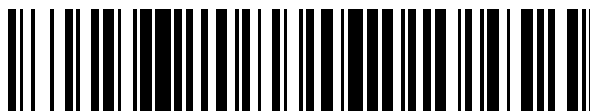


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 537 129**

51 Int. Cl.:

D01F 6/92	(2006.01)
D01F 1/10	(2006.01)
D01F 6/60	(2006.01)
D01F 6/62	(2006.01)
D01F 6/82	(2006.01)
D02G 3/00	(2006.01)
D04H 1/00	(2006.01)
D04H 3/00	(2012.01)
D03D 15/00	(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **09.09.2010 E 10817226 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **25.02.2015 EP 2479320**

54 Título: **Fibra y estructura de fibra**

30 Prioridad:

16.09.2009 JP 2009214325
13.10.2009 JP 2009236297
17.12.2009 JP 2009286437
17.12.2009 JP 2009286438
26.01.2010 JP 2010014344
14.05.2010 JP 2010112070
17.05.2010 JP 2010113001
17.05.2010 JP 2010113002
17.05.2010 JP 2010113000
08.06.2010 JP 2010130955
08.06.2010 JP 2010130953
08.06.2010 JP 2010130954
08.06.2010 JP 2010130951
08.06.2010 JP 2010130950
08.06.2010 JP 2010130956
08.06.2010 JP 2010130952
10.06.2010 JP 2010132927
16.06.2010 JP 2010137329
23.06.2010 JP 2010142772

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
02.06.2015

73 Titular/es:

TEIJIN LIMITED (100.0%)
6-7, Minamihommachi 1-chome Chuo-ku
Osaka-shi, Osaka 541-0054, JP

72 Inventor/es:

KURIHARA, HIDESHI;
TOYOHARA, KIYOTSUNA;
SHOJI, SHINICHIRO;
YAMAMOTO, TOMOYOSHI y
ODA, AKIMICHI

74 Agente/Representante:

IZQUIERDO BLANCO, María Alicia

ES 2 537 129 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).

Fibra y estructura de fibra

Descripción

5 Campo técnico

La invención se refiere a una fibra que contiene una composición que tiene un compuesto polimérico protegido en los extremos con un compuesto de carbodiimida; y también a una estructura de fibra.

10 Antecedentes de la técnica

Ya se ha propuesto el uso de un compuesto de carbodiimida como agente de protección terminal para un compuesto polimérico terminado con grupos ácidos, tales como grupos carboxilo, inhibiendo así la hidrólisis del compuesto polimérico (Documento de Patente 1). El compuesto de carbodiimida utilizado en esta propuesta es un compuesto de carbodiimida lineal. Cuando se utiliza un compuesto de carbodiimida lineal como agente de protección terminal para un compuesto polimérico, tras la reacción que fija el compuesto de carbodiimida lineal a los extremos del compuesto polimérico, se libera un compuesto que contiene un grupo isocianato. Esto da como resultado el olor característico de un compuesto de isocianato, lo que origina el problema del deterioro del entorno de trabajo.

20 [Documento de Patente 1] JP-A-2008-50584
[Documento de Patente 2] JP-A-2005-2174

Descripción de la invención

25 Un objeto de la invención es proporcionar una fibra que contiene una composición que tiene un compuesto polimérico protegido en los extremos con un compuesto de carbodiimida con una estructura específica sin la liberación de un compuesto de isocianato; y una estructura de fibra.

30 Medios para resolver los problemas

Los autores de la presente invención llevaron a cabo una amplia investigación sobre agentes de protección terminal cuya reacción con un grupo ácido, tal como un grupo carboxilo, no provoca la liberación de un compuesto de isocianato. Como resultado, se descubrió que un compuesto de carbodiimida con una estructura de anillo no provoca la liberación de un compuesto de isocianato tras la reacción con un grupo ácido, por lo que puede mantenerse un buen entorno de trabajo. Se llevó a cabo así la invención.

Es decir, la invención incluye las siguientes invenciones.

1. Una fibra que contiene una composición obtenida mezclando:

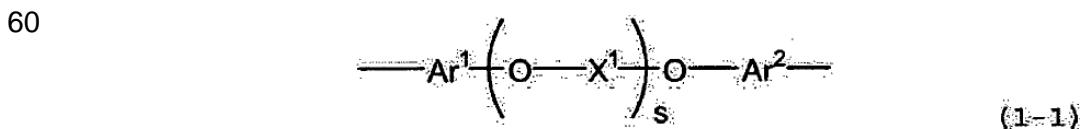
40 un compuesto que tiene al menos una estructura de anillo que contiene un grupo carbodiimida estando unidos entre sí el primer nitrógeno y segundo nitrógeno del mismo a través de un grupo de unión; con un compuesto polimérico que tiene un grupo ácido.

45 2. Una fibra según el punto 1 anterior, en la que la estructura de anillo está representada por la siguiente fórmula (1), y el número de átomos que forman la estructura de anillo es de 8 a 50:



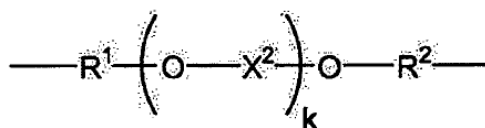
55 en la que Q es un grupo de unión divalente a tetravalente que es un grupo alifático, un grupo alicíclico, un grupo aromático, o una combinación de los mismos y, opcionalmente, contiene un heteroátomo.

3. Una fibra según el punto 2 anterior, en la que Q es un grupo de unión divalente a tetravalente representado por la siguiente fórmula (1-1) (1-2) o (1-3):



65

5



(1-2)

10



en las que

15

Ar¹ y Ar² son cada uno independientemente un grupo aromático divalente a tetravalente que tiene de 5 a 15 átomos de carbono,

R¹ y R² son cada uno independientemente un grupo alifático divalente a tetravalente que tiene de 1 a 20 átomos de carbono, un grupo alicíclico divalente a tetravalente que tiene de 3 a 20 átomos de carbono, una combinación de los mismos, o una combinación del grupo alifático o alicíclico con un grupo aromático divalente a tetravalente que tiene de 5 a 15 átomos de carbono,

20

X¹ y X² son cada uno independientemente un grupo alifático divalente a tetravalente que tiene de 1 a 20 átomos de carbono, un grupo alicíclico divalente a tetravalente que tiene de 3 a 20 átomos de carbono, un grupo aromático divalente a tetravalente que tiene de 5 a 15 átomos de carbono, o una combinación de los mismos,

25

s es un número entero de 0 a 10 y k es un número entero de 0 a 10, a condición de que cuando s o k sea 2 o más, X¹ o X² como unidad de repetición puede ser diferente del otro X¹ o X², y

X³ es un grupo alifático divalente a tetravalente que tiene de 1 a 20 átomos de carbono, un grupo alicíclico divalente a tetravalente que tiene de 3 a 20 átomos de carbono, un grupo aromático divalente a tetravalente que tiene de 5 a 15 átomos de carbono, o una combinación de los mismos,

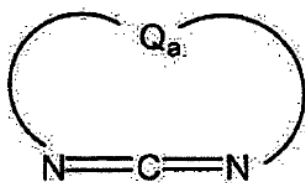
30

a condición de que Ar¹, Ar², R¹, R², X¹, X² y X³ contengan opcionalmente un heteroátomo, cuando Q sea un grupo de unión divalente, Ar¹, Ar², R¹, R², X¹, X² y X³ sean todos grupos divalentes, cuando Q sea un grupo de unión trivalente, uno de Ar¹, Ar², R¹, R², X¹, X² y X³ sea un grupo trivalente, y cuando Q sea un grupo de unión tetravalente, uno de Ar¹, Ar², R¹, R², X¹, X² y X³ sea un grupo tetravalente o dos de Ar¹, Ar², R¹, R², X¹, X² y X³ sean grupos trivalentes.

35

4. Una fibra según el punto 1 anterior, en la que el compuesto con una estructura de anillo está representado por la siguiente fórmula (2):

40



45

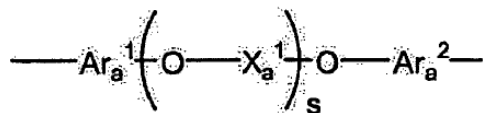
(2)

50

en la que Q_a es un grupo de unión divalente que es un grupo alifático, un grupo alicíclico, un grupo aromático, o una combinación de los mismos y, opcionalmente, contiene un heteroátomo.

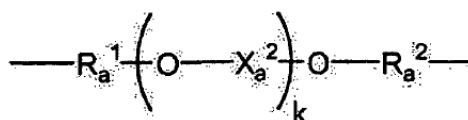
5. Una fibra según el punto 4 anterior, en la que Q_a es un grupo de unión divalente representado por la siguiente fórmula (2-1), (2-2) o (2-3):

55



(2-1)

60



65

(2-2)

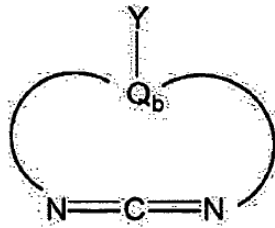


5 en las que $Ar_a^1, Ar_a^2, R_a^1, R_a^2, X_a^1, X_a^2, X_a^3, s, y$ k son como se ha definido para $Ar^1, Ar^2, R^1, R^2, X^1, X^2, X^3, s$ y k de las fórmulas (1-1) a (1-3), respectivamente.

6. Una fibra según el punto 1 anterior, en la que el compuesto con una estructura de anillo está representado por la siguiente fórmula (3):

10

15



(3)

20

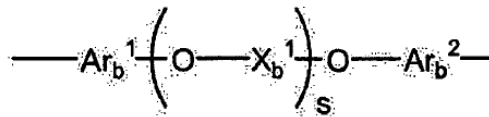
en la que

25

Q_b es un grupo de unión trivalente que es un grupo alifático, un grupo alicíclico, un grupo aromático, una combinación de los mismos y, opcionalmente, contiene un heteroátomo, e Y es un transportador que da soporte a la estructura de anillo.

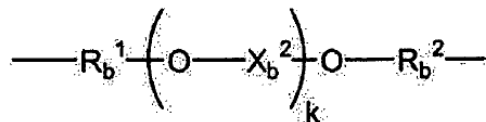
7. Una fibra según el punto 6 anterior, en la que Q_b es un grupo de unión trivalente representado por la siguiente fórmula (3-1), (3-2) o (3-3):

30



(3-1)

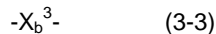
35



(3-2)

40

45



50

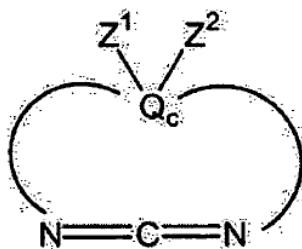
en las que $Ar_b^1, Ar_b^2, R_b^1, R_b^2, X_b^1, X_b^2, X_b^3, s$ y k son como se han definido para $Ar^1, Ar^2, R^1, R^2, X^1, X^2, X^3, s$ y k de las fórmulas (1-1) a (1-3), respectivamente, a condición de que uno de los grupos sea un grupo trivalente.

8. Una fibra según el punto 6 anterior, en la que Y es un enlace sencillo, un doble enlace, un átomo, un grupo atómico o un polímero.

9. Una fibra según el punto 1 anterior, en la que el compuesto con una estructura de anillo está representado por la siguiente fórmula (4):

55

60



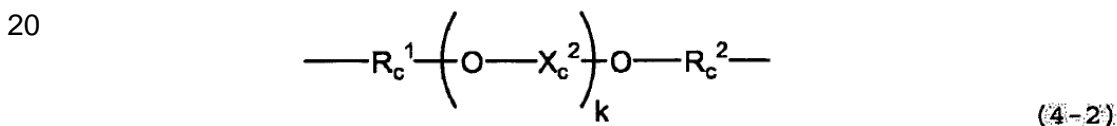
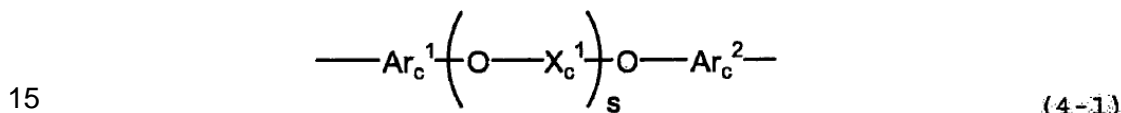
(4)

65

en la que

5 Q_c es un grupo de unión tetravalente que es un grupo alifático, un grupo aromático, un grupo alicíclico, o una combinación de los mismos y, opcionalmente, contiene un heteroátomo, y Z^1 y Z^2 son transportadores que dan soporte a la estructura de anillo.

10 10. Una fibra según el punto 9 anterior, en la que Q_c es un grupo de unión tetravalente representado por la siguiente fórmula (4-1), (4-2) o (4-3):



30 en las que Ar_c^1 , Ar_c^2 , R_c^1 , R_c^2 , X_c^1 , X_c^2 , X_c^3 , s , y k son como se ha definido para Ar^1 , Ar^2 , R^1 , R^2 , X^1 , X^2 , X^3 , s y k de las fórmulas (1-1) a (1-3), respectivamente, a condición de que uno de los grupos sea un grupo tetravalente o dos de los grupos sean grupos trivalentes.

35 11. Una fibra según el punto 9 anterior, en la que Z^1 y Z^2 son cada uno independientemente un enlace sencillo, un doble enlace, un átomo, un grupo atómico o un polímero.

12. Una fibra según el punto 1 anterior, en la que el compuesto polimérico que tiene un grupo ácido es al menos un miembro seleccionado del grupo que consiste en poliésteres aromáticos, poliésteres alifáticos, poliamidas, poliamidaimida y amidas de poliéster.

40 13. Una fibra según la reivindicación 12, en la que el poliéster aromático contiene como unidad de repetición principal al menos un miembro seleccionado del grupo que consiste en tereftalato de butileno, tereftalato de etileno, tereftalato de trimetileno, dicarboxilato de etileno naftaleno y dicarboxilato de butileno naftaleno.

14. Una fibra según el punto 12 anterior, en la que el poliéster alifático es el ácido poliláctico.

15. Una fibra según el punto 14 anterior, en la que el ácido poliláctico forma un cristal de estereocomplejo.

16. Una estructura de fibra que utiliza al menos una fibra según la reivindicación 1.

45 17. Una estructura de fibra según el punto 16 anterior, en la que la estructura de fibra es al menos una forma seleccionada de entre un hilo texturizado, un textil tejido, un tejido de punto y un textil no tejido.

Ventaja de la invención

50 La invención permite proporcionar una fibra que contiene una composición que tiene un compuesto polimérico protegido en los extremos con un compuesto de carbodiimida sin la liberación de un compuesto de isocianato; y una estructura de fibra. Como resultado, puede suprimirse la generación de un olor muy desagradable procedente de un compuesto de isocianato libre, con lo que puede mejorarse el entorno de trabajo.

Breve descripción de los dibujos

55 La Fig. 1 muestra una forma de realización de la forma modificada de una sección transversal de una fibra útil en la invención.

60 La Fig. 2 muestra esquemáticamente un ejemplo del patrón de fijación de un agente que confiere la propiedad de conservar el calor, un agente hidrófugo, o similar, que puede utilizarse en la invención (patrón en el que los cuadrados están unidos en sus esquinas). La parte en negro es la zona en la que se fija el agente.

La Fig. 3 muestra esquemáticamente un ejemplo del patrón de fijación de un agente que confiere la propiedad de conservar el calor, un agente hidrófugo, o similar, que puede utilizarse en la invención (patrón cuadrículado). La parte en negro es la zona en la que se fija el agente.

65 La Fig. 4 es un diagrama esquemático de un ejemplo del patrón de fijación de un agente que confiere la propiedad de conservar el calor, un agente hidrófugo, o similar, que puede utilizarse en la invención (patrón en el

que el agente se aplica sobre toda la superficie). Incidentalmente, la parte en negro representa la zona en la que se fija el agente.

Modo de llevar a cabo la invención

5

La invención se describirá detalladamente en lo sucesivo.

<Estructura de anillo>

10

En la invención, un compuesto de carbodiimida tiene una estructura de anillo (en lo sucesivo, el compuesto de carbodiimida se denomina a veces simplemente "compuesto de carbodiimida cíclico"). El compuesto de carbodiimida cíclico puede tener una pluralidad de estructuras de anillo.

15

La estructura de anillo tiene un grupo carbodiimida (-N=C=N-), y el primer nitrógeno y segundo de nitrógeno del mismo están unidos entre sí a través de un grupo de unión. Una estructura de anillo tiene sólo un grupo carbodiimida. Sin embargo, en caso de haber en la molécula una pluralidad de estructuras de anillo, tal como el caso de los anillos espiránicos, cuando cada una de las estructuras de anillo conectadas al átomo espiránico tiene un grupo carbodiimida, el propio compuesto puede tener una pluralidad de grupos carbodiimida, por supuesto. El número de átomos en la estructura de anillo es preferentemente de 8 a 50, más preferentemente de 10 a 30, aún más preferentemente de 10 a 20, y de manera especialmente preferente de 10 a 15.

20

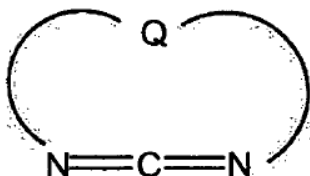
25

El número de átomos en la estructura de anillo del presente documento se refiere al número de átomos que forman directamente la estructura de anillo. Por ejemplo, en el caso de un anillo de 8 miembros, es 8, y en el caso de un anillo de 50 miembros, es 50. Esto se debe a que cuando el número de átomos en la estructura de anillo es inferior a 8, el compuesto de carbodiimida cíclico tiene una estabilidad reducida y puede ser difícil de almacenar o utilizar. Esto es también porque aunque no hay límite superior particular sobre el número de miembros de anillo en términos de reactividad, cuando el número de átomos es superior a 50, resulta difícil sintetizar un compuesto de carbodiimida cíclico de este tipo, y esto puede aumentar considerablemente el costo. Desde tales puntos de vista, el número de átomos en la estructura de anillo está preferentemente en el intervalo comprendido entre 10 y 30, más preferentemente entre 10 y 20, y de manera especialmente preferente entre 10 y 15.

30

resulta preferente que la estructura de anillo sea una estructura representada por la siguiente fórmula (1).

35



40

(1)

45

En la fórmula, Q es un grupo de unión divalente a tetravalente que es un grupo alifático, un grupo alicíclico, un grupo aromático, o una combinación de los mismos, conteniendo cada uno opcionalmente un heteroátomo y un sustituyente. Los heteroátomos en el presente documento incluyen O, N, S y P.

50

De las valencias del grupo de unión, dos valencias se utilizan para formar la estructura de anillo. En el caso en el que Q es un grupo de unión trivalente o tetravalente, se encuentra unido a un polímero u otra estructura de anillo a través de un enlace sencillo, un doble enlace, un átomo o un grupo atómico.

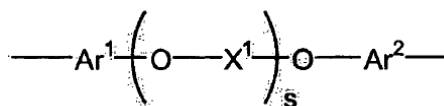
55

El grupo de unión es un grupo alifático divalente a tetravalente que tiene de 1 a 20 átomos de carbono, un grupo alicíclico divalente a tetravalente que tiene de 3 a 20 átomos de carbono, un grupo aromático divalente a tetravalente que tiene de 5 a 15 átomos de carbono, o una combinación de los mismos, conteniendo cada uno opcionalmente un heteroátomo y un sustituyente. Se selecciona un grupo de unión con un número de átomos de carbono necesario para formar la estructura de anillo especificada anteriormente. Como ejemplo de combinación, se menciona la estructura como un grupo alquileo-arileno, en la que un grupo alquileo y un grupo arileno están unidos entre sí.

