos.

10 Una bobina de hilo de 164 mm de diámetro y 2,7 kg de peso, preparada según el Ejemplo 3, fue monitorizada para determinar la deformación de la bobina por exposición a una temperatura de 41°C durante 5,2 horas siguiendo el Ejemplo 1. Antes de la exposición la razón de hoyos de la bobina era 0,13% y la diferencia entre los diámetros del extremo y de la parte media de la bobina. ED-MD, era 0,3 mm. Después de exponer durante 3,5 horas, la razón de hoyos era 0,26% y ED-MD era 0,7 mm. Después de exponer durante 5,2 horas, la razón de hoyos era 0,25% y ED-MD era 0,8 mm., lo que indica resistencia al envejecimiento. La razón de hoyos de una bobina de hilo similar, preparada según el Ejemplo Comparativo B, también fue monitorizada después de tratamiento a 41°C durante 5,2 horas. La razón de hoyos de esta bobina había aumentado desde un valor de 0,63 antes de calentar hasta 1,86 después de calentar, lo que indica alto grado de deformación. Los resultados de la exposición apoyan los valores de DWS como predictor exacto de resistencia al envejecimiento de las bobinas de hilos.

Ejemplos 6-8

20 Se repitió el proceso de los Ejemplos 1-2 excepto que la velocidad de hilado fue 3800 m/m y que el segundo chorro de entrelazado tenía una presión de 170 kPa en lugar de 240 kPa. En la Tabla 5 se proporcionan los parámetros del proceso de hilado. La velocidad de devanado se fijó para conseguir la tensión de arrollamiento deseada. Las propiedades de los hilos resultantes de proporcionan en la Tabla 6.

Tabla 5. Condiciones del proceso de hilado de los Ejemplos 6-8 y del Ejemplo Comparativo C.

Ejemplo	Vuelta (G1)	T(G1)	Vuelta (G2)	DR	SP(G1)	SP(G2)	SP(WU)	OF(WU)	Tw
		°C			m/m	m/m	m/m	%	g
	(a)	(b)	(c)	(d)	(e)	(f)	(g)	(h)	(i)
6	6s7g	135	0s1g	1,0000	3800	3800	3721	1,2	5,3
7	6s7g	125	0s1g	1,0000	3800	3800	3721	1,2	5,4
8	6s7g	115	0s1g	1,0000	3800	3800	3721	1,2	5,8
C	4s5g	30	0s1g	1,0000	3800	3800	3732	0,9	8,6

(a)-(1) son los mismos que para la Tabla 1

Tabla 6. Propiedades del hilo de los Ejemplos 6-8 y del Ejemplo Comparativo C

Ejemplo	DWS	BOS	Denier	Módulo	Tenacidad	E <sub>b</sub>	U, %	T(p1)	Tens(p1)	Ton	Tens	Razón de hoyos	Razón de hoyos
	%	%		(g/d) cN/dtex	(g/d) cN/dtex	%		°C	(g/d) cN/dtex	°C	(g/d) cN/dtex	%	%
6	1,3	8,8	93,5	(21,0) 18,9	(3,19) 2,87	71,8	0,86	78,8	(0,070) 0,063	54,72	(0,0717) 0,0645	0,26	0,38
7	2,1	8,4	93,5	(20,9) 18,8	(3,18) 2,86	72,3	0,87	74,5	(0,073) 0,066	54,02	(0,0743) 0,0669		
8	3,4	10,2	93,5	(21,0) 18,9	(3,11) 2,80	70,8	0,85	71,7	(0,074) 0,067	53,83	(0,0716) 0,0644		
C	9,1	23,7	94,1	(21,9) 19,7	(3,16) 2,84	72	0,81	81,8	(0,080) 0,072	52,26	(0,0784) 0,0706	0,52	1,76

Discusión de resultados – Ejemplos 6-8 y Ejemplo Comparativo C

Como puede apreciarse en las Tablas 5 y 6, en las condiciones de los Ejemplos 6-8 a temperaturas en la polea guía calentada de 115°C o superiores, los valores DWS eran todos menores que 4%, lo que indica resistencia al envejecimiento