60

Resulta preferente que el grupo de unión (Q) sea un grupo de unión divalente a tetravalente representado por la siguiente fórmula (1-1), (1-2) o (1-3).

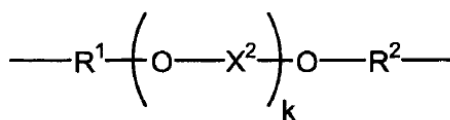
65



(1-1)

5

10



(1-2)

15



20

25

En la fórmula, Ar¹ y Ar² son cada uno independientemente un grupo aromático divalente a tetravalente que tiene de 5 a 15 átomos de carbono y que contiene opcionalmente un heteroátomo y un sustituyente. Los ejemplos de grupos aromáticos incluyen grupos arileno C₅₋₁₅, grupos arentriilo C₅₋₁₅ y grupos arentetriilo C₅₋₁₅, conteniendo cada uno opcionalmente un heteroátomo y teniendo una estructura heterocíclica. Los ejemplos de grupos arileno (divalentes) incluyen un grupo fenileno y un grupo naftalendiilo. Los ejemplos de grupos arentriilo (trivalentes) incluyen un grupo bencentriilo y un grupo naftalentiilo. Los ejemplos de grupos arentetriilo (tetravalentes) incluyen un grupo bencentetriilo y un grupo naftalentetriilo. Estos grupos aromáticos pueden estar sustituidos. Los ejemplos de sustituyentes incluyen un grupo alquilo C₁₋₂₀, un grupo arilo C₆₋₁₅, un átomo de halógeno, un grupo nitro, un grupo amida, un grupo hidroxilo, un grupo éster, un grupo éter y un grupo aldehído.

30

R¹ y R² son cada uno independientemente un grupo alifático divalente a tetravalente que tiene de 1 a 20 átomos de carbono, un grupo alicíclico divalente a tetravalente que tiene de 3 a 20 átomos de carbono, una combinación de los mismos, o una combinación del grupo alifático o alicíclico con un grupo aromático divalente a tetravalente que tiene de 5 a 15 átomos de carbono, conteniendo cada uno opcionalmente un heteroátomo y un sustituyente.

35

40

45

Los ejemplos de grupos alifáticos incluyen grupos alquileo C₁₋₂₀, grupos alcantriilo C₁₋₂₀ y grupos alcantetriilo C₁₋₂₀. Los ejemplos de grupos alquileo incluyen un grupo metileno, un grupo etileno, un grupo propileno, un grupo butileno, un grupo pentileno, un grupo hexileno, un grupo heptileno, un grupo octileno, un grupo nonileno, un grupo decileno, un grupo dodecileno y un grupo hexadecileno. Los ejemplos de grupos alcantriilo incluyen un grupo metantriilo, un grupo etantriilo, un grupo propantriilo, un grupo butantriilo, un grupo pentantriilo, un grupo hexantriilo, un grupo heptantriilo, un grupo octantriilo, un grupo nonantriilo, un grupo decantriilo, un grupo dodecantriilo y un grupo hexadecantriilo. Los ejemplos de grupos alcantetriilo incluyen un grupo metantetriilo, un grupo etantetriilo, un grupo propanantetriilo, un grupo butantetriilo, un grupo pentantetriilo, un grupo hexantetriilo, un grupo heptantetriilo, un grupo octantetriilo, un grupo nonantetriilo, un grupo decantetriilo, un grupo dodecantetriilo y un grupo hexadecantetriilo. Estos grupos alifáticos pueden estar sustituidos. Los ejemplos de sustituyentes incluyen un grupo alquilo C₁₋₂₀, un grupo arilo C₆₋₁₅, un átomo de halógeno, un grupo nitro, un grupo amida, un grupo hidroxilo, un grupo éster, un grupo éter y un grupo aldehído.

50

55

Los ejemplos de grupos alicíclicos incluyen grupos cicloalquileo C₃₋₂₀, grupos cicloalcantriilo C₃₋₂₀ y grupos cicloalcantetriilo C₃₋₂₀. Los ejemplos de grupos cicloalquileo incluyen un grupo ciclopropileno, un grupo ciclobutileno, un grupo ciclopentileno, un grupo ciclohexileno, un grupo cicloheptileno, un grupo ciclooctileno, un grupo ciclononileno, un grupo ciclodecileno, un grupo ciclododecileno y un grupo ciclohexadecileno. Los ejemplos de grupos alcantriilo incluyen un grupo ciclopropantriilo, un grupo ciclobutantriilo, un grupo ciclopentantriilo, un grupo ciclohexantriilo, un grupo cicloheptantriilo, un grupo ciclooctantriilo, un grupo ciclononantriilo, un grupo ciclodecantriilo, un grupo ciclododecantriilo y un grupo ciclohexadecantriilo. Los ejemplos de grupos alcantetriilo incluyen un grupo ciclopropanantetriilo, un grupo ciclobutantetriilo, un grupo ciclopentanantetriilo, un grupo ciclohexantetriilo, un grupo cicloheptantetriilo, un grupo ciclooctantetriilo, un grupo ciclononanantetriilo, un grupo ciclodecantetriilo, un grupo ciclododecantetriilo y un grupo ciclohexadecantetriilo. Estos grupos alicíclicos pueden estar sustituidos. Los ejemplos de sustituyentes incluyen un grupo alquilo C₁₋₂₀, un grupo arilo C₆₋₁₅, un átomo de halógeno, un grupo nitro, un grupo amida, un grupo hidroxilo, un grupo éster, un grupo éter y un grupo aldehído.

60

65

Los ejemplos de grupos aromáticos incluyen grupos arileno C₅₋₁₅, grupos arentriilo C₅₋₁₅ y grupos arentetriilo C₅₋₁₅, conteniendo cada uno opcionalmente un heteroátomo y teniendo una estructura heterocíclica. Los ejemplos de grupos arileno incluyen un grupo fenileno y un grupo naftalendiilo. Los ejemplos de grupos arentriilo (trivalentes) incluyen un grupo bencentriilo y un grupo naftalentiilo. Los ejemplos de grupos arentetriilo (tetravalentes) incluyen un grupo bencentetriilo y un grupo naftalentetriilo. Estos grupos aromáticos pueden estar sustituidos. Los ejemplos de sustituyentes incluyen un grupo alquilo C₁₋₂₀, un grupo arilo C₆₋₁₅, un átomo de halógeno, un grupo nitro, un grupo amida, un grupo hidroxilo, un grupo éster, un grupo éter y un grupo aldehído.

En las fórmulas anteriores (1-1) y (1-2), X^1 y X^2 son cada uno independientemente un grupo alifático divalente a tetravalente que tiene de 1 a 20 átomos de carbono, un grupo alicíclico divalente a tetravalente que tiene de 3 a 20 átomos de carbono, un grupo aromático divalente a tetravalente que tiene de 5 a 15 átomos de carbono, o una combinación de los mismos, conteniendo cada uno opcionalmente un heteroátomo y un sustituyente.

5

Los ejemplos de grupos alifáticos incluyen grupos alquileo C_{1-20} , grupos alcantriilo C_{1-20} y grupos alcantetriilo C_{1-20} . Los ejemplos de grupos alquileo incluyen un grupo metileno, un grupo etileno, un grupo propileno, un grupo butileno, un grupo pentileno, un grupo hexileno, un grupo heptileno, un grupo octileno, un grupo nonileno, un grupo decileno, un grupo dodecileno y un grupo hexadecileno. Los ejemplos de grupos alcantriilo incluyen un grupo metantriilo, un grupo etantriilo, un grupo propantriilo, un grupo butantriilo, un grupo pentantriilo, un grupo hexantriilo, un grupo heptantriilo, un grupo octantriilo, un grupo nonantriilo, un grupo decantriilo, un grupo dodecantriilo y un grupo hexadecantriilo. Los ejemplos de grupos alcantetriilo incluyen un grupo metantetriilo, un grupo etantetriilo, un grupo propanantetriilo, un grupo butantetriilo, un grupo pentantetriilo, un grupo hexantetriilo, un grupo heptantetriilo, un grupo octantetriilo, un grupo nonantetriilo, un grupo decantetriilo, un grupo dodecantetriilo y un grupo hexadecantetriilo. Estos grupos alifáticos pueden estar sustituidos. Los ejemplos de sustituyentes incluyen un grupo alquilo C_{1-20} , un grupo arilo C_{6-15} , un átomo de halógeno, un grupo nitro, un grupo amida, un grupo hidroxilo, un grupo éster, un grupo éter y un grupo aldehído.

10

15

20

25

30

Los ejemplos de grupos alicíclicos incluyen grupos cicloalquileo C_{3-20} , grupos cicloalcantriilo C_{3-20} y grupos cicloalcantetriilo C_{3-20} . Los ejemplos de grupos cicloalquileo incluyen un grupo ciclopropileno, un grupo ciclobutileno, un grupo ciclopentileno, un grupo ciclohexileno, un grupo cicloheptileno, un grupo ciclooctileno, un grupo ciclononileno, un grupo ciclodecileno, un grupo cicloundecileno y un grupo ciclohexadecileno. Los ejemplos de grupos alcantriilo incluyen un grupo ciclopropantriilo, un grupo ciclobutantriilo, un grupo ciclohexantriilo, un grupo cicloheptantriilo, un grupo ciclooctantriilo, un grupo ciclononantriilo, un grupo ciclodecantriilo, un grupo ciclododecantriilo y un grupo ciclohexadecantriilo. Los ejemplos de grupos alcantetriilo incluyen un grupo ciclopropanantetriilo, un grupo ciclobutanantetriilo, un grupo ciclohexanantetriilo, un grupo cicloheptanantetriilo, un grupo ciclooctanantetriilo, un grupo ciclononantetriilo, un grupo ciclodecanantetriilo, un grupo ciclododecanantetriilo y un grupo ciclohexadecanantetriilo. Estos grupos alicíclicos pueden estar sustituidos. Los ejemplos de sustituyentes incluyen un grupo alquilo C_{1-20} , un grupo arilo C_{6-15} , un átomo de halógeno, un grupo nitro, un grupo amida, un grupo hidroxilo, un grupo éster, un grupo éter y un grupo aldehído.

35

40

45

Los ejemplos de grupos aromáticos incluyen grupos arileno C_{5-15} , grupos arentriilo C_{5-15} y grupos arentetriilo C_{5-15} , conteniendo cada uno opcionalmente un heteroátomo y teniendo una estructura heterocíclica. Los ejemplos de grupos arileno incluyen un grupo fenileno y un grupo naftalendiilo. Los ejemplos de grupos arentriilo (trivalentes) incluyen un grupo bencentriilo y un grupo naftalentiilo. Los ejemplos de grupos arentetriilo (tetravalentes) incluyen un grupo bencentetriilo y un grupo naftalentiilo. Estos grupos aromáticos pueden estar sustituidos. Los ejemplos de sustituyentes incluyen un grupo alquilo C_{1-20} , un grupo arilo C_{6-15} , un átomo de halógeno, un grupo nitro, un grupo amida, un grupo hidroxilo, un grupo éster, un grupo éter y un grupo aldehído.

En las fórmulas anteriores (1-1) y (1-2), s y k son un número entero de 0 a 10, preferentemente un número entero de 0 a 3, y más preferentemente un número entero de 0 a 1. Esto se debe a que cuando s y k son superiores a 10, es difícil sintetizar un compuesto de carbodiimida cíclico de este tipo, y esto puede aumentar considerablemente el costo. Desde un punto de vista de este tipo, el número entero se encuentra preferentemente comprendido entre 0 y 3. Incidentalmente, cuando s o k es 2 o más, X^1 o X^2 como unidad de repetición puede ser diferente del otro X^1 o X^2 .

50

En la fórmula anterior (1-3), X^3 es un grupo alifático divalente a tetravalente que tiene de 1 a 20 átomos de carbono, un grupo alicíclico divalente a tetravalente que tiene de 3 a 20 átomos de carbono, un grupo aromático divalente a tetravalente que tiene de 5 a 15 átomos de carbono, o una combinación de los mismos, conteniendo cada uno opcionalmente un heteroátomo y un sustituyente.

55

60

Los ejemplos de grupos alifáticos incluyen grupos alquileo C_{1-20} , grupos alcantriilo C_{1-20} y grupos alcantetriilo C_{1-20} . Los ejemplos de grupos alquileo incluyen un grupo metileno, un grupo etileno, un grupo propileno, un grupo butileno, un grupo pentileno, un grupo hexileno, un grupo heptileno, un grupo octileno, un grupo nonileno, un grupo decileno, un grupo dodecileno y un grupo hexadecileno. Los ejemplos de grupos alcantriilo incluyen un grupo metantriilo, un grupo etantriilo, un grupo propantriilo, un grupo butantriilo, un grupo pentantriilo, un grupo hexantriilo, un grupo heptantriilo, un grupo octantriilo, un grupo nonantriilo, un grupo decantriilo, un grupo dodecantriilo y un grupo hexadecantriilo. Los ejemplos de grupos alcantetriilo incluyen un grupo metantetriilo, un grupo etantetriilo, un grupo propanantetriilo, un grupo butantetriilo, un grupo pentantetriilo, un grupo hexantetriilo, un grupo heptantetriilo, un grupo octantetriilo, un grupo nonantetriilo, un grupo decantetriilo, un grupo dodecantetriilo y un grupo hexadecantetriilo. Estos grupos alifáticos pueden estar sustituidos. Los ejemplos de sustituyentes incluyen un grupo alquilo C_{1-20} , un grupo arilo C_{6-15} , un átomo de halógeno, un grupo nitro, un grupo amida, un grupo hidroxilo, un grupo éster, un grupo éter y un grupo aldehído.

65

Los ejemplos de grupos alicíclicos incluyen grupos cicloalquileo C_{3-20} , grupos cicloalcantriilo C_{3-20} y grupos cicloalcantetriilo C_{3-20} . Los ejemplos de grupos cicloalquileo incluyen un grupo ciclopropileno, un grupo

5 ciclobutileno, un grupo ciclopentileno, un grupo ciclohexileno, un grupo cicloheptileno, un grupo ciclooctileno, un grupo ciclononileno, un grupo ciclodecileno, un grupo ciclododecileno y un grupo ciclohexadecileno. Los ejemplos de grupos alcantriilo incluyen un grupo ciclopropantriilo, un grupo ciclobutantriilo, un grupo ciclopentantriilo, un grupo ciclohexantriilo, un grupo cicloheptantriilo, un grupo ciclooctantriilo, un grupo ciclononantriilo, un grupo ciclodecantriilo, un grupo ciclododecantriilo y un grupo ciclohexadecantriilo. Los ejemplos de grupos alcantetriilo incluyen un grupo ciclopropancantetriilo, un grupo ciclobutanantetriilo, un grupo ciclopentanantetriilo, un grupo ciclohexantantetriilo, un grupo cicloheptantantetriilo, un grupo ciclooctantantetriilo, un grupo ciclononantantetriilo, un grupo ciclodecantantetriilo, un grupo ciclododecantantetriilo y un grupo ciclohexadecantantetriilo. Estos grupos alicíclicos pueden estar sustituidos. Los ejemplos de sustituyentes incluyen un grupo alquilo C₁₋₂₀, un grupo arileno C₆₋₁₅, un átomo de halógeno, un grupo nitro, un grupo amida, un grupo hidroxilo, un grupo éster, un grupo éter y un grupo aldehído.

15 Los ejemplos de grupos aromáticos incluyen grupos arileno C₅₋₁₅, grupos arentriilo C₅₋₁₅ y grupos arenantetriilo C₅₋₁₅, conteniendo cada uno opcionalmente un heteroátomo y teniendo una estructura heterocíclica. Los ejemplos de grupos arileno incluyen un grupo fenileno y un grupo naftalendiilo. Los ejemplos de grupos arentriilo (trivalentes) incluyen un grupo bencentriilo y un grupo naftalentriilo. Los ejemplos de grupos arenantetriilo (tetravalentes) incluyen un grupo bencentantetriilo y un grupo naftalentantetriilo. Estos grupos aromáticos pueden estar sustituidos. Los ejemplos de sustituyentes incluyen un grupo alquilo C₁₋₂₀, un grupo arilo C₆₋₁₅, un átomo de halógeno, un grupo nitro, un grupo amida, un grupo hidroxilo, un grupo éster, un grupo éter y un grupo aldehído.

20 Ar¹, Ar², R¹, R², X¹, X² y X³ contienen opcionalmente un heteroátomo. Cuando Q es un grupo de unión divalente, Ar¹, Ar², R¹, R², X¹, X² y X³ son todos grupos divalentes. Cuando Q es un grupo de unión trivalente, uno de Ar¹, Ar², R¹, R², X¹, X² y X³ es un grupo trivalente. Cuando Q es un grupo de unión tetravalente, uno de Ar¹, Ar², R¹, R², X¹, X² y X³ es un grupo tetravalente o dos de Ar¹, Ar², R¹, R², X¹, X² y X³ son grupos trivalentes.

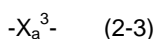
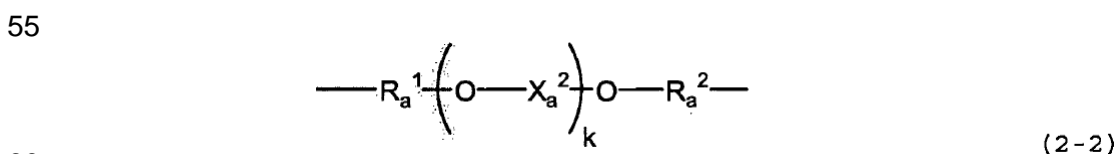
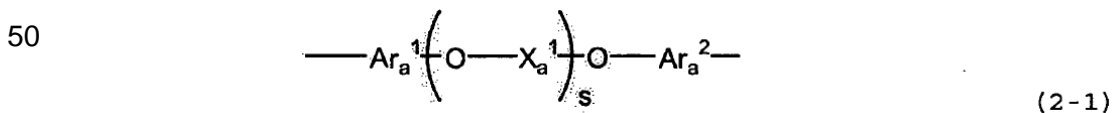
25 Como compuestos de carbodiimida cíclicos para utilizar en la invención, se mencionan los compuestos representados por las siguientes (a) a (c).

<Compuesto de carbodiimida cíclico (a)>

30 Como compuesto de carbodiimida cíclico para utilizar en la invención, puede mencionarse un compuesto representado por la siguiente fórmula (2) (en lo sucesivo denominado a veces "compuesto de carbodiimida cíclico (a)").



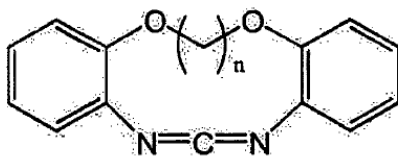
45 En la fórmula, Q_a es un grupo de unión divalente que es un grupo alifático, un grupo alicíclico, un grupo aromático, o una combinación de los mismos y, opcionalmente, contiene un heteroátomo. El grupo alifático, el grupo alicíclico y el grupo aromático son como se han definido con respecto a la fórmula (1). Sin embargo, en el compuesto de fórmula (2), el grupo alifático, el grupo alicíclico y el grupo aromático son todos divalentes. Resulta preferente que Q_a sea un grupo de unión divalente representado por la siguiente fórmula (2-1), (2-2) o (2-3).



65 En las fórmulas, Ar_a¹, Ar_a², R_a¹, R_a², X_a¹, X_a², X_a³, s, y k son como se ha definido para Ar¹, Ar², R¹, R², X¹, X², X³, s, y k en las fórmulas (1-1) a (1-3), respectivamente. Sin embargo, todos ellos son divalentes.

Los ejemplos de tales compuestos de carbodiimida cíclicos (a) incluyen los siguientes compuestos.

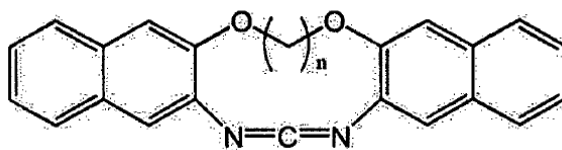
5



10

(n = un número entero de 1 a 6)

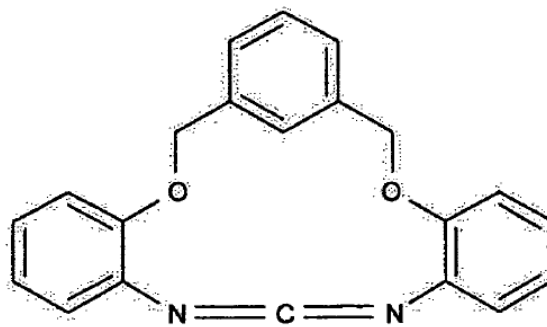
15



20

(n = un número entero de 1 a 6)

25

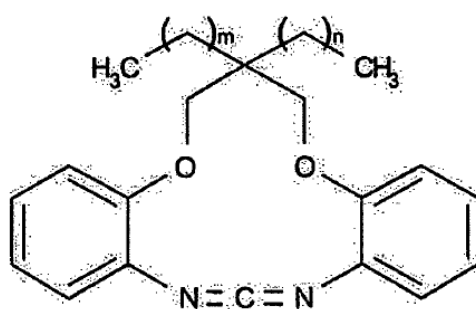


30

35

(m = un número entero de 0 a 3, n = un número entero de 0 a 3)

40



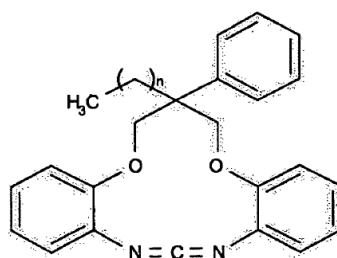
45

50

(m = un número entero de 0 a 5, n = un número entero de 0 a 5)

55

60



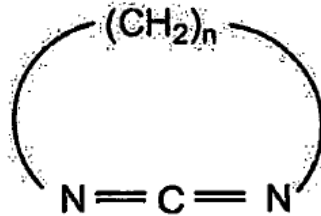
65

5

(n = un número entero de 0 a 5)

10

15

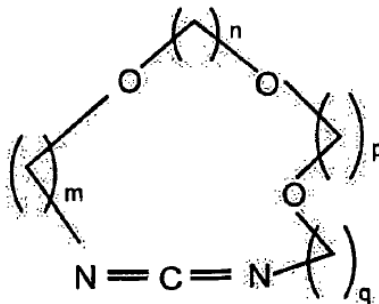


20

(n = un número entero de 5 a 20)

25

30

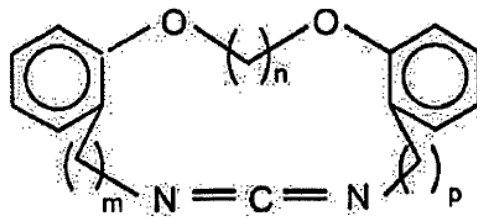


35

(m, n, p, q = un número entero de 1 a 6)

40

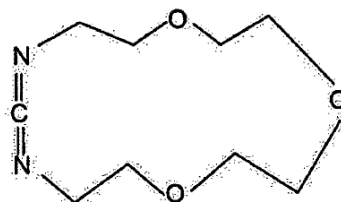
45



50

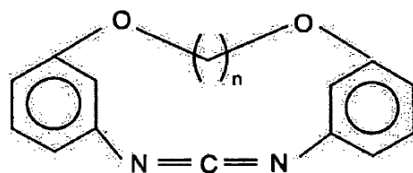
(m, n, p, q = un número entero de 1 a 6)

55



60

65



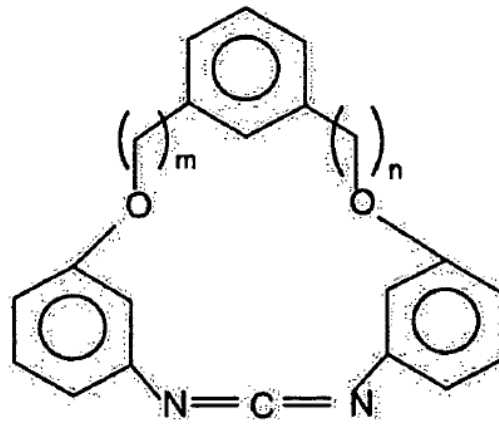
(n = un número entero de 1 a 6)

5

10

15

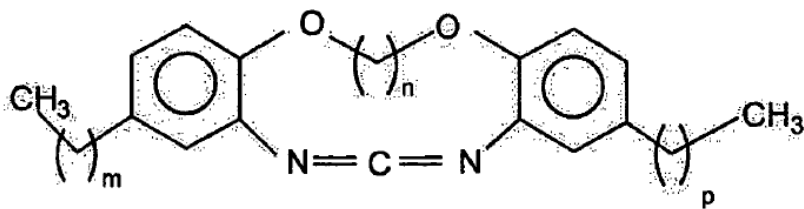
20



(m, n = un número entero de 0 a 3)

25

30

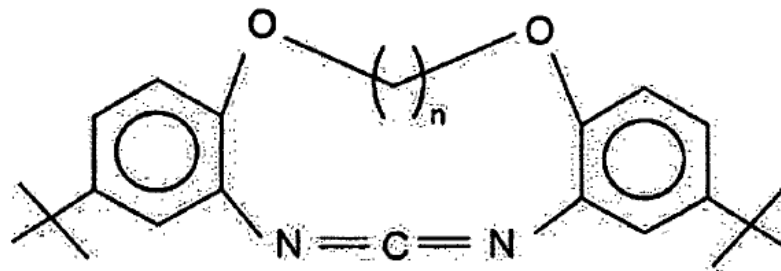


(m, p = un número entero de 1 a 5, n = un número entero de 1 a 6)

35

40

45

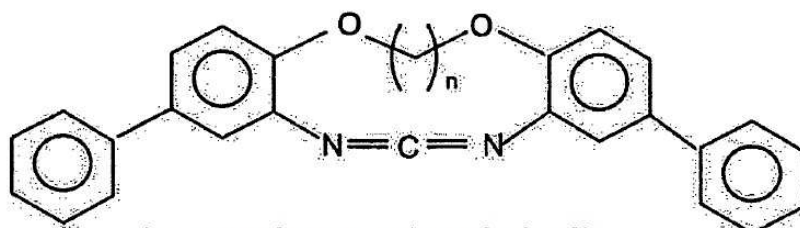


(n = un número entero de 1 a 6)

50

55

60

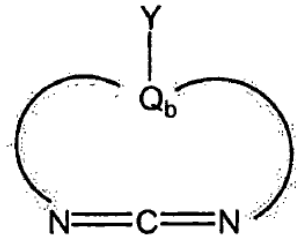


(n = un número entero de 1 a 6)

65

<Compuesto de carbodiimida cíclico (b)>

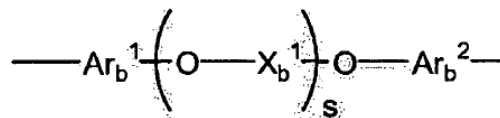
Además, como compuesto de carbodiimida cíclico para utilizar en la invención, puede mencionarse un compuesto representado por la siguiente fórmula (3) (en lo sucesivo denominado a veces "compuesto de carbodiimida cíclico (b)").



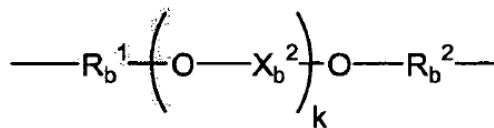
(3)

En la fórmula, Q_b es un grupo de unión trivalente que es un grupo alifático, un grupo alicíclico, un grupo aromático, o una combinación de los mismos y, opcionalmente, contiene un heteroátomo. Y es un transportador que da soporte a la estructura de anillo. El grupo alifático, el grupo alicíclico y el grupo aromático son como se han definido con respecto a la fórmula (1). Sin embargo, en el compuesto de fórmula (3), uno de los grupos que forman Q_b es trivalente.

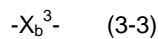
Resulta preferente que Q_b sea un grupo de unión trivalente representado por la siguiente fórmula (3-1), (3-2) o (3-3).



(3-1)

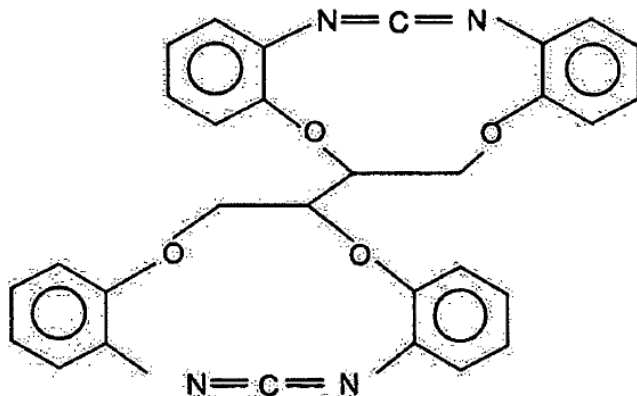


(3-2)



En las fórmulas, Ar_b^1 , Ar_b^2 , R_b^1 , R_b^2 , X_b^1 , X_b^2 , X_b^3 , s, y k son como se ha definido para Ar^1 , Ar^2 , R^1 , R^2 , X^1 , X^2 , X^3 , s, y k de las fórmulas (1-1) a (1-3), respectivamente. Sin embargo, uno de ellos es un grupo trivalente. Resulta preferente que Y sea un enlace sencillo, un doble enlace, un átomo, un grupo atómico o un polímero. Y es un sitio de unión, y una pluralidad de estructuras de anillo están unidas entre sí a través de Y, formando la estructura representada por la fórmula (3).

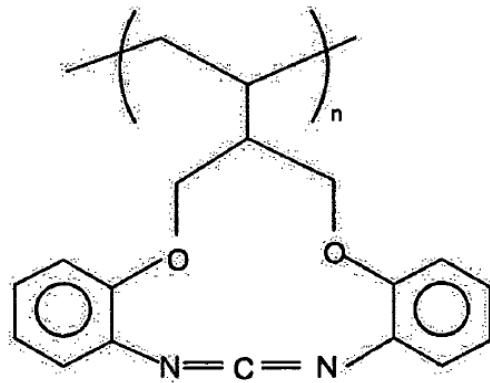
Los ejemplos de tales compuestos de carbodiimida cíclicos (b) incluyen los siguientes compuestos.



5

10

15

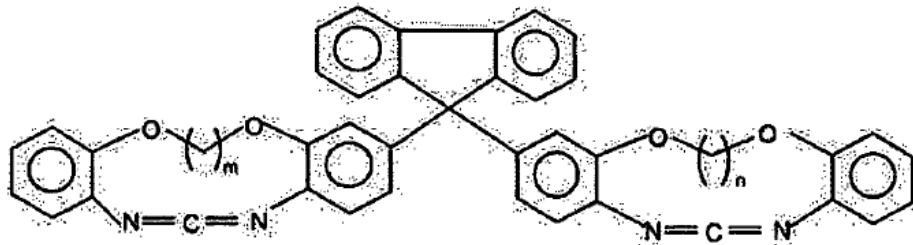


20

(n es una unidad de repetición)

25

30

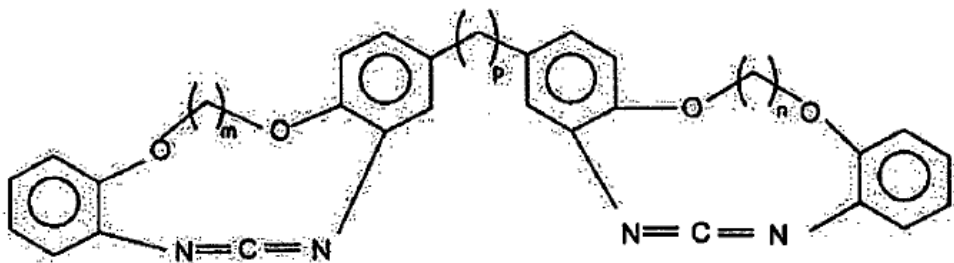


35

(m, n = un número entero de 1 a 6)

40

45



50

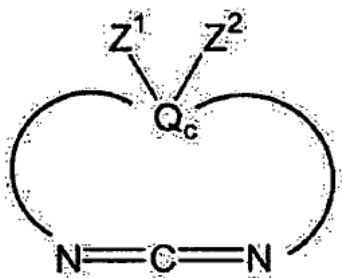
<Compuesto de carbodiimida cíclico (c)>

55

Como compuesto de carbodiimida cíclico para utilizar en la invención, puede mencionarse un compuesto representado por la siguiente fórmula (4) (en lo sucesivo denominado a veces "compuesto de carbodiimida cíclico (c)").

60

65

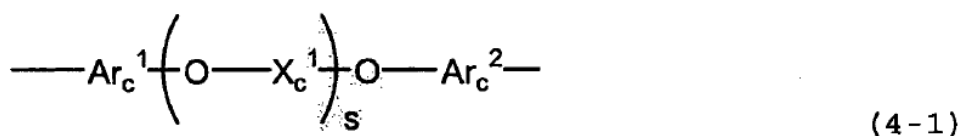


(4)

En la fórmula, Q_c es un grupo de unión tetravalente que es un grupo alifático, un grupo alicíclico, un grupo aromático, o una combinación de los mismos y, opcionalmente, contiene un heteroátomo. Z^1 y Z^2 son transportadores que dan soporte a la estructura de anillo. Z^1 y Z^2 pueden estar unidos entre sí para formar una estructura de anillo.

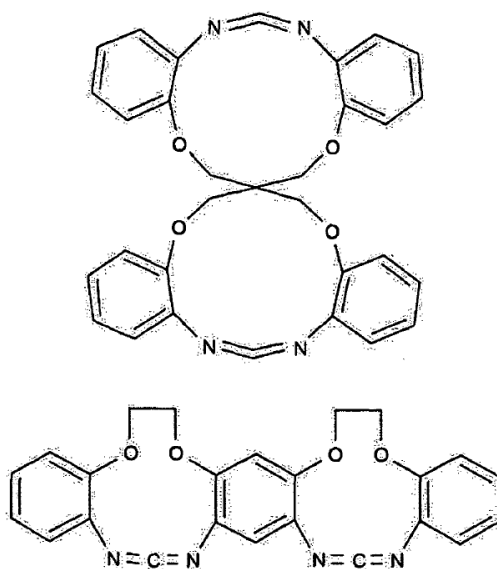
El grupo alifático, el grupo alicíclico y el grupo aromático son como se han definido con respecto a la fórmula (1). Sin embargo, en el compuesto de fórmula (4), Q_c es tetravalente. Por lo tanto, uno de estos grupos es un grupo tetravalente o dos de ellos son grupos trivalentes.

Resulta preferente que Q_c sea un grupo de unión tetravalente representado por la siguiente fórmula (4-1), (4-2) o (4-3).



En las fórmulas, Ar_c^1 , Ar_c^2 , R_c^1 , R_c^2 , X_c^1 , X_c^2 , X_c^3 , s , y k son como se ha definido para Ar^1 , Ar^2 , R^1 , R^2 , X^1 , X^2 , X^3 , s , y k en las fórmulas (1-1) a (1-3), respectivamente. Sin embargo, con respecto a Ar_c^1 , Ar_c^2 , R_c^1 , R_c^2 , X_c^1 , X_c^2 y X_c^3 , uno de ellos es un grupo tetravalente o dos de ellos son grupos trivalentes. Resulta preferente que Z^1 y Z^2 sean cada uno independientemente un enlace sencillo, un doble enlace, un átomo, un grupo atómico o un polímero. Z^1 y Z^2 son sitios de unión. Una pluralidad de estructuras de anillo están unidas entre sí a través de Z^1 y Z^2 , formando la estructura representada por la fórmula (4).

Los ejemplos de tales compuestos de carbodiimida cíclicos (c) incluyen los siguientes compuestos.



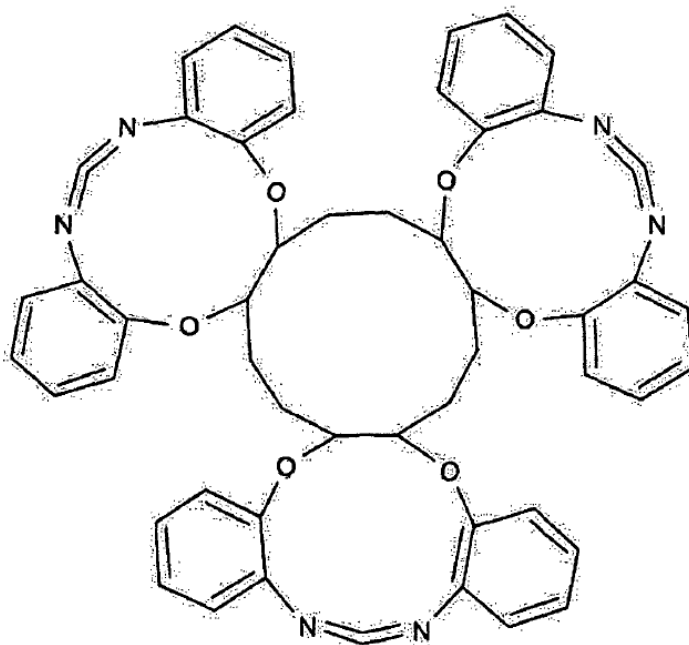
5

10

15

20

25



30 <Compuesto polimérico>

35

En la invención, un compuesto polimérico al que se aplica el compuesto de carbodiimida cíclico tiene un grupo ácido. Como grupo ácido, se menciona al menos un grupo seleccionado del grupo que consiste en un grupo carboxilo, un grupo ácido sulfónico, un grupo ácido sulfínico, un grupo ácido fosfónico y un grupo ácido fosfínico.

40

Como compuesto polimérico, se menciona al menos un miembro seleccionado del grupo que consiste en poliésteres, poliamidas, poliamidamida y amidas de poliéster.

Los ejemplos de poliésteres incluyen polímeros y copolímeros obtenidos por policondensación de al menos un miembro seleccionado de entre ácidos dicarboxílicos o derivados formadores de ésteres de los mismos con dioles o derivados formadores de ésteres de los mismos, ácidos hidroxicarboxílicos o derivados formadores de ésteres de los mismos, y lactonas. Resulta preferente una resina termoplástica de poliéster, por ejemplo.

45

Para la moldeabilidad, etc., una resina termoplástica de poliéster de este tipo puede tener una estructura reticulada formada mediante tratamiento con una fuente generadora de radicales, tal como radiación de energía activa, un agente oxidante, o similares.

50

Los ejemplos de los ácidos dicarboxílicos y derivados formadores de ésteres de los mismos mencionados anteriormente incluyen ácidos dicarboxílicos aromáticos tales como ácido tereftálico, ácido isoftálico, ácido ftálico, ácido 2,6-naftalenodicarboxílico, ácido 1,5-naftalenodicarboxílico, bis(p-carboxifenil)metano, ácido antracenicarboxílico, ácido 4,4'-difenil éter dicarboxílico, ácido 5-tetrabutilfosfonio isoftálico y ácido 5-sodio sulfoisoftálico; ácidos dicarboxílicos alifáticos tales como ácido oxálico, ácido succínico, ácido adípico, ácido sebáico, ácido azelaico, ácido dodecanodioico, ácido malónico, ácido glutárico y ácido dímero; unidades de ácido dicarboxílico alicíclicos tales como 1,3-ciclohexanodicarboxílico y ácido 1,4-ciclohexanodicarboxílico; y derivados formadores de ésteres de los mismos.