- 5 Una bobina de hilo de 160 mm de diámetro y 2,7 kg de peso, preparada según el Ejemplo 6, fue monitorizada para determinar la deformación por exposición a una temperatura de 41°C durante 5,2 horas, como para el Ejemplo 1. Antes de la exposición, la razón de hoyos de la bobina era 0,25%, y la diferencia entre los diámetros del extremo y de la parte media de la bobina, ED-MD, era 0,6 mm. Después de exponer durante 3,5 horas, la razón de hoyos era 0,2 aproximadamente 9% y la ED-MD era 0,7 mm. Después de exponer durante 5,2 horas, la razón de hoyos era 0,38% y la ED-MD era 1 mm, lo que indica resistencia al envejecimiento., conformando la predicción por DWS. La razón de hoyos de una bobina de hilo similar, preparada según el Ejemplo Comparativo C, fue monitorizada también después de tratamiento a 41°C durante 5,2 horas. La razón de hoyos de esta bobina había aumentado desde un valor de 0,52 antes de calentar hasta 1,76 después de calentar, lo que indica un alto grado de deformación. Los resultados de la exposición apoyan el que los valores DWS son un predictor exacto de resistencia al envejecimiento de las bobinas de hilos.

Debido al aumento de la velocidad de hilado y el denier de los filamentos reducido en comparación con el Ejemplo 1, los valores de alargamiento de los hilos producidos en los Ejemplos 6-8 y en el Ejemplo Comparativo C, se habían reducido a 71% aproximadamente, en comparación con 80% aproximadamente, en una velocidad de hilado de 3334 m/m. No ocurrió cambio importante ni en el módulo ni en la tenacidad debido al aumento de la velocidad de hilado desde 3334 a 3800 m/m.

Ejemplos 9-12

Se repitió el proceso de los Ejemplos 1-2 con una velocidad de hilado de 4000 m/m y una presión del segundo chorro de entrelazado de 170 kPa en lugar de 240 kPa. En la Tabla 7 se proporcionan los parámetros del proceso de hilado. La velocidad de devanado se fijó para conseguir la tensión de arrollamiento deseada. Las propiedades de los hilo resultantes se proporcionan en la Tabla 8.

Tabla 7. Condiciones del proceso de hilado de los Ejemplos 9-12 y del Ejemplo Comparativo D.

Ejemplo	Vuelta(G1)	T(G1) °C	Vuelta (G2)	DR	SP(G1) m/m	SP(G2) m/m	SP(WU) m/m	OF(WU) %	Tw g
	(a)	(b)	(c)	(d)	(e)	(f)	(g)	(h)	(i)
9	6s7g	145	0s1g	1,0000	4001	4001	3913	1,3	5,3
10	6s7g	135	0s1g	1,0000	4001	4001	3913	1,3	5,6
11	6s7g	125	0s1g	1,0000	4001	4001	3913	1,3	5,6
12	6s7g	115	0s1g	1,0000	4001	4001	3913	1,3	6
D	4s5g	30	0s1g	1,0000	4001	4001	3921	1,1	8,6

(a)- (i) son los mismos que para la Tabla 1

Tabla 8. Propiedades de los hilos de los Ejemplos 9-12 y del Ejemplo Comparativo D.

Ejemplo	DWS %	BOS %	Denier	Módulo (g/d) cN/dtex	Tenacidad (g/d) cN/dtex	E <sub>b</sub> %	U, %	T(p1) °C	Tens(p1) (g/d) cN/dtex	Ton °C	Tens (130°C) (g/d) cN/dyex	Razón de hoyos % Antes	Razón de hoyos % Después
9	1,6	5,9	89,3	(21,7) 19,5	(3,25) 2,93	70,8	0,87	87,8	(0,067) 0,060	58,75	0,0726 0,0653	0,18	0,44
10	2	6,6	89,1	(20,9) 18,8	(3,22) 2,90	71,5	0,90	75,8	(0,076) 0,068	53,74	(0,0749) 0,0674		
11	2,5	7,5	89	(20,8) 18,7	(3,11) 2,80	69,1	0,89	67,8	(0,091) 0,082	53,70	(0,0860) 0,0774		
12	3,7	9,5	88,9	(20,6) 18,5	(3,20) 2,88	70,4	0,86	70,3	(0,089) 0,080	54,27	(0,0842) 0,0758		
D	7,6	14,4	89,4	(21,5) 19,4	(3,19) 2,87	71,5	0,77	62,8	(0,088) 0,079	52,64	(0,0770) 0,0693	0,53	1,62

Discusión de resultados – Ejemplos 9-12 y Ejemplo Comparativo D

5 Como puede apreciarse de las Tablas 7 y 8, a medida que la temperatura de la polea guía calentada aumentaba, disminuía el valor DWS del hilo resultante. Cuando la temperatura de la polea guía calentada estaba en 115°C ó 125°C, el valor DWS del hilo resultante estaba entre 2 y 4%. Por consiguiente, 115°C y 125°C son, ambas, temperaturas aceptables para realizar el recocido a una velocidad de hilado de 4000 m/m, produciendo hilos resistentes. Valores inferiores de DWS fueron conseguidos a mayores temperaturas.

10 Se preparó una bobina de hilo, de 152 mm de diámetro y 2 kg de peso según el Ejemplo 10 y se monitorizó para determinar la deformación de la bobina por exposición a una temperatura de 41°C durante 3,4 horas, como en el Ejemplo 1. Antes de la exposición la razón de hoyos de la bobina era 0,18% y la diferencia entre el diámetro del extremo de la bobina y el diámetro de la parte media, ED-MD, era 0,64 mm. Después de exponer durante 3,4 horas, la razón de hoyos era 0,44 mm y la diferencia ED-MD era 1,1 mm. Estos cambios en la bobina muestran buena resistencia al envejecimiento, confirmando la predicción por el valor DWS. La razón de hoyos de una bobina de hilo similar, preparada según el Ejemplo Comparativo D, fue monitorizada también después de tratamiento a 41°C  
15 después de calentar, lo que indica alto grado de deformación. Los resultados de la exposición apoyan los valores DWS como predictores exactos de resistencia al envejecimiento de las bobinas de hilos.

Ejemplos 13-18 y Ejemplos Comparativos G-I

20 Se repitió el proceso de los Ejemplos 1-2, excepto aquellos parámetros identificados en la Tabla 9 y los discutidos aquí. El polímero de 3GT tenía una I.V, de 1,02. La temperatura de la hilera era 264°C. La velocidad de hilado que se empleó fue 3500 m/m. El segundo chorro de entrelazado tenía una presión de 240 kPa. La razón de estirado varió desde 0,999 hasta 1,10. Con objeto de evaluar la existencia de aplastamiento del tubo, se prepararon bobinas de dimensiones 150 mm de diámetro aproximadamente y 2,5 kg de peso aproximadamente, para todos los ejemplos y ejemplos comparativos de la Tabla 9. Las propiedades de los hilos resultantes se proporcionan en la Tabla 10.

Tabla 9. Condiciones del proceso de hilado para los Ejemplos 13-18 y G-1.

Ejemplo	Vuelta(G1)	T(G1) °C	Vuelta (G2)	DR	SP(G1) m/m	SP(G2) m/m	SP(WU) m/m	OF(WU) %	Tw g
	(a)	(b)	(c)	(d)	(e)	(f)	(g)	(h)	(i)
13	6s7g	135	3s4g	0,999	3500	3823	3761	0,90	5,7
14	6s7g	135	3s4g	1,000	3500	3828	3765	0,90	5,5
15	6s7g	135	3s4g	1,020	3500	3905	3841	0,90	5,6
16	6s7g	135	3s4g	1,040	3500	3981	3912	1,00	5,6
G	6s7g	135	3s4g	1,060	3500	4058	3987	1,00	5,7
H	6s7g	135	3s4g	1,080	3500	4134	4056	1,00	7,6
I	6s7g	135	3s4g	1,100	3500	4211	4131	1,00	9,5