55

60

Los ejemplos de los dioles y derivados formadores de ésteres de los mismos mencionados anteriormente incluyen glicoles alifáticos C_{2-20} , es decir, etilenglicol, propilenglicol, 1,3-butanodiol, 1,4-butanodiol, neopentilglicol, 1,5-pentanodiol, 1,6-hexanodiol, decametilenglicol, ciclohexanodimetanol, ciclohexanodiol, diol dímero, etc.; glicoles de cadena larga con un peso molecular de 200 a 100.000, es decir, polietilenglicol, poli-1,3-propilenglicol, poli-1,2-propilenglicol, politetrametilenglicol, etc.; compuestos aromáticos dioxi, es decir, 4,4'-dihidroxibifenilo, hidroquinona, hidroquinona terc-butilo, bisfenol A, bisfenol S, bisfenol F, etc.; y derivados formadores de ésteres de los mismos.

65

Los ejemplos de los ácidos hidroxicarboxílicos mencionados anteriormente incluyen ácido glicólico, ácido láctico, ácido hidroxipropiónico, ácido hidroxibutírico, ácido hidroxivalérico, ácido hidroxicaproico, ácido hidroxibenzoico, ácido p-hidroxibenzoico y ácido 6-hidroxi-2-naftoico, así como derivados formadores de ésteres de

los mismos. Los ejemplos de las lactonas mencionados anteriormente incluyen caprolactona, valerolactona, propiolactona, undecalactona y 1,5-oxepan-2-ona.

5 Los ejemplos específicos de polímeros y copolímeros de los mismos son los siguientes. Los ejemplos de poliésteres aromáticos obtenidos por policondensación de, como componentes principales, un ácido dicarboxílico aromático o un derivado formador de ésteres del mismo y un diol alifático o un derivado formador de ésteres del mismo incluyen polímeros obtenidos por policondensación de, como componentes principales, un ácido carboxílico aromático o un derivado formador de ésteres del mismo, preferentemente ácido tereftálico, ácido naftaleno 2,6-dicarboxílico, o un derivado formador de ésteres del mismo, y un diol alifático seleccionado de entre etilenglicol, propilenglicol, 1,3-butanodiol y butanodiol o un derivado formador de ésteres del mismo.

15 Los ejemplos específicos preferentes de los mismos incluyen tereftalato de polietileno, naftalato de polietileno, tereftalato de politrimetileno, naftalato de polipropileno, tereftalato de polibutileno, naftalato de polibutileno, polietileno(tereftalato/isoftalato), politrimetileno(tereftalato/isoftalato), polibutileno(tereftalato/isoftalato), tereftalato de polietileno-poli(etilenglicol), polibutileno naftalato-poli(etilenglicol), tereftalato de polietileno-poli(óxido de tetrametileno) glicol, tereftalato de politrimetileno-poli(óxido de tetrametileno) glicol, tereftalato de polibutileno-poli(óxido de tetrametileno) glicol, naftalato de polibutileno-poli(óxido de tetrametileno) glicol, polietileno(tereftalato/isoftalato)-poli(óxido de tetrametileno) glicol, politrimetileno(tereftalato/isoftalato)-poli(óxido de tetrametileno) glicol, polibutileno(tereftalato/isoftalato)-poli(óxido de tetrametileno) glicol, polibutileno(tereftalato/succinato), polietileno(tereftalato/succinato), polibutileno(tereftalato/adipato) y polietileno(tereftalato/adipato).

25 Los ejemplos de resinas de poliéster alifáticos incluyen polímeros que contienen como componente principal un ácido hidroxicarboxílico alifático, polímeros obtenidos por policondensación de un ácido policarboxílico alifático o un derivado formador de ésteres del mismo y un polialcohol alifático como componentes principales, y copolímeros de los mismos.

30 Los ejemplos de polímeros que contienen como componente principal un ácido hidroxicarboxílico alifático incluyen policondensados de ácido glicólico, ácido láctico, ácido hidroxipropiónico, ácido hidroxibutírico, ácido hidroxivalérico, ácido hidroxicaproico, y similares, así como copolímeros de los mismos. En particular, se mencionan ácido poliglicólico, ácido poliláctico, poli(ácido 3-hidroxibutírico), poli(ácido 4-hidroxibutírico), poli(ácido 3-hidroxihexanoico), policaprolactona, copolímeros de los mismos, y similares, y resultan particularmente adecuados poli(ácido L-láctico), poli(ácido D-láctico), estereocomplejo de ácido poliláctico que forma un cristal de estereocomplejo, y ácido poliláctico racémico.

35 Como ácido poliláctico, puede utilizarse uno cuya unidad de repetición principal sea el ácido L-láctico y/o ácido D-láctico, y resulta especialmente preferente utilizar ácido poliláctico con un punto de fusión de 150°C o más ("principal" en el presente documento se refiere a que el componente ocupa al menos el 50% del total). En el caso en el que el punto de fusión sea inferior a 150°C, cuando las fibras se producen a partir de los mismos, las propiedades de estiramiento son malas debido a la fusión de las fibras individuales, o se produce un defecto de fusión en el momento de la tintura, termofijación o calentamiento por fricción, por ejemplo, lo que da como resultado un producto de calidad extremadamente baja. Por lo tanto, no resulta deseable para la aplicación a prendas de vestir.

45 El ácido poliláctico tiene preferentemente un punto de fusión de 170°C o más, y aún más preferentemente de 200°C o más. Punto de fusión en el presente documento se refiere a la temperatura máxima del pico de fusión obtenido mediante medición DSC. En particular, a fin de conferir resistencia al calor, resulta preferente que el ácido poliláctico forme un cristal de estereocomplejo. Estereocomplejo de ácido poliláctico en el presente documento es un cristal eutéctico formado por un segmento de poli(ácido L-láctico) y un segmento de poli(ácido D-láctico).

50 Los cristales de estereocomplejo tienen normalmente un punto de fusión más elevado que los cristales formados por poli(ácido L-láctico) o poli(ácido D-láctico) en solitario, y, por lo tanto, se espera que la presencia de incluso una pequeña cantidad tenga un efecto de mejora de la resistencia al calor. Un efecto de este tipo es particularmente importante cuando la cantidad de cristales de estereocomplejo es grande con respecto a la cantidad total de cristales. La cristalinidad del estereocomplejo (S) según la siguiente ecuación es preferentemente del 95% o más, y aún más preferentemente del 100%:

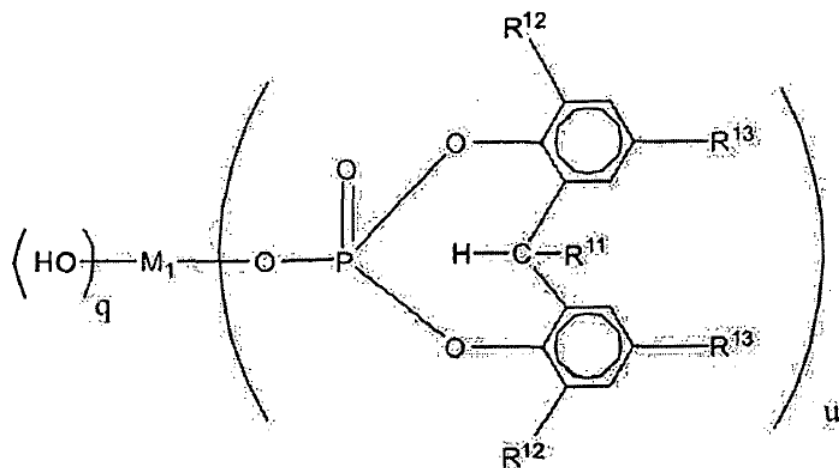
$$60 \quad S = \left[\frac{\Delta Hm_s}{(\Delta Hm_h + \Delta Hm_s)} \right] \times 100$$

en la que ΔHm_s es la entalpía de fusión del cristal en fase de estereocomplejo, y ΔHm_h es la entalpía de fusión del cristal de ácido poliláctico en fase homo.

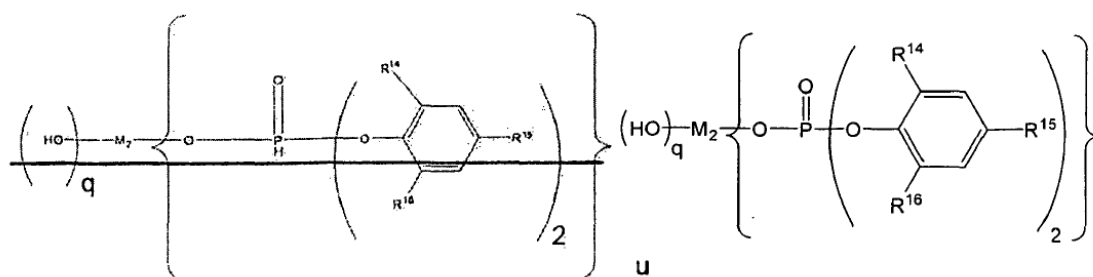
65

Como técnica para promover bien y de forma estable la formación de cristales de estereocomplejo de ácido poliláctico, resulta preferente incorporar aditivos específicos.

Es decir, se menciona como ejemplo una técnica en la que se añade una sal metálica de éster del ácido fosfórico representada por las siguientes fórmulas como promotor de la cristalización del estereocomplejo.



En la fórmula, R¹¹ representa un átomo de hidrógeno o un grupo alquilo C₁₋₄, R¹² y R¹³ representan cada uno independientemente un átomo de hidrógeno o un grupo alquilo C₁₋₁₂, M₁ representa un átomo de metal alcalino, un átomo de metal alcalinotérreo, un átomo de zinc o un átomo de aluminio, u representa 1 ó 2, y q representa 0 cuando M₁ es un átomo de metal alcalino, un átomo de metal alcalinotérreo o un átomo de zinc, y representa 1 ó 2 cuando M₁ es un átomo de aluminio.



En la fórmula, R¹⁴, R¹⁵ y R¹⁶ representan cada uno independientemente un átomo de hidrógeno o un grupo alquilo C₁₋₁₂, M₂ representa un átomo de metal alcalino, un átomo de metal alcalinotérreo, un átomo de zinc o un átomo de aluminio, u representa 1 ó 2, y q representa 0 cuando M₂ es un átomo de metal alcalino, un átomo de metal alcalinotérreo o un átomo de zinc, y representa 1 ó 2 cuando M₂ es un átomo de aluminio.

Como M₁ y M₂ de las sales metálicas del éster del ácido fosfórico representadas por las dos fórmulas anteriores, resultan preferentes Na, K, Al, Mg, Ca y Li, especialmente K, Na, Al y Li. En particular, Li y Al son los más adecuados. Como ejemplos de tales sales metálicas del éster del ácido fosfórico, se mencionan como agentes preferentes las disponibles en ADEKA con los nombres comerciales "ADK STAB" NA-11 y "ADK STAB" NA-71.

Resulta preferente que la sal metálica de éster del ácido fosfórico se utilice en una cantidad del 0,001% al 2% en peso, preferentemente del 0,005% al 1% en peso, más preferentemente del 0,01% al 0,5% en peso, y aún más preferentemente del 0,02% al 0,3% en peso, con respecto al ácido poliláctico. En caso de que la cantidad sea demasiado pequeña, la eficacia en la mejora de la cristalinidad del estereocomplejo (S) es baja, mientras que cuando la cantidad es demasiado grande, disminuye el punto de fusión del cristal de estereocomplejo, y esto resulta por tanto indeseable.

Además, si se desea, pueden utilizarse conjuntamente agentes de nucleación de cristal conocidos con el fin de potenciar la función de la sal metálica de éster del ácido fosfórico. En particular, se seleccionan preferentemente silicato de calcio, talco, caolinita y montmorillonita.

Se utiliza un agente de nucleación de cristal de este tipo en una cantidad en el intervalo comprendido entre un 0,05% en peso y un 5% en peso, más preferentemente un 0,06% en peso y un 2% en peso, y todavía más preferentemente entre un 0,06% en peso y un 1% en peso, con respecto al ácido poliláctico.

5 El ácido poliláctico puede obtenerse mediante cualquier método. Los ejemplos de métodos para producir ácido poliláctico incluyen un método de lactida de dos etapas en el que se produce una vez lactida, un dímero cíclico, a partir de ácido L-láctico y/o ácido D-láctico como materia prima, seguido de polimerización por apertura de anillo, y un método de polimerización directa de una sola etapa en el que se seca y condensa directamente en un disolvente ácido L-láctico y/o ácido D-láctico como materia prima; el ácido poliláctico puede obtenerse
10 convenientemente mediante un método de polimerización comúnmente conocido de este tipo.

En la producción, a veces se incorporan al ácido poliláctico grupos de ácido carboxílico. Con respecto a la cantidad contenida de tales grupos de ácido carboxílico, cuanto menos, mejor. Por esta razón, por ejemplo, resulta preferente utilizar un producto obtenido mediante polimerización por apertura de anillo de lactida utilizando un iniciador que no sea agua, o utilizar un polímero que haya sido sometido a tratamiento químico después de la polimerización y por lo tanto tenga una cantidad reducida de grupos de ácido carboxílico.
15

El peso molecular medio ponderado del ácido poliláctico es normalmente de al menos 50.000, preferentemente al menos 100.000, y preferentemente de 100.000 a 300.000. Un peso molecular medio inferior a 50.000 reduce las propiedades de resistencia de la fibra y por lo tanto no resulta deseable. En caso de que sea superior a 300.000, esto puede dar como resultado una viscosidad en estado fundido tan elevada que resulte difícil la hilatura por fusión.
20

El ácido poliláctico en la invención puede ser un ácido poliláctico copolimerizado obtenido por copolimerización de otros componentes formadores de ésteres, además de ácido L-láctico y ácido D-láctico. Los ejemplos de componentes copolimerizables incluyen ácidos hidroxicarboxílicos tales como ácido glicólico, ácido 3-hidroxi-butírico, ácido 4-hidroxi-butírico, ácido 4-hidroxi-valérico y ácido 6-hidroxi-caproico; compuestos con una pluralidad de grupos hidroxilo en la molécula, tales como etilenglicol, propilenglicol, butanodiol, neopentilglicol, polietilenglicol, glicerina y pentaeritritol, así como derivados de los mismos; y compuestos con una pluralidad de grupos de ácido carboxílico en la molécula, tales como ácido adípico, ácido sebácico y ácido fumárico, así como derivados de los mismos. Sin embargo, con el fin de mantener el elevado punto de fusión y no perder resistencia de la fibra, en este caso, resulta preferente que las unidades de ácido láctico constituyan el 70% en moles o más de una fibra.
25
30

Una fibra hecha del ácido poliláctico así obtenido tiene preferentemente una resistencia a la tracción de la fibra de 2 cN/dtex a 8 cN/dtex, una retracción en agua hirviendo del 0% al 15%, y una concentración de grupos carboxilo terminales de 0 eq/ton a 20 eq/ton.
35

En caso de que la resistencia sea inferior a 2 cN/dtex, esto provoca la rotura de filamento o la parada de la máquina durante la tejeduría o conduce a una disminución de la resistencia al desgarrar o resistencia a la rotura de un textil tejido o tejido de punto, generando una disminución de la resistencia del producto; por lo tanto, no resulta deseable.
40

La resistencia de la fibra es más preferentemente de 4 cN/dtex o más, y aún más preferentemente de 5 cN/dtex o más. Puede obtenerse una fibra con una resistencia superior a 8 cN/dtex aumentando la relación de estiramiento. Sin embargo, una fibra de este tipo tiene una elongación significativamente reducida y, por lo tanto, puede ser difícil de producir.
45

La retracción en agua hirviendo es preferentemente del 0% al 15%. Cuando es superior al 15%, esto da como resultado una retracción significativa en un tratamiento con agua caliente tal como el lavado industrial o la tintura, por lo que el rameado de la tela resulta difícil, y además el texturizado tiende a ser difícil; por lo tanto, no resulta deseable. Para utilizar como tela corriente, la retracción en agua hirviendo es preferentemente del 2% al 10%, y aún más preferentemente del 3% al 8%.
50

Además, resulta preferente que la concentración de grupos terminales carboxilo de la fibra de ácido poliláctico sea de 0 eq/ton a 20 eq/ton. En caso en el que la concentración de grupos terminales carboxilo es superior a 20 eq/ton, se produce una hidrólisis significativa en el momento de la tintura, y, dependiendo de las condiciones de tintura, esto puede provocar una disminución notable en la resistencia al desgarrar de la tela. En particular, la hidrólisis es significativa en el caso en el que se aumenta la temperatura de tintura con el fin de teñir la tela de un color intenso. Por lo tanto, en términos de conservación de la resistencia de una tela, la concentración de grupos terminales carboxilo es preferentemente de 10 eq/ton o menos, y lo más preferentemente de 6 eq/ton o menos. Cuanto menor sea la concentración de grupos terminales carboxilo, mejor.
55
60

Un ejemplo de un polímero que contiene un ácido policarboxílico alifático y un polialcohol alifático como componentes principales es un condensado cuyos componentes principales son un ácido dicarboxílico alifático, tal como ácido oxálico, ácido succínico, ácido adípico, ácido sebácico, ácido azelaico, ácido dodecanodioico, ácido
65

malónico, ácido glutárico o ácido dímero, o una unidad de ácido dicarboxílico alicíclico, tal como ácido 1,3-ciclohexanodicarboxílico o ácido 1,4-ciclohexanodicarboxílico, tal como un ácido policarboxílico o un derivado éster del mismo y, como componente diol, un glicol alifático C_{2-20} , es decir, etilenglicol, propilenglicol, 1,4-butanodiol, neopentilglicol, 1,5-pentanodiol, 1,6-hexanodiol, decametilenglicol, ciclohexanodimetanol, ciclohexanodiol, dimerdol, etc., o un glicol de cadena larga con un peso molecular de 200 a 100.000, es decir, polietilenglicol, poli-1,3-propilenglicol, poli-1,2-propilenglicol o politetrametilenglicol. Los ejemplos específicos de los mismos incluyen adipato de polietileno, succinato de polietileno, adipato de polibutileno y succinato de polibutileno, así como copolímeros de los mismos.

Además, los ejemplos de poliésteres completamente aromáticos incluyen polímeros obtenidos por policondensación de, como componentes principales, un ácido carboxílico aromático o un derivado formador de ésteres del mismo, preferentemente ácido tereftálico, ácido naftaleno 2,6-dicarboxílico, o un derivado formador de ésteres del mismo, y un compuesto polihidroxiaromático o un derivado formador de ésteres del mismo.

Específicamente, se menciona como ejemplo poli(4-oxifenileno-2,2-propilideno-4-oxifenileno-tereftaloilo-co-isoftaloilo). Un poliéster de este tipo tiene, como componentes que reaccionan con carbodiimida, grupos carboxilo y/o hidroxilo terminales en sus extremos moleculares en una cantidad de 1 eq/ton a 50 eq/ton. Tales grupos terminales, especialmente los grupos carboxilo, reducen la estabilidad del poliéster, y por lo tanto se protegen terminalmente preferentemente con un compuesto de carbodiimida cíclico.

En la protección terminal de los grupos terminales carboxilo con un compuesto de carbodiimida, la aplicación del compuesto de carbodiimida cíclico de la invención permite la protección terminal de los grupos carboxilo sin producir isocianatos libres tóxicos. Esto resulta muy ventajoso.