(a)- (i) son los mismos de la Tabla 1

Tabla 10. Propiedades de los hilos de los Ejemplos 13-16 y G-I

Ejemplo	DWS %	BOS %	Denier	Módulo (g/d) cN/dtex	Tenacidad (g/d) cN/dtex	E <sub>b</sub> %	U, %	T(p1) °C	Tens(p1) (g/d) cN/dtex	Ton °C	Tens 130°C (g/d) cN/dyex	Tubo aplastado
13	1,5	9,3	103,1	(19,8) 17,8	(2,97) 2,67	72,5	0,72	71,0	(0,056) 0,050	51,1	(0,0572) 0,0515	No
14	1,8	8,3	102,4	(19,7) 17,7	(3,06) 2,75	75,7	0,72	71,5	(0,055) 0,050	51,5	(0,0566) 0,0509	No
15	2,5	9,3	100,7	(20,8) 18,7	(3,00) 2,70	69,1	0,67	74,0	(0,094) 0,085	49,9	(0,0914) 0,0823	No
16	2,6	11,2	99,0	(21,5) 19,4	(3,07) 2,76	65,8	0,66	88,1	(0,128) 0,115	49,8	(0,1240) 0,1117	No
G	2,7	11,7	98,5	(22,8) 20,5	(3,28) 2,95	65,6	0,66	87,5	(0,158) 0,142	49,8	(0,1514) 0,1363	Si
H	3,3	12,4	96,7	(22,7) 20,4	(3,33) 3,00	63,7	0,66	90,7	(0,194) 0,175	50,7	(0,1857) 0,1671	Si
I	4,2	11,6	94,4	(22,7) 20,4	(3,45) 3,11	61,1	0,72	100,8	(0,221) 0,199	50,1	(0,2148) 0,1933	Si



Discusión de los resultados de los Ejemplos 13-16 y de los Ejemplos Comparativos G-I

La Tabla 10 muestra que el valor DWS aumenta a medida que aumenta la razón de estirado. En una razón de estirado de 1,10, DWS es ligeramente superior a 4%. Aun cuando, en una razón de estirado de 1,08, DWS era solamente 3,4%, lo que indica resistencia al envejecimiento en esas condiciones, en razones de estirado mayores que 1,04 tenía lugar aplastamiento del tubo. Por consiguiente, desde el punto de vista de resistencia al envejecimiento durante el almacenamiento del hilo, el aumento de la razón de estirado en el proceso de recocado al devanar no debilita espectacularmente la resistencia al envejecimiento del hilo. No obstante, ocurre aplastamiento del tubo durante el arrollamiento de la bobina, lo que evita que la bobina sea retirada de los husos sobre las devanadoras. La Tabla 10 muestra también que el alargamiento del hilo que resulta disminuye a medida que aumenta la razón de estirado. En una razón de estirado de 1,04 en que el aplastamiento del tubo es probable que ocurra, el alargamiento se redujo hasta aproximadamente 66% desde más de 70% en una razón de estirado igual o menor que 1. El alargamiento del hilo que resulta disminuye adicionalmente cuando la razón de estirado aumenta desde 1,94. La disminución de alargamiento en hilos alimentados de DTY hace disminuir la productividad del proceso de hilatura. Por consiguiente, desde el punto de vista de la productividad, se desea también una razón de estirado baja.

Ejemplos 17-20

Se repitió le proceso de los Ejemplos 1-2 excepto por los parámetros identificados en la Tabla 11. Las propiedades de los hilos que resultan se proporcionan en la Tabla 12 y están comparados con las propiedades de los Ejemplos 1, 3, 6 y 9..

Los Ejemplos 17-20 junto con los Ejemplos 1, 3, 6 y 9 proporcionan ejemplos de cambio de la razón de estirado a velocidades de hilado de 3334, 3500, 3800 y 4000 m/m. Condiciones principales del proceso se proporcionan en la Tabla 11. Las razones de estirado fueron todas iguales o menores que 1. Las temperaturas de la polea guía calentada fueron las mismas para los dos ejemplos comparados en cada velocidad de hilado. El devanado sobrealimentado se ajustó en cada ejemplo con objeto de alcanzar la tensión de arrollamiento deseada. El efecto de la razón de estirado está comparado en cada velocidad de hilado. Cuando la velocidad de hilado cambió entre los Ejemplos 1 y 17, los Ejemplos 3 y 18, los Ejemplos 6 y 19 y los Ejemplos 9 y 20, la productividad del polímero se mantuvo en el valor indicado en el Ejemplo 1. Por tanto, el denier disminuyó a medida que aumentaba la velocidad de hilado.