Los poliésteres anteriormente indicados pueden producirse mediante un método bien conocido (por ejemplo, el descrito en "Howa-Poriesuteru-Jushi Handobukku (Handbook of Saturated Polyester Resin)" (escrito por Kazuo YUKI, Nikkan Kogyo Shimbum (publicado el 22 de diciembre 1989), etc.).

Los ejemplos de poliésteres de la invención incluyen adicionalmente, además de los poliésteres anteriormente indicados, resinas de poliéster insaturado obtenidas por copolimerización de ácidos policarboxílicos insaturados o derivados formadores de ésteres de los mismos y también elastómeros de poliéster que contienen un segmento polimérico de bajo punto de fusión.

Los ejemplos de ácidos policarboxílicos insaturados incluyen anhídrido maleico, anhídrido tetrahidromaleico, ácido fumárico y anhídrido endometileno tetrahidromaleico. Con el fin de controlar las propiedades de curado, se añaden diversos monómeros a un poliéster insaturado de este tipo, y el poliéster insaturado se cura y se moldea mediante un tratamiento de curado tal como curado por calor, curado por radicales, luz o radiación de energía activa tal como radiación de electrones. El control de grupos carboxilo en una resina insaturada de este tipo es un importante problema técnico relacionado con propiedades reológicas tales como la tixotropía, la durabilidad de la resina, y similares. Sin embargo, los grupos carboxilo pueden protegerse terminalmente y controlarse mediante el compuesto de carbodiimida cíclico sin producir isocianatos libres tóxicos, y también el peso molecular se aumenta de manera más eficaz mediante el compuesto de carbodiimida cíclico. Estas ventajas son de gran importancia industrial.

< Elastómero de poliéster >

Además, en la invención, el poliéster puede ser también un elastómero de poliéster obtenido por copolimerización de componentes blandos. Un elastómero de poliéster es un copolímero que contiene un segmento de poliéster duro de alto punto de fusión y un segmento polimérico de bajo punto de fusión con un peso molecular de 400 a 6.000, como se describe en un documento conocido, por ejemplo, JP-A-11-92636. Es un copolímero de bloque de poliéster termoplástico cuyos componentes son tales que en el caso en el que un alto polímero está hecho únicamente del componente de segmento de poliéster de alto punto de fusión, el punto de fusión del mismo es de 150°C o más, mientras que en el caso en el que sólo el componente de segmento polimérico de bajo punto de fusión que contiene, por ejemplo, un poliéster alifático producido a partir de un polialquilenglicol o un ácido dicarboxílico alifático C_{2-12} y un glicol alifático C_{2-10} se somete a medición, el punto de fusión o temperatura de reblandecimiento del mismo es 80°C o menos. Un elastómero de este tipo tiene un problema con la estabilidad hidrolítica. Sin embargo, sus grupos carboxilo pueden controlarse mediante el compuesto de carbodiimida cíclico sin problemas de seguridad, lo que tiene gran importancia, y además puede evitarse la disminución de su peso molecular o puede aumentarse mediante el compuesto de carbodiimida cíclico, lo que tiene gran importancia industrial.

<Poliamida>

La poliamida de la invención es un polímero termoplástico que tiene un enlace amida y que se obtiene de un aminoácido, una lactama, o una diamina y un ácido dicarboxílico o un derivado formador de amidas del mismo como materias primas principales.

Como poliamidas en la invención, son útiles policondensados obtenidos por condensación de una diamina y un ácido dicarboxílico o un activador de acilo del mismo, polímeros obtenidos por policondensación de un ácido aminocarboxílico, una lactama, o un aminoácido, y copolímeros de los mismos.

5 Los ejemplos de diaminas incluyen diaminas alifáticas y diaminas aromáticas. Los ejemplos de diaminas alifáticas incluyen tetrametilendiamina, hexametildiamina, undecametilendiamina, dodecametilendiamina, 2,2,4-trimetilhexametildiamina, 2,4,4-trimetilhexametildiamina, 5-metilnonametildiamina, 2,4-dimetiloctametildiamina, meta-xililendiamina, para-xililendiamina, 1,3-bis(aminometil)ciclohexano, 1-amino-3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexano, 3,8-bis(aminometil)tricyclodecano, bis(4-aminociclohexil)metano, bis(3-metil-4-aminociclohexil)metano, 2,2-bis(4-aminociclohexil)propano, bis(aminopropil)piperazina, y aminoetilpiperazina. Los ejemplos de diaminas aromáticas incluyen p-fenilendiamina, m-fenilendiamina, 2,6-naftalendiamina, 4,4'-difenildiamina, 3,4'-difenildiamina, 4,4'-diaminodifenil éter, 3,4'-diaminodifenil éter, 4,4'-sulfona, 3,4'-diaminodifenil sulfona, 4,4'-diaminodifenil cetona, 3,4'-diaminodifenil cetona, y 2,2-bis(4-aminofenil)propano.

15 Los ejemplos de ácidos dicarboxílicos incluyen ácido adípico, ácido subérico, ácido azelaico, ácido sebácico, ácido dodecanoico, ácido tereftálico, ácido isoftálico, ácido naftalenodicarboxílico, ácido 2-clorotereftálico, ácido 2-metiltereftálico, ácido 5-metilisoftálico, ácido 5-sodio sulfoisoftálico, ácido hexahidrotereftálico, ácido hexahidroisoftálico y ácido diglicólico. Los ejemplos específicos de poliamidas incluyen poliamidas alifáticas tales como policaproamida (nailon 6), politetrametilenadipamida (nailon 46), polihexametilenadipamida (nailon 66), polihexametilensebacamida (nailon 610), polihexametilendodecamida (nailon 612), poliundecametilendipamida (nailon 116), poliundecanamida (nailon 11), y polidodecanamida (nailon 12); poliamidas alifáticas-aromáticas tales como politrimetilhexametileno tereftalamida, polihexametileno isoftalamida (nailon 6l), polihexametileno tereftal/isoftalamida (nailon 6T/6l), polibis(4-aminociclohexil)metano dodecamida (nailon PACM12), polibis(3-metil-4-aminociclohexil)metano dodecamida, (nailon dimetil PACM12), polimetaxileno adipamida (nailon MXD6), poliundecametileno tereftalamida (nailon 11 T), y poliundecametileno hexahidrotereftalamida (nailon 11T(H)), así como copoliamidas de los mismos; copolímeros y mezclas de los mismos. Los ejemplos incluyen adicionalmente poli(p-fenileno tereftalamida) y poli(p-fenileno tereftalamida-co-isoftalamida).

30 Los ejemplos de aminoácidos incluyen ácido o-aminocaproico, ácido ω-aminoenántico, ácido ω-aminocaprílico, ácido ω-aminopergónico, ácido ω-aminocáprico, ácido 11-aminoundecanoico, ácido 12-aminododecanoico y ácido para-aminometilbenzoico. Los ejemplos de lactamas incluyen ω-caprolactama, ω-enantolactama, ω-caprillactama y ω-lauroilactama.

35 El peso molecular de una resina de poliamida de este tipo no está particularmente limitado. Sin embargo, resulta preferente que su viscosidad relativa medida a 25°C en una solución de ácido sulfúrico concentrado al 98% con una concentración de resina de poliamida del 1% en peso esté en el intervalo comprendido entre 2,0 y 4,0.

40 Estas resinas de amida pueden producirse según un método bien conocido, por ejemplo, "Poriamido-Jusi Handobukku (Polyamide Resin Handbook)" (escrito por Osamu FUKUMOTO, Nikkan Kogyo Shimbun (publicado el 30 de enero de 1988)).

45 Las poliamidas de la invención incluyen adicionalmente poliamidas conocidas como elastómeros de poliamida. Los ejemplos de tales poliamidas incluyen copolímeros de injerto y de bloque obtenidos mediante una reacción de un componente de formación de poliamida que tiene 6 o más átomos de carbono con un poli(óxido de alquileo) glicol. El enlace entre el componente de formación de poliamida que tiene 6 o más átomos de carbono y el componente poli(óxido de alquileo) glicol es normalmente un enlace éster o un enlace amida. Sin embargo, el enlace no está particularmente limitado a los mismos, y también es posible utilizar un tercer componente, tal como un ácido dicarboxílico o una diamina, como componente de reacción para los dos. Los ejemplos de poli(óxido de alquileo) glicoles incluyen copolímeros de bloque y aleatorios de óxido de polietilenglicol, poli(óxido de 1,2-propileno) glicol, poli(óxido de 1,3-propileno) glicol, poli(óxido de tetrametileno) glicol, poli(óxido de hexametileno) glicol, óxido de etileno, y óxido de propileno y copolímeros de bloque y aleatorios de óxido de etileno y tetrahydrofurano. En términos de capacidad de polimerización y rigidez, el poli(óxido de alquileo) glicol tiene preferentemente un peso molecular medio en número de 200 a 6.000, y más preferentemente de 300 a 4.000.

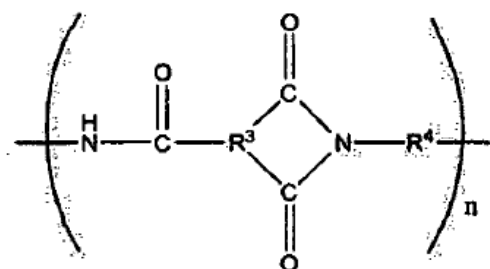
55 A medida que el elastómero de poliamida para utilizar en la invención, resulta preferente un elastómero de poliamida obtenido mediante la polimerización de caprolactama, polietilenglicol y ácido tereftálico. Como puede comprenderse fácilmente a partir de las materias primas, una resina de poliamida de este tipo tiene grupos carboxilo en una cantidad de 30 eq/ton a 100 eq/ton y grupos amino en una cantidad de 30 eq/ton a 100 eq/ton, aproximadamente. Es bien conocido que los grupos carboxilo tienen un efecto desfavorable sobre la estabilidad de una poliamida.

60 Los grupos carboxilo se controlan a 20 eq/ton o menos o a 10 eq/ton o menos, o preferentemente adicionalmente a un menor grado, mediante el compuesto de carbodiimida cíclico de la invención sin ningún tipo de problemas de seguridad, y además se evita de manera más eficaz que disminuya el peso molecular mediante el compuesto de carbodiimida cíclico; una composición de este tipo tiene gran importancia.

65

<Poliamida-imida>

Una resina de poliamida-imida para utilizar en la invención tiene una unidad estructural de repetición principal representada por la siguiente fórmula (I):



(I)

en la que R^3 representa un grupo orgánico trivalente, R^4 representa un grupo orgánico divalente, y n representa un número entero positivo.

Los ejemplos de métodos típicos para la síntesis de una resina de poliamida-imida de este tipo incluyen (1) un método en el que un diisocianato reacciona con un anhídrido de ácido tribásico, (2) un método en el que una diamina reacciona con un anhídrido de ácido tribásico, y (3) un método en el que una diamina reacciona con un cloruro de anhídrido de ácido tribásico. Sin embargo, el método para la síntesis de una resina de poliamida-imida para utilizar en la invención no está limitado a estos métodos. Los siguientes son compuestos típicos utilizados en los métodos de síntesis anteriormente indicados.

En primer lugar, los ejemplos preferentes de diisocianatos incluyen diisocianato de 4,4'-difenilmetano, diisocianato de xilileno, diisocianato de 3,3'-difenilmetano, diisocianato de 4,4'-difeniléter, diisocianato de 3,3'-difeniléter y diisocianato de parfenileno.

Los ejemplos preferentes de diaminas incluyen 4,4'-diaminodifenil sulfona, 3,3'-diaminodifenil sulfona, 4,4'-diaminodifenil éter, 3,3'-diaminodifenil éter, 4,4'-diaminodifenilmetano, 3,3'-diaminodifenilmetano, xililendiamina y fenilendiamina. Entre estos, resultan más preferentes diisocianato de 4,4'-difenilmetano, diisocianato de 3,3'-difenilmetano, diisocianato de 4,4'-difeniléter, diisocianato de 3,3'-difeniléter, 4,4'-diaminodifenil éter, 3,3'-diaminodifenil éter, 4,4'-diaminodifenilmetano, y 3,3'-diaminodifenilmetano.

Los ejemplos preferentes de anhídridos de ácidos tribásicos incluyen anhídrido trimelítico, y los ejemplos de cloruros anhídridos de ácido tribásico incluyen cloruro de anhídrido trimelítico.

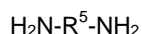
En la síntesis de una resina de poliamida-imida, pueden someterse simultáneamente a la reacción un ácido dicarboxílico, un dianhídrido tetracarboxílico, o similares, en un intervalo tal que las propiedades de la resina de poliamida-imida no se vean afectadas. Los ejemplos de ácidos dicarboxílicos incluyen ácido tereftálico, ácido isoftálico, y ácido adípico. Los ejemplos de dianhídridos tetracarboxílicos incluyen dianhídrido piromelítico, dianhídrido tetracarboxílico de benzofenona y dianhídrido tetracarboxílico de bifenilo. Resulta preferente que se utilicen en una cantidad de 50 eq% o menos en base a los componentes ácidos totales.

La durabilidad de una resina de poliamida-imida puede disminuir dependiendo de la concentración de grupos carboxilo en el polímero. Por lo tanto, resulta preferente que la concentración de grupos carboxilo se controle preferentemente de 1 eq/ton a 10 eq/ton o menos. El compuesto de carbodiimida cíclico de la invención permite conseguir convenientemente el intervalo de concentración de grupos carboxilo anteriormente indicado.

<Poliimida>

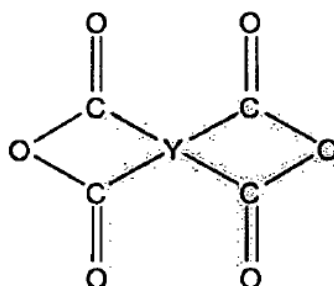
Una resina de poliimida de la invención no está particularmente limitada y puede ser una resina de poliimida conocida. Sin embargo, resulta especialmente preferente seleccionar una resina de poliimida termoplástica.

Los ejemplos de tales resinas de poliimida incluyen poliimidias que contienen el siguiente componente diamina y el siguiente ácido tetracarboxílico:



en la que R^5 es (i) un enlace sencillo; (ii) un grupo hidrocarburo alifático C_{2-12} ; (iii) un grupo alicíclico C_{4-30} ; (iv) un grupo aromático C_{6-30} ; (v) un grupo $Ph-O-R^6-O-Ph$ (R^6 representa un grupo fenileno o un grupo $Ph-X-Ph$ en el que

X representa un enlace sencillo, un grupo alquileo C_{1-4} opcionalmente sustituido con un átomo de halógeno, un grupo $-O-Ph-O-$, $-O-$, $-CO-$, $-S-$, $-SO-$, o un grupo $-SO_2-$; o (v) un grupo $-R^7-(SiR^8_2-O)_m-SiR^8_2-R^7-$ (R^7 representa $-(CH_2)_s-$, $-(CH_2)_s-Ph-$, $-(CH_2)_s-O-Ph-$, o $Ph-$ en los que s representa un número entero de 1 a 4, m es un número entero de 1 a 100, y R^8 representa un grupo alquilo C_{1-6} , un grupo fenilo, o un grupo alquilfenilo C_{1-6});



en la que Y es un grupo alifático tetavalente C_{2-12} , un grupo alicíclico tetavalente C_{4-8} , un grupo aromático tetavalente policíclico de anillo condensado o monocíclico C_{6-14} , o un grupo $>Ph-X-Ph<$ (X representa un enlace sencillo, un grupo alquileo C_{1-4} opcionalmente sustituido con un átomo de halógeno, $-O-Ph-O-$, $-O-$, $-CO-$, $-S-$, $-SO-$ o un grupo $-SO_2-$).

Los ejemplos específicos de anhídridos tetracarboxílicos para utilizar en la producción de un ácido de poliamida incluyen, pero no se limitan a, anhídrido piromelítico (PMDA), anhídrido 4,4'-oxidiftálico (ODPA), anhídrido bifenil-3,3',4,4'-tetracarboxílico (BPDA), anhídrido benzofenona-3,3',4,4'-tetracarboxílico (BTDA), anhídrido etilentetracarboxílico, anhídrido butanotetracarboxílico, anhídrido ciclopentanotetracarboxílico, anhídrido benzofenona-2,2',3,3'-tetracarboxílico, anhídrido bifenil-2,2',3,3'-tetracarboxílico, anhídrido de 2,2-bis(3,4-dicarboxifenil) propano, anhídrido de 2,2-bis(2,3-dicarboxifenil) propano, anhídrido de bis(3,4-dicarboxifenil) éter, anhídrido de bis(3,4-dicarboxifenil) sulfona, anhídrido de 1,1-bis(2,3-dicarboxifenil) etano, anhídrido de bis(2,3-dicarboxifenil)metano, anhídrido de bis(3,4-dicarboxifenil) metano, anhídrido 4,4'-(p-fenilendioxi)diftálico, anhídrido 4,4'-(m-fenilendioxi)diftálico, anhídrido naftaleno-2,3,6,7-tetracarboxílico, anhídrido naftaleno-1,4,5,8-tetracarboxílico, anhídrido naftaleno-1,2,5,6-tetracarboxílico, anhídrido benceno-1,2,3,4-tetracarboxílico, anhídrido perileno-3,4,9,10-tetracarboxílico, anhídrido antraceno-2,3,6,7-tetracarboxílico y anhídrido fenantreno-1,2,7,8-tetracarboxílico. Estos anhídridos dicarboxílicos pueden utilizarse en solitario, y también es posible utilizar una mezcla de dos o más tipos. Entre ellos, resulta preferente utilizar anhídrido piromelítico (PMDA), anhídrido 4,4'-oxidiftálico (ODPA), anhídrido bifenil-3,3',4,4'-tetracarboxílico (BPDA), anhídrido benzofenona-3,3',4,4'-tetracarboxílico y anhídrido bifenilsulfona-3,3',4,4'-tetracarboxílico (DSDA).

En la invención, los ejemplos específicos de diaminas para utilizar en la producción de una poliimida incluyen, pero no se limitan a, 4,4'-diaminodifenil éter, 4,4'-diaminodifenilmetano, 4,4'-diaminodifenil sulfona, 4,4'-diaminodifenil tioéter, 4,4'-di(meta-aminofenoxi)difenil sulfona, 4,4'-di(para-aminofenoxi)difenil sulfona, o-fenilenodiamina, m-fenilenodiamina, p-fenilenodiamina, benzidina, 2,2'-diaminobenzofenona, 4,4'-diaminobenzofenona, 4,4'-diaminodifenil-2,2'-propano, 1,5-diaminonaftaleno, 1,8-diaminonaftaleno, trimetilendiamina, tetrametilendiamina, hexametilendiamina, 4,4-dimetilheptametilendiamina, 2,11-dodecadiamina, di(para-aminofenoxi)dimetilsilano, 1,4-di(3-aminopropildiaminosilano)benceno, 1,4-diaminociclohexano, orto-tolildiamina, meta-tolildiamina, acetoguanamina, benzoguanamina, 1,3-bis(3-aminofenoxi)benceno (APB), bis[4-(3-aminofenoxi)fenil]metano, 1,1-bis[4-(3-aminofenoxi)fenil]etano, 1,2-bis[4-(3-aminofenoxi)fenil]etano, 2,2-bis[4-(3-aminofenoxi)fenil]etano, 2,2-bis[4-(3-aminofenoxi)fenil]propano, 2,2-bis[4-(3-aminofenoxi)fenil]butano, 2,2-bis[4-(3-aminofenoxi)fenil]-1,1,1,3,3,3-hexafluoropropano, 4,4'-di(3-aminofenoxi)bifenilo, di[4-(3-aminofenoxi)fenil]cetona, di[4-(3-aminofenoxi)fenil]sulfuro, di[4-(3-aminofenoxi)fenil]sulfóxido, di[4-(3-aminofenoxi)fenil]sulfona, y di(4-(3-aminofenoxi)fenil)éter. Las diaminas anteriormente indicadas pueden utilizarse en solitario, y también es posible utilizar una mezcla de un gran número de ellas.