Tabla 11. Condiciones del proceso de hilado para los Ejemplos 1, 6, 9 y 17-20

Ejemplo	Sprt T °C (a')	Vuelta(G1) (a)	T(G1) °C (b)	Vuelta(G2) (c)	DR (d)	SP(G1) m/m (e)	SP(G2) m/m (f)	SP(WU) m/m (g)	OF(WU) % (h)	Tw g (i)
1	264	6s7g	135	3s4g	0,9989	3334	3330	3270	0,900	5,4
17	262	6s7g	135	0s1g	1,0000	3334	3334	3274	0,916	4,9
18	264	6s7g	135	3s4g	0,9989	3500	3496	3434	0,900	6,5
3	262	6s7g	135	0s1g	1,0000	3500	3500	3407	1,778	3,6
19	264	6s7g	135	3s4g	0,9989	3800	3796	3717	1,187	6,5
6	262	6s7g	135	0s1g	1,0000	3800	3800	3721	1,200	5,3
20	264	6s7g	145	3s4g	0,9989	4001	3996	3913	1,187	6,4
9	262	6s7g	145	0s1g	1,0000	4001	4001	3913	1,300	5,3

(a) –(i) son los mismos que para la Tabla 1

(a') Temperatura de la hilera

Tabla 12. Propiedades de los hilos de los Ejemplos 1, 3, 6, 9 y 17 - 20

Ejemplo	DWS %	BOS %	Denier	Módulo (g/d) cN/dtex	Tenacidad (g/d) cN/dtex	E <sub>b</sub> %	U, %	T (p1) °C	Tens(p1) (g/d) cN/dtex	Ton °C	Tens (130°C) (g/d) cN/dtex	Peso de bobina kg	Diámetro del extremo mm	Razón de protuberancias %	Razón de hoyos %
1	1,5	5,75	106,4	(20,8) 18,7	(3,02) 2,72	79,5	0,83	77,8	(0,042) 0,038	57,18	(0,0429) 0,0386	16,7	319,4	3,34	0,13
17	2,4	6,0	107,8	(19,6) 17,6	(2,94) 2,65	79,2	0,90	70,0	(0,049) 0,044	54,88	(0,0448) 0,0403	-	-	-	-
18	1,1	6,0	101,5	(20,5) 18,5	(3,13) 2,82	76,0	0,83	74,7	(0,048) 0,043	54,50	(0,0491) 0,0442	16,7	321,3	4,73	0,25
3	1,6	5,6	101,8	(20,2) 18,2	(3,05) 2,75	76,6	0,87	72,8	(0,044) 0,040	54,80	(0,0437) 0,0393	-	-	-	-
19	1,1	6,1	93,9	(21,3) 19,2	(3,20) 2,88	72,2	0,80	74,6	(0,064) 0,058	54,74	(0,0670) 0,0603	16,7	323,1	6,10	0,38
6	1,3	6,6	93,5	(21,0) 18,9	(3,19) 2,87	71,8	0,86	78,8	(0,070) 0,063	54,72	(0,0717) 0,0645	-	-	-	-
20	1,0	6,2	89,1	(20,5) 18,5	(3,22) 2,90	70,0	0,88	80,8	(0,076) 0,068	56,27	(0,0798) 0,0718	9,3	253,5	5,92	0,04
9	1,6	5,9	89,3	(21,7) 19,5	(3,25) 2,93	70,8	0,87	87,8	(0,087) 0,060	58,75	(0,0726) 0,0653	-	-	-	-

## Discusión de los resultados de los Ejemplos 17 – 20

Como puede apreciarse de la Tabla 12, en cada velocidad de hilado examinada, el valor DWS era mayor a medida que la razón de estirado era mayor. Este efecto fue más evidente en baja velocidad de hilado. A 3334 m/m, cuando la razón de estirado cambió desde 0,9989 a 1, DWS aumentó desde 1,5 a 2,4. Otras propiedades de los hilos son bastante similares en cada velocidad de hilado cuando la razón de estirado cambia desde 0,9989 a 1, en especial el valor de BOS, que cambia menos que el de DWS. La Tabla 12 proporciona también cuatro ejemplos de arrollamiento de bobina en el hilado de SAY de esta invención. Los Ejemplos 1, 18, 19 y 20, dan arrollamiento de bobina a velocidades de hilado de 3334, 3500, 3800 y 4000 m/m, respectivamente. El peso de la bobina, el diámetro del extremo de la bobina, la razón de protuberancias y la razón de hoyos de las bobinas obtenidas se exponen en la Tabla 12. Sorprendentemente, el peso de la bobina en los Ejemplos 1, 18 y 19 alcanza 16,7 kg.

Los expertos en la técnica, haciendo uso del beneficio de la presente descripción, podrán apreciar las muchas ventajas y características de la presente invención y que pueden llevarse a cabo muchas modificaciones de los diversos aspectos y realizaciones de la presente invención que se describen en esta memoria, sin desviarse del espíritu de la presente invención. Por ejemplo, los hilos para aplicaciones textiles deben poseer ciertas propiedades tales como suficiente tenacidad y alargamiento apropiado, con retracción suficientemente baja para ser adecuados para usar en procesos textiles, tales como confección de tejidos y géneros de punto. Los hilos de 3GT de que se dispone en el comercio, son hilos de poli(tereftalato de trimetileno) parcialmente orientados (3GT POY) que necesitan ser estirados o estirados-texturizados antes de usar en tejidos. El procedimiento según la presente invención proporciona, entre otras cosas, un hilo devanado, de “uso directo”, que puede emplearse para fabricar productos textiles sin estirado adicional. Asimismo, por ejemplo, el diseño de un procedimiento de hilatura para mejorar la resistencia al envejecimiento de una bobina de hilo, ha de basarse en el envejecimiento real de la bobina. Sin embargo, la medida del envejecimiento real de una bobina consume mucho tiempo. Se describe un método que puede predecir el envejecimiento de una bobina, que puede realizarse fácil y rápidamente. Los diversos aspectos y realizaciones que se describen en esta memoria son, por tanto, solamente ilustrativos y no están destinados a limitar el alcance de la presente invención.

**REIVINDICACIONES**

- 1.- Un procedimiento estable de recocado-devanado para producir un hilo de poliéster que comprende:
  - (a) someter a extrusión través de una hilera poli(tereftalato de trimetileno) fundido;
  - 5 (b) enfriar el poli(tereftalato de trimetileno) obtenido en la extrusión para formar una hebra de filamentos sólidos en la que los filamentos poseen una tensión a 130°C mayor que 0,018 cN/dtex (0,02 g/d), aproximadamente;
  - (c) hacer pasar los filamentos a una polea guía calentada hecha funcionar a una velocidad y una temperatura para calentar la hebra, en la que la velocidad y la temperatura a la que la hebra es calentada son suficientes para proporcionar un hilo con un valor de la retracción en calor seco de, aproximadamente, 4% o menos; en el que la velocidad de la polea guía calentada es al menos 3000 m/m aproximadamente, y la temperatura de la polea guía
  - 10 calentada es 90°C, aproximadamente, a 165°C, aproximadamente; y
  - (d) (hacer pasar el hilo a una polea guía de enfriamiento en la que el hilo es enfriado a una temperatura de, aproximadamente, 35°C o menos, en la que la velocidad de la polea guía de enfriamiento proporciona una razón de estirado entre la polea guía calentada y la polea guía de enfriamiento de, aproximadamente, 1,04 o menos; en el que la tensión de la hebra se aumenta antes de hacerla pasar a la polea guía de enfriamiento, en el que la
  - 15 tensión de la hebra se aumenta en al menos 0,0044 cN/dtex (0,005 g/d), aproximadamente; y
  - (e) en el que la hebra procedente de la polea guía de enfriamiento es devanada en una bobina.