Los ejemplos de poliimidias termoplásticas incluyen resinas de poliimida que contienen un anhídrido tetracarboxílico como se muestra más adelante y una diamina conocida, tal como p-fenilendiamina, ciclohexanodiamina, o diamina de tipo bisfenol A hidrogenado, así como las disponibles en el mercado en General Electric con el nombre comercial "Ultem", tal como "Ultem" 1000, "Ultem" 1010, "Ultem" CRS5001 y "Ultem" XH6050, y "AURUM" 250AM fabricadas por Mitsui Chemicals.

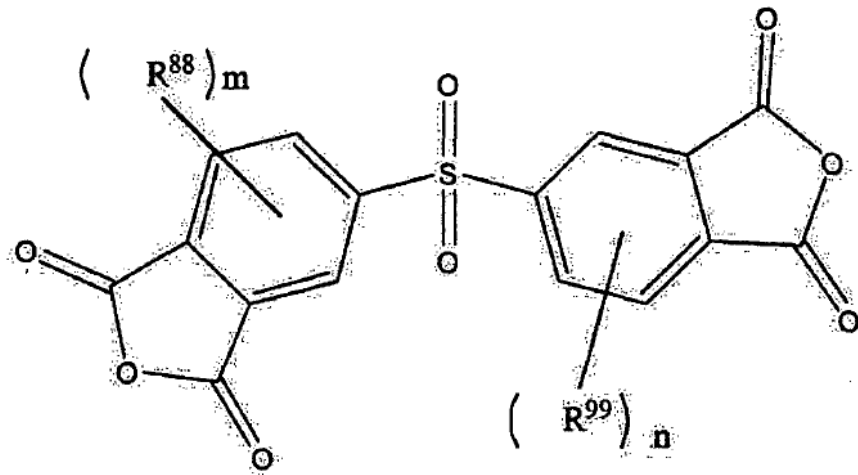
5

10

15

20

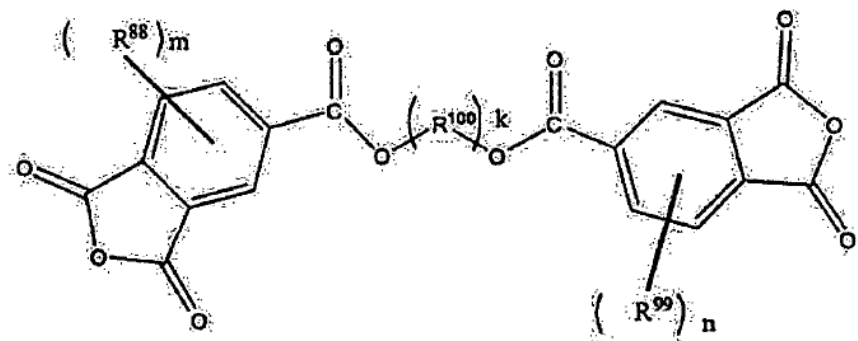
25



30

35

40

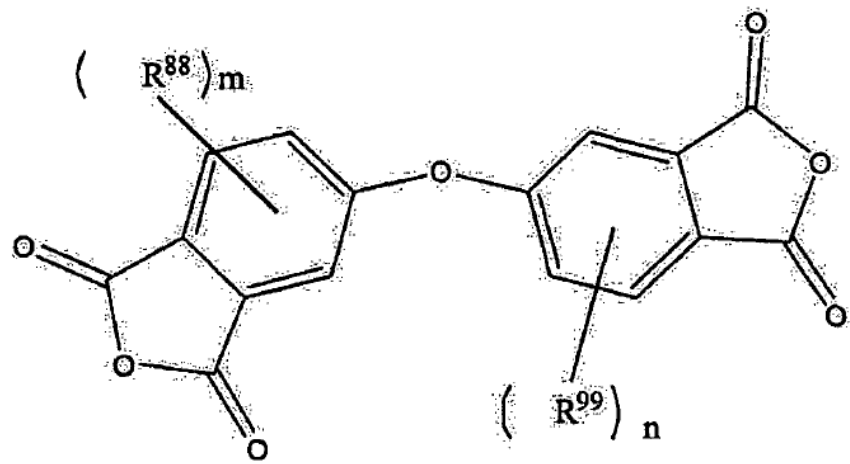


45

50

55

60



En las fórmulas, R⁸⁸ y R⁹⁹ representan cada uno independientemente un átomo de hidrógeno, un grupo alquilo lineal o ramificado C₁₋₁₀, o un grupo arilo, R¹⁰⁰ representa un grupo arileno C₆₋₃₀ o un grupo alquileno C₂₋₂₀, m y n son cada uno un número entero de 0 a 5, y k es un número entero de 1 a 3.

5 < Amida de poliéster >

Los ejemplos de resinas de amida de poliéster de la invención incluyen, pero no se limitan particularmente a, resinas de amida de poliéster conocidas obtenidas por copolimerización de un componente poliéster y un componente poliamida. En particular, se selecciona preferentemente una resina de amida de poliéster termoplástica.

10 La resina de amida de poliéster de la invención puede sintetizarse mediante un método conocido, etc. Por ejemplo, el componente poliamida se somete en primer lugar a una reacción de policondensación a fin de sintetizar una poliamida que termina con grupos funcionales, y a continuación el componente poliéster se polimeriza en presencia de la poliamida; la síntesis es posible mediante un método de este tipo. Esta reacción de policondensación se lleva a cabo normalmente permitiendo que transcurra una reacción de amidación en la primera etapa y a continuación que transcurra una reacción de esterificación en la segunda etapa.

15 El componente poliéster se selecciona preferentemente de entre los componentes poliéster mencionados anteriormente. El componente poliamida se selecciona preferentemente de entre los componentes poliamida anteriormente mencionados.

20 A estos componentes poliméricos a los que se aplica el compuesto de carbodiimida cíclico, puede añadirse cualquier tipo de aditivo y carga conocido, siempre que el compuesto de carbodiimida cíclico no reaccione con ellos y pierda sus efectos. Como aditivos, por ejemplo, con el fin de reducir la viscosidad en estado fundido, pueden añadirse como plastificantes internos o plastificantes externos polímeros de poliéster alifáticos tales como policaprolactona, succinato de polibutileno y succinato de polietileno, y polímeros de poliéster alifáticos, tales como polietilenglicol, polipropilenglicol y poli(etileno-propileno) glicol. Además, según sea necesario, también pueden añadirse partículas finas inorgánicas y compuestos orgánicos como deslustrantes, desodorantes, retardantes de llama, agentes de reducción de la fricción del hilo, antioxidantes, pigmentos colorantes, etc.

25 <Método para mezclar un compuesto polimérico con un compuesto de carbodiimida cíclico >

30 En la invención, se mezcla y se hace reaccionar un compuesto de carbodiimida cíclico con un compuesto polimérico que tiene un grupo ácido, de manera que los grupos ácidos pueden protegerse terminalmente. El método para añadir y mezclar el compuesto de carbodiimida cíclico en el compuesto polimérico no está particularmente limitado, y puede ser un método conocido. Es posible emplear un método en el que el compuesto de carbodiimida cíclico se añade en forma de solución, de masa fundida, o una mezcla madre del polímero a tratar, un método en el que el compuesto polimérico en estado sólido se pone en contacto con un líquido que tiene disuelto, dispersado, o fundido en el mismo el compuesto de carbodiimida cíclico, impregnando de ese modo el compuesto polimérico con el compuesto de carbodiimida cíclico, o similares.

35 En caso de emplear un método en el que el compuesto de carbodiimida cíclico se añade en forma de solución, de masa fundida, o de mezcla madre del polímero a tratar, puede utilizarse un aparato de amasado conocido para la adición. Para el amasado, resulta preferente el amasado en forma de solución o el amasado en forma de masa fundida en términos de amasado uniforme. El aparato de amasado no está particularmente limitado, y puede ser un reactor vertical, tanque de mezcla, o tanque de amasado, o un aparato de amasado horizontal de un solo tornillo o de múltiples tornillos, tal como una extrusora o amasadora de un solo tornillo o de múltiples tornillos, conocidos. El período de tiempo para la mezcla con un compuesto polimérico no está particularmente limitado. Aunque esto depende del aparato de mezcla y la temperatura de mezcla, es de 0,1 minutos a 2 horas, preferentemente de 0,2 minutos a 60 minutos, y más preferentemente de 1 minuto a 30 minutos.

40 Como disolvente, son útiles aquellos inertes para el compuesto polimérico y el compuesto de carbodiimida cíclico. En particular, resulta preferente un disolvente con afinidad por ambos, que disuelva al menos parcialmente ambos o se disuelva al menos parcialmente en ambos.

45 Como disolventes, por ejemplo, son útiles disolventes basados en hidrocarburos, disolventes basados en cetonas, disolventes basados en éteres, disolventes basados en éteres, disolventes basados en halógenos y disolventes basados en amidas.

50 Los ejemplos de disolventes basados en hidrocarburos incluyen hexano, ciclohexano, benceno, tolueno, xileno, heptano y decano.

55 Los ejemplos de disolventes basados en cetonas incluyen acetona, metil etil cetona, dietil cetona, ciclohexanona e isoforona.

60

65

Los ejemplos de disolventes basados en ésteres incluyen acetato de etilo, acetato de metilo, succinato de etilo, carbonato de metilo, benzoato de etilo y diacetato de dietilenglicol.

5 Los ejemplos de disolventes basados en éteres incluyen éter dietílico, dibutil éter, tetrahidrofurano, dioxano, dietilenglicol dimetil éter, trietilenglicol dietil éter y difeniléter.

Los ejemplos de disolventes basados en halógenos incluyen diclorometano, cloroformo, tetraclorometano, dicloroetano, 1,1',2,2'-tetracloroetano, clorobenceno y diclorobenceno.

10 Los ejemplos de disolventes basados en amidas incluyen formamida, dimetilformamida, dimetilacetamida y N-metilpirrolidona.

Estos disolventes pueden utilizarse en solitario. Si se desea, también pueden utilizarse como disolvente mixto.

15 En la invención, el disolvente se utiliza en una cantidad en el intervalo comprendido entre un 1% y un 1.000% en peso en base al 100% en peso del total del compuesto polimérico y del compuesto de carbodiimida cíclico. Cuando la cantidad es inferior al 1% en peso, la aplicación del disolvente no tiene importancia. No existe ningún límite superior particular en la cantidad de disolvente a utilizar. Sin embargo, en términos de operatividad y eficacia de la reacción, el límite superior es de aproximadamente un 1.000% en peso.

20 En caso de emplearse un método en el que el compuesto polimérico en estado sólido se pone en contacto con un líquido que tiene disuelto, dispersado, o fundido en el mismo el compuesto de carbodiimida cíclico, impregnando de ese modo el compuesto polimérico con el compuesto de carbodiimida cíclico, puede emplearse un método en el que el compuesto polimérico en estado sólido se pone en contacto con el compuesto de carbodiimida cíclico disuelto en el disolvente, un método en el que el compuesto polimérico en estado sólido se pone en contacto con una emulsión del compuesto de carbodiimida cíclico, o similares. Como método de contacto, se emplea preferentemente un método en el que el compuesto polimérico se sumerge, un método en el que el compuesto de carbodiimida cíclico se aplica o se pulveriza al compuesto polimérico, o similares.

25 La reacción de protección terminal del compuesto de carbodiimida cíclico de la invención puede tener lugar a temperatura ambiente (25°C) hasta aproximadamente 300°C. Sin embargo, en términos de eficacia de la reacción, la temperatura está preferentemente en el intervalo comprendido entre 50°C y 250°C, más preferentemente entre 80°C y 200°C, con lo cual se promueve adicionalmente la reacción. La reacción transcurre fácilmente a una temperatura en la que el compuesto polimérico está fundido. Sin embargo, con el fin de evitar la sublimación del compuesto de carbodiimida cíclico, la descomposición, o similar, resulta preferente llevar a cabo la reacción a una temperatura inferior a 300°C. La aplicación del disolvente también resulta eficaz para reducir la temperatura de fusión del polímero y aumentar la eficacia de la agitación.

30 A pesar de que la reacción transcurre con la suficiente rapidez en ausencia de un catalizador, también es posible utilizar un catalizador para promover la reacción. Como catalizador, son útiles los catalizadores utilizados para los compuestos de carbodiimida lineales convencionales. Los ejemplos de los mismos incluyen compuestos de metales alcalinos, compuestos de metales alcalinotérreos, compuestos de aminas terciarias, compuestos de imidazol, sales de amonio cuaternario, compuestos de fosfina, sales de fosfonio, ésteres del ácido fosfórico, ácidos orgánicos y ácido de Lewis. Estos pueden utilizarse en solitario, y también es posible utilizar dos o más tipos. La cantidad de catalizador que se añade no está particularmente limitada, pero es preferentemente de un 0,001% a un 1% en peso, más preferentemente de un 0,01% a un 0,1% en peso, y lo más preferentemente de un 0,02% a 0,1% en peso en base al 100% en peso del total del compuesto polimérico y del compuesto de carbodiimida cíclico.

35 La cantidad del compuesto de carbodiimida cíclico a añadir se selecciona de manera que la cantidad de grupos carbodiimida contenidos en el compuesto de carbodiimida cíclico esté en el intervalo comprendido entre 0,5 y 100 equivalentes por equivalente de grupos ácidos. Cuando la cantidad es inferior a 0,5 equivalentes, la aplicación del compuesto de carbodiimida cíclico puede no tener importancia. Cuando la cantidad es superior a 100 equivalentes, las propiedades del sustrato pueden cambiar. Desde tales puntos de vista, en base a lo anteriormente indicado, la cantidad está preferentemente en el intervalo comprendido entre 0,6 y 100 equivalentes, más preferentemente entre 0,65 y 70 equivalentes, todavía más preferentemente entre 0,7 y 50 equivalentes, y manera especialmente preferente entre 0,7 y 30 equivalentes.

60 <Composición obtenida mezclando compuesto polimérico con compuesto de carbodiimida cíclico>

Una composición obtenida mediante mezcla según el método mencionado anteriormente, puede tener básicamente los siguientes modos dependiendo de la relación entre los dos, el tiempo de reacción, y similares.

65 (1) La composición está hecha de los siguientes tres componentes:

- (a) un compuesto con al menos una estructura de anillo que contiene un grupo carbodiimida, estando unidos entre sí el primer nitrógeno y segundo nitrógeno del mismo a través de un grupo de unión;
- (b) un compuesto polimérico que tiene un grupo ácido; y
- (c) un compuesto polimérico cuyos grupos ácidos están protegidos terminalmente

5
teniendo un compuesto al menos una estructura de anillo que contiene un grupo carbodiimida, estando unidos entre sí el primer nitrógeno y segundo nitrógeno del mismo a través de un grupo de unión.

10 (2) La composición está hecha de los siguientes dos componentes:

- (a) un compuesto con al menos una estructura de anillo que contiene un grupo carbodiimida, estando unidos entre sí el primer nitrógeno y segundo nitrógeno del mismo a través de un grupo de unión; y
- (c) un compuesto polimérico cuyos grupos ácidos están protegidos terminalmente con un compuesto que tiene al menos una estructura de anillo que contiene un grupo carbodiimida, estando unidos entre sí el primer nitrógeno y segundo nitrógeno del mismo a través de un grupo de unión.

15 (3) La composición está hecha del siguiente componente:

- (c) un compuesto polimérico cuyos grupos ácidos están protegidos terminalmente con un compuesto que tiene al menos una estructura de anillo que contiene un grupo carbodiimida, estando unidos entre sí el primer nitrógeno y segundo nitrógeno del mismo a través de un grupo de unión.

20 En este caso, (3) no es una composición sino un compuesto polimérico modificado. Sin embargo, por comodidad, se denomina "composición" en la invención.

25 Cada modo resulta preferente. Sin embargo, en el caso en el que está presente en la composición cualquier compuesto de carbodiimida cíclico sin reaccionar, cuando el compuesto polimérico se somete a escisión de la cadena en el momento de moldeo por fusión debido a algunos factores, tales como la creación de un ambiente de calor húmedo, el compuesto de carbodiimida cíclico sin reaccionar reacciona con los extremos de la cadena resultantes de la escisión, de manera que la concentración de grupos ácidos puede mantenerse baja. Por lo tanto, este modo resulta especialmente preferente.

30 Incidentalmente, en la invención, las descripciones de "tres componentes", "dos componentes" y "un componente" indican simplemente los posibles modos del compuesto polimérico que tiene un grupo ácido y el compuesto de carbodiimida cíclico en la composición. No es necesario decir, sin interferir con el objeto de la invención, que no se excluye la adición de cualquier aditivo y carga conocidos mencionados anteriormente.

35 <Fibra que contiene la composición obtenida mezclando compuesto polimérico con compuesto de carbodiimida cíclico >

40 La fibra de la invención contiene la composición anteriormente indicada obtenida mezclando un compuesto polimérico con un compuesto de carbodiimida cíclico. En este caso, el contenido de la composición en la fibra no está particularmente limitado siempre que la composición esté contenida. El contenido puede ser seleccionado convenientemente según el uso que se dará a la fibra (o estructura de fibra), el tipo de polímero, los tipos de otros componentes que no contienen compuesto de carbodiimida cíclico, etc. El contenido puede ser normalmente de un 10% en peso o más.

45 Con respecto a la forma en sección transversal de la fibra, ésta puede ser una sección transversal redonda compacta o también puede ser una sección transversal con forma modificada, tal como plana, trilobular a octalobular, con forma de C, con forma de H, o hueca. La fibra también puede ser una fibra compuesta (configuración alma-vaina, configuración vaina-alma excéntrica, configuración lado a lado, configuración de fibra dividida) o una fibra conjugada mar-isla, en la que la composición se incorpora como al menos un componente.

50 En caso de que la fibra tenga una sección transversal con forma modificada, a fin de desarrollar brillo, textura, y propiedades, resulta preferente que la relación entre los diámetros de los círculos circunscrito e inscrito de la forma en sección transversal de la fibra sea de 2,5 a 10. Cuando es inferior a 2,5, el desarrollo de brillo, textura y propiedades, o similares, puede ser débil. Por el contrario, cuando la relación entre los diámetros de los círculos circunscrito e inscrito es superior a 10, puede ser difícil conseguir una fabricación del hilo, tejeduría, tricotado y tintura estables.

55 El círculo circunscrito en el presente documento es un círculo que pasa por todos los vértices en una forma en sección transversal modificada, mientras que el círculo inscrito es un círculo que pone en contacto todos los lados de una forma en sección transversal modificada. En el caso en el que la sección transversal con forma modificada tiene una forma plana, como se muestra en la Fig. 1, B en la dirección del eje mayor en la Fig. 1 es el diámetro del círculo circunscrito, y C2 que es el más corto en la dirección del eje menor es el diámetro del círculo inscrito.

Suponiendo que no haya ninguna parte de estrangulamiento en la Fig. 1, el diámetro del círculo inscrito es C1. También en los casos de otras secciones transversales con forma modificada que son sustancialmente rectangulares, el círculo circunscrito y el círculo inscrito pueden determinarse como se ha indicado anteriormente.

5 Cuando la fibra es una fibra compuesta, es necesario combinar la composición de la invención mencionada anteriormente con al menos una resina termoplástica. La resina termoplástica no está particularmente limitada, y puede cambiarse convenientemente según las funciones necesarias.