- 2.- El procedimiento según la reivindicación 1, en el que se aplica un acabado a los filamentos sólidos después de enfriar.
- 3.- El procedimiento según la reivindicación 1, en el que la temperatura de la polea guía calentada es 115°C,
- 20 aproximadamente, a 165°C, aproximadamente.
- 4.- El procedimiento según la reivindicación 3, en el que la hebra procedente de la polea guía de enfriamiento es devanada en una bobina, en el que los filamentos son devanados en una bobina en una tensión mayor que 0,035 cN/dtex (0,04 g/d), aproximadamente, y en el que el arrollamiento es tal que la velocidad verdadera del hilo es menor que la velocidad de la polea guía de enfriamiento.
- 5.- Hilo de poli(tereftalato de trimetileno) hilado en fusión, que puede obtenerse por el procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1-4.
- 6.- El hilo según la reivindicación 5, que tiene un alargamiento menor o igual que 105%, aproximadamente, que posee una tenacidad igual o mayor que 2,2 cN/dtex (2,5 g/d), aproximadamente, que tiene in módulo menor o igual que 20 cN/dtex (23 g/d), aproximadamente, que posee un Uster menor o igual que 2%, aproximadamente, que tiene una retracción en ebullición menor o igual que 14% ,aproximadamente, que posee una Tensión a 130°C igual o mayor que 0,018 cN/dtex (0,02 g/d), aproximadamente, que posee una temperatura del primer pico de tensión
- 30 térmica de 60-90°C, aproximadamente, y/o que posee una tensión del primer pico de 0,026-0,13 cN/dtex (0,03-0,15 g/d), aproximadamente.
- 7.- El hilo según la reivindicación 5 ó 6, que posee una temperatura de comienzo de la retracción de 45°C a 70°C,
- 35 aproximadamente.
- 8.- Una bobina devanada de poli(tereftalato de trimetileno) hilado en fusión, según la reivindicación 5, 6 ó 7, que posee un grosor de la capa de hilo de al menos 50 mm, aproximadamente, y un peso de bobina de al menos 6 kg, aproximadamente.
- 9.- Una bobina producida a partir del hilo según la reivindicación 5, que posee un grosor de las capas de hilo de al menos 16 mm, aproximadamente, que pesa al menos 1,5 kg, aproximadamente, y que posee un diámetro de bobina de al menos 142 mm, aproximadamente, que por exposición a temperaturas de al menos 41°C durante al menos 3,2 horas, tiene una razón de hoyos de, aproximadamente, 0,82% o menos.
- 40 10.- Una bobina producida a partir del hilo según la reivindicación 5, que posee un grosor de las capas de hilo de 20-30 mm, aproximadamente, que pesa 2-3 kg, aproximadamente, y que posee un diámetro de bobina de 151-169 mm, aproximadamente, que por exposición a temperaturas de al menos 41°C durante al menos 3,2 horas, tiene una diferencia entre los diámetros de los extremos y de la parte media de la bobina de, aproximadamente, 2 mm o menos.
- 45 11.- La bobina según la reivindicación 10, que por exposición a temperaturas de 41°C durante al menos 3,2 horas,. tiene una razón de protuberancias de, aproximadamente, 5% o menos.
- 50 12.- La bobina según la reivindicación 5, que tiene una razón de hoyos de, aproximadamente, 2% o menos.
- 13.- La bobina según la reivindicación 5, devanada en torno a un tubo, que está sustancialmente libre de aplastamiento.

Figura 1

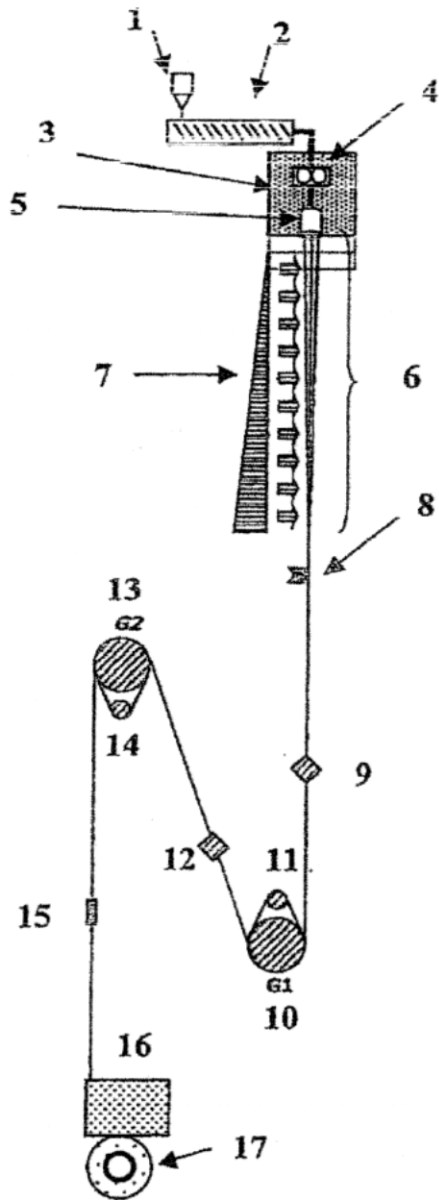


Figura 2

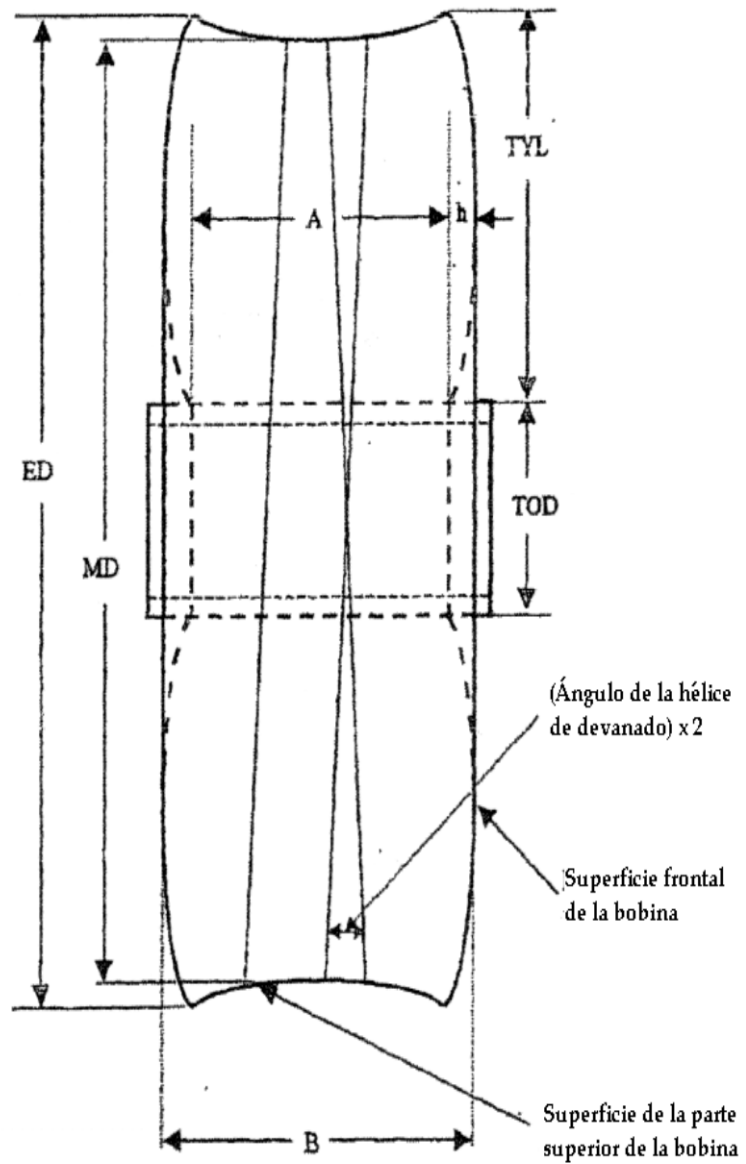


Figura 3

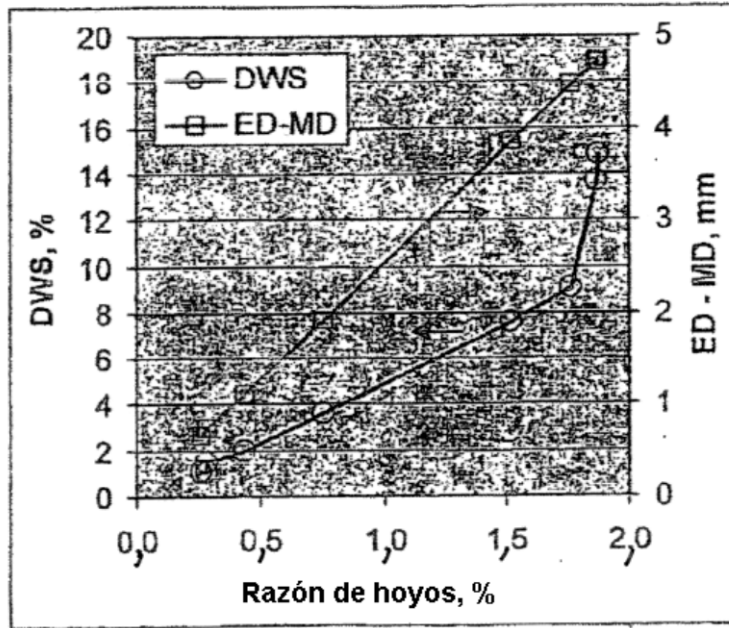


Figura 4