10 Los ejemplos específicos de resinas termoplásticas a combinar incluyen resinas de poliésteres aromáticos tales como tereftalato de polietileno, tereftalato de polibutileno y tereftalato de politrimetileno; resinas de poliamida tales como nailon 6, nailon 66, nailon 610 y nailon 11; resinas acrílicas tales como metacrilato de polimetilo; resinas oleofínicas tales como polietileno y polipropileno; resinas de alcohol polivinílico; resinas de cloruro de polivinilo; resinas de flúor tales como politetrafluoroetileno; resinas de poliuretano; y resinas de PPS. Por lo tanto, pueden conferirse diversas propiedades físicas. Por ejemplo, combinando tereftalato de polietileno con ácido poliláctico, puede mejorarse la baja resistencia al desgaste del ácido poliláctico, al tiempo que pueden conseguirse fibras con un alto contenido de material de fuente biológica. Además, pueden conferirse resistencia al calor, resistencia a la llama, y funciones similares, y pueden producirse fibras ecológicas con un alto contenido de material de fuente biológica.

15 La resina termoplástica puede ser un copolímero o también puede ser una mezcla con sustancias orgánicas y/o inorgánicas. Además, también es posible añadir partículas finas inorgánicas y compuestos orgánicos, incluidos deslustrantes, retardantes de llama, estabilizadores térmicos, fotoestabilizadores, absorbedores de UV, pigmentos colorantes, y similares.

20 El método de preparación de compuestos para obtener una fibra compuesta no está particularmente limitado. Los ejemplos del mismo incluyen métodos en los que la preparación de compuestos se realiza en el momento de la formación de las fibras, tal como mezclado en fundido y mezclado en solución, y métodos de recubrimiento en los que se aplica un recubrimiento con masa fundida a una fibra previamente obtenida.

25 Con respecto a la forma del compuesto, es posible emplear el compuesto vaina-alma, el compuesto mar-isla, lado a lado, de tipo mezcla, etc., anteriormente mencionados. Por ejemplo, en el caso en el que vaya a mejorarse la resistencia al desgaste o la resistencia a la llama de la fibra compuesta, resulta preferente la configuración del compuesto vaina-alma o la configuración del compuesto mar-isla. En el caso en el que debe conferirse una función de rizado, puede emplearse la configuración lado a lado o la configuración vaina-alma excéntrica, mientras que en el caso en el que la composición de la invención vaya a disolverse junto con la otra resina termoplástica, o vaya a microdispersarse una resina, puede emplearse el tipo mezcla.

30 En particular, en las fibras compuestas de la configuración del compuesto vaina-alma, la configuración del compuesto mar-isla, y de tipo mezcla, que se espera tengan un efecto de mejora de la resistencia al desgaste, cuando se utiliza una resina con una excelente resistencia al desgaste, tal como una resina de poliamida, puede conseguirse un efecto de mejora de la resistencia al desgaste adicional.

35 Además, los componentes a combinar pueden ser tres o más componentes. Las proporciones de resinas a combinar tampoco están particularmente limitadas. Sin embargo, como se ha mencionado anteriormente, cuanto mayor sea el contenido de material de fuente biológica, mejor. Por ejemplo, la proporción de ácido poliláctico es preferentemente del 20% en masa o más, y aún más preferentemente del 30% en masa o más.

40 Además, como se describe detalladamente más adelante, la fibra también puede ser procesada posteriormente, y son posibles diversas formas, incluidos hilos texturizados por falsa torsión, hilos de alta torsión, hilos texturizados Taslan, hilados texturizados enmarañados, hilos grueso y fino alternativo ("thick-and-thin yarn"), e hilos filamentosos combinados e hilos filamentosos similares, así como fibras discontinuas, estopas, hilados, etc.

45 Cuando la composición obtenida mezclando un compuesto polimérico con un compuesto de carbodiimida cíclico se conforma en fibras, puede emplearse cualquier método de hilatura conocido dependiendo del compuesto polimérico objetivo. Pueden aplicarse la hilatura por fusión, la hilatura en seco o la hilatura en húmedo dependiendo del compuesto polimérico objetivo.

50 Con respecto a las condiciones de hilatura, no es necesario tener en cuenta la presencia del compuesto de carbodiimida cíclico de la invención, y pueden emplearse directamente las condiciones de hilatura utilizadas comúnmente conocidas para cada compuesto polimérico. Según sea necesario, puede realizarse un tratamiento de estiramiento, un tratamiento de termofijación, y similares. También en tal caso, como se ha indicado anteriormente, las condiciones pueden seleccionarse convenientemente de entre las condiciones de estiramiento, condiciones de termofijación, y similares, conocidas para cada compuesto polimérico.

55 Un método específico es el siguiente, por ejemplo. Cuando va a obtenerse la fibra mediante un método de hilatura por fusión, la composición se funde en un extrusor de masa fundida de tipo horno de fusión a presión o de

tipo extrusora, y a continuación se filtra en una unidad de hilatura o similar y, simultáneamente, se hila a través de una hilera siendo seleccionadas convenientemente la forma de la hilera y el número de hileras según el uso previsto.

5 En el caso de formar una fibra con una sección transversal con forma modificada como se ha mencionado anteriormente, puede utilizarse como hilera una hilera para formas modificadas que incluye una sección transversal redonda hueca.

10 El hilado se enfría y solidifica a través de un gas con una temperatura inferior a la del punto de fusión del compuesto polimérico, y a continuación se recoge mientras se aplica un aceite al mismo. En este caso, la velocidad de recogida es preferentemente de 300 m/min o más, porque, por ejemplo puede mejorarse de esa manera, la orientación molecular. Desde el mismo punto de vista, la tensión de hilatura es preferentemente 50 o más.

15 Además, también es posible establecer una sección de calentamiento inmediatamente después de la hilatura y antes del enfriamiento y la solidificación, de manera que se caliente un hilo a una temperatura igual o superior a la del punto de fusión del polímero para aumentar la resistencia de la fibra.

20 El hilo no estirado obtenido mediante el procedimiento anterior puede someterse a un proceso de estiramiento. El hilo no estirado puede enrollarse una vez y a continuación someterse al proceso de estiramiento, o también puede someterse al proceso de estiramiento después de la hilatura sin enrollamiento.

25 El proceso de estiramiento puede ser un estirado en una sola etapa o un estirado en múltiples etapas. Incidentalmente, cuando la relación de estiramiento es demasiado alta, esto puede provocar el blanqueamiento de la fibra, lo que puede conducir a una disminución de la resistencia de la fibra obtenida. Por lo tanto, resulta preferente una relación de estiramiento que no provoque el blanqueamiento de la fibra. Como fuente de calor para el estiramiento, puede emplearse cualquier método comúnmente utilizado. Por ejemplo, son útiles rodillos calientes, placas calentadoras de contacto, placas calentadoras sin contacto, baños en medio térmico, polos eléctricos y similares.

30 Después del proceso de estiramiento, se enrolla el hilo. Sin embargo, antes de eso, se realiza preferentemente un tratamiento térmico a una temperatura aproximadamente 10°C a 80°C menor que el punto de fusión del compuesto polimérico. El tratamiento térmico puede realizarse mediante cualquier método, tal como el uso de un rodillo caliente, una placa calentadora de contacto o una placa calentadora sin contacto. Además, en términos de mejora de la estabilidad dimensional, el tratamiento térmico puede ir seguido de un tratamiento de relajación del 0% a 20%.

35 Incidentalmente, en caso de que se seleccione como compuesto polimérico ácido poliláctico, particularmente un estereocomplejo de ácido poliláctico, cuando la velocidad de recogida después de la hilatura se encuentra dentro de un intervalo comprendido entre 300 m/min y 5000 m/min, se fomenta la formación de cristales de estereocomplejo. Sin embargo, en términos de propiedades de estiramiento en el posterior proceso de estiramiento, resulta preferente que la velocidad de recogida sea tal que la cristalinidad del estereocomplejo (S_c) del hilo no estirado sea 0.

40 La cristalinidad del estereocomplejo (S_c) en el presente documento se calcula a partir de la relación de intensidad del pico de difracción obtenido midiendo la difracción de rayos X de gran ángulo (XRD), y es un valor definido por la siguiente ecuación:

$$S_c (\%) = \left[\frac{\sum I_{SCi}}{\sum I_{SCi} + I_{HM}} \right] \times 100$$

50 en la que $\sum I_{SCi} = I_{SC1} + I_{SC2} + I_{SC3}$; I_{SCi} ($i = 1$ a 3) representa las intensidades integradas de los picos de difracción cerca de $2\theta = 12,0^\circ$, $20,7^\circ$ y $24,0^\circ$, respectivamente; y I_{HM} representa la intensidad integrada I_{HM} del pico de difracción cerca de $2\theta = 16,5^\circ$ debido al cristal en fase homo.

55 <Estructura de fibra que utiliza una fibra que contiene la composición obtenida mezclando compuesto polimérico con compuesto de carbodiimida cíclico >

60 La estructura de fibra de la invención no está particularmente limitada siempre que utilice, al menos en parte, una fibra que contiene la composición de la invención. El contenido de la fibra en la estructura de fibra puede seleccionarse convenientemente según el uso que vaya a darse a la estructura de fibra, el tipo de polímero formador de fibra, las propiedades de las demás fibras, etc. El contenido puede ser normalmente del 10% en peso o más.

65 Los ejemplos específicos de estructuras de fibra de la invención incluyen productos en forma de hilo, tal como hilos de cosido, hilos de bordado y cordeles; hilos texturizados; telas tal como textiles tejidos, tejidos de punto, textiles no tejidos y fieltros; prendas externas tales como camisas, cazadoras, pantalones, abrigos, suéteres y uniformes; prendas de alto valor añadido, tales como ropa interior, medias, calcetines, forros, entretelas, ropa

5 deportiva, vestidos de mujer y vestidos de noche; prendas tales como copas y almohadillas; productos para materiales de uso diario, tales como cortinas, alfombras, fundas para sillas, esteras, muebles, bolsos, fundas para muebles, materiales de pared, y diversos cinturones y cabestrillos; productos materiales industriales, tal como lona, correas, redes, cuerdas, tejidos gruesos, bolsas, fieltros y filtros; productos para el interior del automóvil; productos de cuero artificial; y diversos productos textiles similares.

10 Entre ellos, cuando va a obtenerse un textil tejido o un tejido de punto, la tejeduría o el tricotado pueden realizarse utilizando un telar o tricotosa corrientes. En ese caso, los ejemplos de la estructura del ligamento del textil tejido incluyen tres ligamentos básicos que incluyen tafetán, sarga y satén, modificaciones de los mismos, ligamentos dobles con refuerzo simple tales como ligamento de urdimbre reforzada y ligamento de trama reforzada, y terciopelo por urdimbre. El tejido de punto puede ser un tejido de punto circular (tejido de punto por trama) o un tejido de punto por urdimbre. Los ejemplos preferentes de la estructura del tejido de punto circular (tejido de punto por trama) incluyen punto liso, punto acanalado, punto de cadeneta, punto del revés, punto retenido, punto flotante, medio punto inglés, punto de encaje y punto de alfombra. Los ejemplos de la estructura de punto por urdimbre incluyen punto denbigh sencillo, punto atlas sencillo, punto de cordoncillo doble, punto simple, punto de vellón y punto jacquard. La estructura puede ser de una sola capa o también puede ser multicapa que incluye dos o más capas. Además, también es posible una tela cepillada hecha de una parte elevada con velours y/o bucles, y una parte de ligamento de base.

20 <Textil no tejido>

25 En el caso en el que la estructura de fibra de la invención es un textil no tejido, el tipo de textil no tejido no está limitado. El método de producción no está particularmente limitado tampoco, pero resulta preferente utilizar un proceso de unión por hilatura, un proceso de soplado en fusión, un proceso de hilatura rápida, un proceso de punzonado, un proceso de enmarañado hidráulico, un proceso de tendido por aire, un proceso de termoadhesión, un proceso de unión por resina, un proceso en húmedo, o similares.

30 Por ejemplo, en el caso de un textil no tejido de filamentos, puede producirse mediante el denominado proceso de unión por hilatura, en el que se extruye un polímero fundido a través de una boquilla y se arrastra por aspiración con un gas de aspiración a alta velocidad, y a continuación, las fibras resultantes se recogen sobre un transportador en movimiento para formar una banda, seguido sucesivamente de termoadhesión, enmarañado o similares, para integrar las fibras para formar una lámina; un denominado proceso de soplado en fusión, en el que un fluido gaseoso a alta velocidad calentado se sopla sobre un polímero fundido para estirar el polímero fundido hasta formar fibras ultrafinas, y a continuación las fibras se recogen para formar una lámina; o similares.

35 Por ejemplo, en el caso de un textil no tejido de fibra discontinua, éste puede producirse mediante una combinación de las siguientes etapas: una etapa en la que se extruye un polímero fundido a través de una boquilla, se recoge mediante un rodillo y se estira para producir una fibra; una etapa en la que la fibra se riza con un rizador y se corta con una cortadora para producir fibras discontinuas; una etapa en la que las fibras discontinuas obtenidas se depositan para formar una banda, seguido de termoadhesión, enmarañado, o similar, para integrar las fibras para formar una lámina o una etapa en la que las fibras discontinuas se dispersan en agua, a continuación se separan del agua como en la fabricación de papel, se deshidratan y se secan para formar una banda y, adicionalmente, se integran mediante termoadhesión para formar una lámina; etc.

45 Como materias primas para fibras para formar el textil no tejido, además de la composición de la invención, también pueden combinarse conjuntamente varios tipos de otras resinas, tales como tereftalato de polietileno. Los métodos preferentes para combinar resinas incluyen un método en el que se mezclan varios tipos de resinas fundidas y también un método en el que dos tipos de resinas se conforman en una fibra compuesta con una configuración alma-vaina, una configuración lado a lado, una configuración mar-isla, una configuración multilobular, etc.

50 < Productos materiales industriales >

55 De los anteriores, como bienes materiales industriales, cuando se producen por ejemplo redes y cuerdas, la forma en sección transversal de la fibra tampoco está limitada. Es posible emplear una sección transversal plana, una sección transversal trilobulada, una sección transversal hueca, una sección transversal con forma de Y, una sección transversal cuadrada, una sección transversal con forma de C, una sección transversal con forma de W, una sección transversal triangular, una combinación de las mismas, o similares. Cuando la forma en sección transversal es una forma modificada, pueden conferirse suavidad, esponjosidad, voluminosidad, propiedades de ligereza, propiedades de conservación del calor, y similares. Las fibras pueden estar en forma de monofilamentos, multifilamentos, hilos divididos, y similares. La finura tampoco está particularmente limitada, y puede cambiarse convenientemente según el uso previsto.

65 El intervalo de finura total útil es, por ejemplo, de 20 dtex a 10.000 dtex, y preferentemente de 300 dtex a 3.000 dtex. El intervalo de finura de la fibra individual es, por ejemplo, de 0,02 dtex a 10.000 dtex, y preferentemente de 0,1 dtex a 3.000 dtex. Cuando la finura total es inferior al intervalo anteriormente indicado, esto conduce a una

mala productividad. Cuando la finura total es superior al intervalo anteriormente indicado, esto puede conducir a una falta de poder de enfriamiento en la hilatura por fusión, lo que da como resultado malas propiedades de fabricación del hilo, por ejemplo. Desde un punto de vista práctico, una fibra utilizada para la red tiene una resistencia de 1,5 cN/dtex o más, más preferentemente 2,5 cN/dtex o más, y aún más preferentemente 3,0 cN/dtex. Mientras, no hay ningún límite superior particular para la resistencia, pero es normalmente de 9,0 cN/dtex o menos con el fin de conseguir una producción estable con la tecnología actual. Además, puede seleccionarse convenientemente la elongación según sea necesario, y puede estar en el intervalo comprendido entre un 10% y un 300%, por ejemplo. Como intervalos más preferentes, cuando es del 10% al 100%, puede obtenerse una red de alta resistencia y excelente estabilidad dimensional, y cuando es del 100% al 300%, puede conferirse suavidad a la red.

La retracción en agua hirviendo de la fibra es preferentemente de un 0% a un 20%, ya que esto proporciona una red o una cuerda con una excelente estabilidad dimensional. Las propiedades físicas de la fibra mencionadas anteriormente pueden controlarse mediante la temperatura de hilatura, la velocidad de hilatura, la temperatura de estiramiento, la relación de estiramiento, etc.

Con respecto a la configuración de malla de la red, resulta preferente utilizar malla con forma de diamante, malla hexagonal, malla cuadrada, malla a tresbolillo, o similares. Cuando se emplea una configuración de este tipo de malla, puede utilizarse una máquina de fabricación de redes comúnmente utilizada, por lo que puede suprimirse un aumento del costo de fabricación de redes. Con respecto al tipo de tejido de red, resulta preferente utilizar una red anudada con un nudo de bandera simple, un nudo cuadrado, o similares, una red sin nudos, una red Raschel, una red para peces, una red tejida, o similares. En particular, resulta preferente emplear un tejido de red sin nudos, dado que es probable que se evite la rotura de la red mediante la dispersión de la tensión.

El tamaño de malla (el tamaño de la malla) es preferentemente de 5 mm a 200 mm, preferentemente de 10 mm a 150 mm, y aún más preferentemente de 15 mm a 100 mm. Un tamaño de malla inferior a 5 mm genera problemas de obstrucción o de aumento del coste debido al mallado fino, mientras que un tamaño de malla superior a 200 mm hace difícil capturar el objeto deseado. La red de la invención puede utilizarse en ingeniería civil, agricultura, materiales de pesca, silvicultura, arquitectura y cualquier otra aplicación como red de seguridad, red de recubrimiento, red de prevención de desprendimientos, red de protección frente a la nieve, red de protección de taludes, red deportiva, red de protección de la costa, red para la vegetación, red de pesca, red de protección para un árbol joven, etc. La red de la invención puede recubrirse con diversas resinas o películas. La red también puede ser multicapa o tener un textil no tejido, una película, o similares, laminados en la misma. A continuación se describirá en el presente documento un método para producir una red tomando como ejemplo una red sin nudos. Sin embargo, siempre que los efectos de la invención no se vean afectados, no se limita al siguiente método.

Se disponen varias fibras en forma de multifilamentos y/o monofilamentos en una finura necesaria para un hilo de red. La finura de un hilo de red de este tipo no está particularmente limitada, y puede cambiarse convenientemente según el uso previsto. El hilo dispuesto se somete a una primera torsión para dar un hilo de primera torsión, a continuación dos de tales hilos de primera torsión se unen entre sí y se someten a una torsión intermedia, y dos de tales hilos de torsión intermedia se unen entre sí y se someten a una segunda torsión para formar un hilo de red, mientras se combinan tales hilos de red entre sí para formar partes de nudos, que a continuación pueden conformarse en una red sin nudos utilizando una máquina de fabricación de redes sin nudos que crea mallas simultáneamente. También puede aplicarse un método en el que se realiza el tricotado utilizando un telar Raschel. Incidentalmente, la red obtenida se somete preferentemente un tratamiento térmico mediante un rameo o similar a una temperatura en el intervalo comprendido entre 60°C y 160°C. Cuando la temperatura del tratamiento térmico es de 160°C o menos, puede obtenerse una red de alta calidad sin la fusión de fibras, mientras que cuando es 60°C o más, puede obtenerse un efecto de termofijación deseado. El intervalo de temperaturas de termofijación es preferentemente de 80°C a 150°C, y aún más preferentemente de 100°C a 140°C. Incidentalmente, la termofijación puede realizarse en el momento del retorcimiento antes de fabricar la red. La tensión aplicada a la red en la termofijación se encuentra preferentemente en el intervalo comprendido aproximadamente entre 0,05 cN/dtex y 2 cN/dtex, por ejemplo. Sin embargo, la tensión no está particularmente limitada a la misma, y, según el uso previsto, puede aplicarse la tensión más adecuada. Un método para medir la tensión puede ser, por ejemplo, un método en el que se utiliza como detector un Tension Pickup (BTB1-R03) fabricado por Eiko Sokki y para la monitorización se utiliza un Tension Meter (HS-3060), fabricado por Eiko Sokki.

Además, con respecto a un método para producir una cuerda, puede utilizarse un método conocido para fabricar la cuerda. Las fibras se unen entre sí y a continuación se someten al proceso de fabricación de hilo y al proceso de fabricación de hebra, y la hebra resultante se transforma en una cuerda utilizando una máquina trenzadora o cerradora. Posteriormente, se realiza preferentemente un proceso de tratamiento térmico a una temperatura en el intervalo comprendido entre 60°C y 160°C con el fin de estabilizar la forma, la calidad y el rendimiento. Cuando la temperatura del tratamiento térmico es de 160°C o menos, puede obtenerse una cuerda de alta calidad sin la fusión de fibras, mientras que cuando es de 60°C o más, puede obtenerse un efecto de termofijación deseado. El intervalo de temperaturas de termofijación es preferentemente de 80°C a 150°C, y aún más preferentemente de 100°C a 140°C.

5 Son posibles diversos métodos para el tratamiento térmico, incluidos acabado con resina, vapor, agua caliente, calor eléctrico, etc. Sin embargo, debido a que el diámetro de la cuerda es generalmente grande, con el fin de tratar térmicamente de manera uniforme el exterior y el interior de la cuerda, resulta preferente utilizar una onda de alta frecuencia que genera calor desde el interior. El método de torsión no está particularmente limitado, y pueden seleccionarse y utilizarse convenientemente los métodos JIS L-2701:1992, JIS L-2703:1992, JIS L-2704:1992, JIS L-2705:1992 y JIS L-2706:1992, por ejemplo. El número de torsiones no está particularmente limitado. Normalmente, por ejemplo, un hilo se somete a primera torsión de 30 a 500 veces/m y preferentemente de 50 a 300 veces/m, y se somete a segunda torsión de 20 a 200 veces/m y preferentemente de 20 a 100 veces/m.

10 La estructura de cuerda puede ser adecuada para el uso previsto. Los ejemplos de la misma incluyen cuerdas torcidas de tres cabos, de cuatro cabos, de seis cabos, de ocho cabos, y cuerdas torcidas similares; de trenzado de diamante, de trenzado tipo sarga, de 12 cabos, 16 cabos, y cordeles trenzados y cuerdas trenzadas similares; y cuerdas con una estructura especial, tal como cuerdas con alma sólida, cuerdas resistentes a las rocas y palangres. Sin embargo, con el fin de hacer un uso máximo de la alta resistencia y el alto módulo de elasticidad de la fibra, resulta preferente seleccionar una con un pequeño número de torsiones. En el momento del retorcimiento o el trenzado, resulta eficaz aplicar un agente de apresto, un aceite y un agente de tratamiento superficial a los filamentos según sea necesario. También es posible llevar a cabo estos tratamientos una vez que se produce la cuerda. Resulta preferente un tratamiento superficial de este tipo, porque esto es eficaz en términos de pérdida de propiedades físicas debido a la fricción y al desgaste entre las fibras que forman la cuerda; el desgaste debido al contacto de la cuerda o las fibras con otros materiales, tales como el metal, durante la producción y el uso de la cuerda; y la alterabilidad a la intemperie. Por lo tanto, puede obtenerse una cuerda. Una cuerda de este tipo resulta adecuada, por ejemplo, como cuerda para barcos, tal como un orinque de boya, un cable de retención, una línea de amarre, un tirante o una cuerda fuerte, o como una cuerda para tierra, tal como una cuerda de escalada, una cuerda "ranger" o una trailla. Sin embargo, la cuerda puede utilizarse sin limitarse a estas aplicaciones.

25 < Productos de cuero artificial >

30 En la producción de un producto de cuero artificial mencionado anteriormente, puede utilizarse como material para el mismo una lámina de tipo cuero que utiliza la fibra de la invención. La lámina de tipo cuero obtenida puede utilizarse para artículos diversos, tales como zapatos, bolsos y maletines de accesorios, y también para diversas aplicaciones en las que se utiliza una lámina de tipo cuero, incluidos materiales de tapicería tales como fundas para sofás, ropa, revestimientos interiores para automóviles, materiales industriales, etc.

35 Una lámina de tipo cuero de este tipo está hecha, por ejemplo, de un textil no tejido que utiliza la fibra de la invención y un elastómero. Específicamente, por ejemplo, puede obtenerse combinando las siguientes etapas.

Es decir, las etapas son:

- 40 (a) una etapa en la que se obtiene una fibra capaz de formar fibras ultrafinas mediante hilatura del compuesto o hilatura de mezcla, seguido de estiramiento, rizado y corte para producir de esa manera algodón en bruto capaz de formar fibras ultrafinas;
- (b) una etapa en la que el algodón en bruto se carda y se somete a napado, según sea necesario, y a continuación se enmaraña para formar un textil no tejido,
- 45 (c) una etapa en la que se disuelven y se eliminan los componentes distintos de los utilizados para el sustrato de una lámina de tipo cuero, o se separan física o químicamente, a partir de las fibras capaces de formar fibras ultrafinas, seguido de división para formar fibras ultrafinas, y, antes y/o después de ello, se aplica un elastómero al textil no tejido y a continuación se coagula/solidifica sustancialmente;
- (d) una etapa en la que se realiza un tratamiento de napado según sea necesario para aumentar la superficie; y
- 50 (e) una etapa en la que se realiza la tintura con un tinte disperso o similar.

En la invención, en términos de mejorar la textura de la lámina de tipo cuero obtenida, resulta preferente que el textil no tejido utilizado como sustrato de la lámina de tipo cuero tenga una finura de fibra individual de 3 dtex o menos, todavía más preferentemente de 2 dtex o menos, y más preferentemente de 1,5 dtex o menos. Resultan especialmente preferentes las denominadas fibras ultrafinas con una finura de 1 dtex o menos.

Además, cuando el componente de fibra que forma la lámina de tipo cuero es principalmente de 0,5 dtex o menos, preferentemente de 0,3 dtex o menos, y más preferentemente de 0,1 dtex o menos, puede mejorarse la suavidad y la sensación como lámina de tipo cuero. En caso de aplicar un tratamiento de napado para formar una lámina de tipo gamuza, también puede conseguirse un aspecto excelente.

60 Como método para obtener tales fibras ultrafinas, puede emplearse un método en el que las fibras ultrafinas deseadas se obtienen directamente o un método en el que se preparan una vez fibras gruesas capaces de formar fibras ultrafinas, seguido de la producción a partir de ellas de fibras ultrafinas. En términos de facilidad de obtención de fibras finas o de suavidad de la lámina de tipo cuero resultante, resulta preferente utilizar el método en el que se preparan una vez fibras gruesas capaces de formar fibras ultrafinas, y a continuación se producen a partir de ellas fibras ultrafinas.

Como método de este tipo, es posible utilizar, por ejemplo, un método en el que una pluralidad de polímeros con diferentes solubilidades se conjugan o someten a hilatura del compuesto para obtener fibras capaces de desarrollar fibras ultrafinas, y a continuación se elimina al menos un tipo de polímero para formar fibras ultrafinas; un método en el que se divide una fibra compuesta separable/divisible; etc.

5

Con respecto a la forma compuesta en la hilatura de una fibra de este tipo capaz de desarrollar fibras ultrafinas, mediante hilatura del compuesto pueden obtenerse una configuración lado a lado, una configuración de laminado multicapa y una configuración del compuesto vaina-alma, en la que los polímeros están en un estado similar al laminado, así como una configuración mar-isla y una configuración vaina-alma de múltiples almas, en la que hay un polímero presente en forma de islas en otro polímero, mientras que mediante hilatura de mezcla puede obtenerse un tipo de mezcla en la que los polímeros se mezclan como una aleación.

10

Con respecto al tipo de polímero a eliminar, resulta preferente un polímero con una viscosidad en estado fundido inferior y una tensión superficial superior a la de los componentes que no se eliminarán en condiciones de hilatura, y resulta satisfactorio un polímero con una descomponibilidad o solubilidad superior a la de los componentes que no se eliminarán y que además tenga una baja compatibilidad con los componentes que no se eliminarán.

15

Los ejemplos de polímeros que se eliminarán incluyen polietileno, poliestireno, copolímeros de polietileno, alcohol polivinílico termoplástico, y polímeros similares. Por ejemplo, el poliestireno puede extraerse fácilmente con tolueno, y el polietileno puede extraerse fácilmente con tricloroetileno o similar. El alcohol polivinílico termoplástico puede eliminarse por descomposición con agua caliente.

20

Por lo tanto, como resultado de tal eliminación por descomposición o extracción de polímeros, puede obtenerse un haz de fibras ultrafinas.

25

El textil no tejido que utiliza fibras capaces de formar fibras ultrafinas puede ser un textil no tejido de fibras discontinuas que utiliza las fibras obtenidas mediante el método de producción de fibras mencionado anteriormente o también puede ser un textil no tejido de filamentos formado directamente después de la hilatura por fusión mediante un proceso de unión por hilatura o similar.

30

En particular, en el caso de un textil no tejido de fibras discontinuas, la producción puede ser de la siguiente manera: se rizan las fibras estiradas para formar algodón en bruto y a continuación se abren por cardado, se forma una banda de fibras mediante un formador de banda, y a continuación se lamina la banda de fibras obtenida en función del espesor y el peso de la lámina de tipo cuero a obtener, seguido de un tratamiento de enmarañado mediante un método conocido, tal como un proceso de punzonado o un proceso de enmarañado hidráulico a alta presión, formando de esta manera un textil no tejido. Como alternativa, también es posible enmarañar tales fibras discontinuas o fibras cortadas con un textil previamente tejido o tricotado utilizando corrientes de agua, agujas, o similares, y utilizar de la tela resultante como textil no tejido.

35

40

Incidentalmente, según sea necesario, puede someterse un textil no tejido producido mediante el método anteriormente indicado a un tratamiento en el que se aplica al mismo un agente de apresto basado en alcohol polivinílico, o se funde la superficie de las fibras integrantes, de manera que las fibras integrantes del textil no tejido se unan entre sí, fijando así temporalmente el textil no tejido. Un tratamiento de este tipo puede evitar la destrucción estructural del textil no tejido debido a la tensión o similar en el posterior proceso de aplicación de un elastómero.

45

Cuando el textil no tejido obtenido se trata térmicamente, las fibras se retraen, por lo que puede mejorarse el aspecto.

50

El método de retracción puede ser un método en el que el textil no tejido se coloca en aire caliente o en agua caliente. Sin embargo, resulta preferente un baño de agua caliente, ya que el calor se transfiere uniformemente dentro del textil no tejido, provocando una retracción uniforme.

55

A continuación, el textil no tejido se impregna con un disolvente para un elastómero y a continuación se seca por calor para producir la gelificación o, como alternativa, después de la impregnación, el textil no tejido se sumerge en un líquido que contiene un no disolvente para que un elastómero provoque la coagulación en húmedo. Como resultado, puede formarse una espuma densa de un elastómero. Los ejemplos de elastómeros para la impregnación incluyen poliuretanos obtenidos por reacción de los siguientes componentes en una relación molar predeterminada y productos modificados de los mismos: al menos un diol polimérico con un peso molecular medio de 500 a 3.000 seleccionado de entre dioles tales como dioles de poliéster, dioles de poliéter y dioles de policarbonato, dioles compuestos, tales como dioles de poliéster-poliéter, y similares; al menos un diisocianato seleccionado de entre diisocianatos aromáticos, diisocianatos alicíclicos y diisocianatos alifáticos tales como diisocianato de 4,4'-difenilmetano, diisocianato de isoforona y diisocianato de hexametileno, etc.; y al menos un compuesto de bajo peso molecular con al menos dos átomos de hidrógeno activos (prolongadores de cadena), tales como etilenglicol e isoforondiamina. Además, también se mencionan elastómeros tales como elastómeros de

60

65

poliéster y copolímeros de bloque de estireno-isopreno hidrogenados, acrílico y otras resinas, y similares. También son útiles las composiciones obtenidas mezclándolos.

5 De los elastómeros anteriormente indicados, resultan más preferentes los poliuretanos que utilizan un diol de poliéster y elastómeros de poliéster éster-éster, y resultan todavía más preferentes los poliuretanos que utilizan polietileno propileno adipato glicol y polietileno adipato glicol, así como los elastómeros de poliéster que contienen tereftalato de polibutileno y diol de policaprolactona.

10 En términos de suavidad, recuperación elástica, propiedades de formación de esponja, durabilidad, y similares, se utilizan preferentemente los poliuretanos anteriormente indicados.

15 Se impregna un textil no tejido con un elastómero líquido obtenido por disolución o dispersión de un elastómero de este tipo en un disolvente o un dispersante. A continuación, se trata el textil no tejido con un no disolvente para que la resina provoque la coagulación en húmedo, formando así una esponja, o se seca por calor directamente para provocar la gelificación, formando así una esponja; la lámina se obtiene mediante un método de este tipo.

20 Según sea necesario, pueden incorporarse en el elastómero líquido aditivos tales como colorantes, reguladores de la coagulación, antioxidantes y dispersantes.

La proporción de elastómero es, como sólidos, el 10% en peso o más, preferentemente en el intervalo comprendido entre el 30% y el 50% en peso, en base al peso total de la lámina. Cuando la proporción de elastómero es inferior al 10% en peso, es probable que esto haga que se salgan las fibras que forman el textil no tejido.

25 En el caso en el que se utiliza como fibra una fibra formadora de fibras ultrafinas, puede someterse una lámina impregnada con el elastómero a un tratamiento de extracción o un tratamiento de separación/división para formar las fibras ultrafinas, o también es posible formar fibras ultrafinas antes de impregnar la lámina con el elastómero. Sin embargo, en términos de manejo, resulta preferente formar las fibras ultrafinas después de o en el momento en que la lámina se impregna con el elastómero.

30 En la invención, mullendo la superficie de la lámina de tipo cuero, puede obtenerse un cuero artificial tipo ante. Como método para el mullido, puede emplearse un método en el que la superficie se pule con papel de lija, guarniciones de cardas, o similares.

35 También es posible formar una denominada lámina de tipo cuero granulada que tiene una capa flor en su superficie. Como métodos para la formación de una capa flor de este tipo, se conoce un método en el que se aplica un recubrimiento de una resina líquida para una capa flor a una lámina hecha de un textil no tejido impregnado con un elastómero, a continuación se seca, y se gofra, y también se conoce un método de papel antiadherente, en el que un recubrimiento de capa de resina para una capa flor se aplica por separado sobre un papel antiadherente se fija a una lámina hecha de un textil no tejido impregnado con un elastómero mediante una capa de adhesión de resina de poliuretano medio seca. Puede emplearse cualquiera de ellos.

40 La lámina de tipo cuero de la invención puede teñirse con un tinte disperso. Debido a su resistencia a la hidrólisis mejorada, la lámina de tipo cuero puede teñirse incluso en condiciones de alta temperatura, y también puede teñirse de un color intenso.

<Hilo texturizado>

50 En caso de producirse un hilo texturizado por falsa torsión, por ejemplo, como el hilo texturizado mencionado anteriormente, la fibra (hilo crudo) puede someterse a texturizado por falsa torsión. Se trata térmicamente un hilo crudo (normalmente un hilo no estirado) mientras se retuerce, a continuación se enfría en el estado retorcido para fijar la estructura, y, posteriormente se elimina el retorcimiento, con lo cual puede conseguirse un hilo por falso retorcimiento. Normalmente, los hilos crudos se alimentan continuamente y se texturizan por falsa torsión. Tras el texturizado por falsa torsión, las fibras se rizan, con lo que pueden conferirse voluminosidad y extensibilidad.

55 En caso de producirse como hilo texturizado un hilo enmarañado, por ejemplo, puede emplearse cualquier técnica para enmarañar un hilo crudo. Normalmente, puede emplearse el enmarañado mediante fluido, en el que se aplica un fluido a un hilo crudo (multifilamento) para enmarañar el hilo. El hilo crudo se alimenta normalmente de manera continua y se somete a enmarañado mediante fluido.

60 En este caso, el estado enmarañado se puede variar dependiendo del tipo de fluido a aplicar, la posición de la aplicación del fluido al hilo crudo, el ángulo de aplicación, la cantidad aplicada y el tiempo de aplicación, así como la relación entre la velocidad de alimentación del hilo crudo y la posición de aplicación. Por lo tanto, es posible enmarañar el hilo de tal manera que las fibras individuales que forman un multifilamento se crucen entre sí en diversas posiciones dentro del multifilamento, mejorando así las propiedades de formación de haz del multifilamento.

También es posible que, como un denominado hilo "Taslan", algunas de las fibras individuales que forman un multifilamento formen bucles en la superficie del multifilamento a lo largo de la dirección longitudinal del multifilamento, mejorando así el diseño y la voluminosidad.

5 En caso de producirse como hilo texturizado un hilo retorcido, puede obtenerse un hilo de este tipo retorciendo un hilo crudo (normalmente un hilo estirado, multifilamento). Aunque el retorcimiento se realiza normalmente de forma continua, siempre que pueda conseguirse el objeto de la invención, es útil cualquiera de los métodos conocidos. Retorciendo el hilo, puede mejorarse la manejabilidad.

10 En caso de producirse como hilo texturizado un hilo grueso y fino alternativo, los métodos útiles son un método en el que cuando un hilo crudo (hilo no estirado) se somete continuamente a un proceso de estiramiento, se modifican las condiciones de estiramiento (temperatura, tensión, etc.), estirando así el hilo de manera no uniforme (estiramiento parcial); un método en el que un filamento para formar porciones gruesas y finas se enrolla alrededor de un filamento que hace de alma con distintos espaciamientos; y un método en el que un filamento que hace de alma y un filamento para formar porciones gruesas y finas se enmarañan constantemente o al azar mientras se sobrealimenta. Aunque este proceso se realiza normalmente de forma continua, siempre que pueda conseguirse el objeto de la invención, es aplicable cualquiera de los métodos conocidos. Mediante la formación de un hilo grueso y fino alternativo, en particular, puede mejorarse el diseño.

20 En caso de producirse como hilo texturizado un hilo filamentoso combinado, puede obtenerse un hilo de este tipo uniendo entre sí al menos dos tipos de filamentos con diferentes propiedades.

25 Además de los hilos texturizados mencionados anteriormente, por ejemplo, siempre que puedan conseguirse los efectos de la invención, puede emplearse cualquier hilo, y también puede emplearse cualquier método de texturizado conocido.

Según sea necesario, también es posible combinar estos procesos de texturizado. Por ejemplo, cuando se combinan, enmarañan y a continuación se tratan térmicamente dos tipos de filamentos con diferentes termorretracciones, puede obtenerse un hilo voluminoso sin el proceso de texturizado por falsa torsión.

30 <Tratamiento de tintura >

35 Además, la estructura de fibra (o fibra) puede someterse a un tratamiento de tintura. El tratamiento de tintura no está particularmente limitado, y puede ser un tratamiento de tintura que utiliza un tinte disperso corriente. Por ejemplo, en caso de que la estructura de fibra contenga una fibra de poliéster aromático, tal como una fibra de tereftalato de polietileno, el tratamiento de tintura puede realizarse a una temperatura de 120°C o más (preferentemente de 120°C a 135°C) durante 20 a 40 minutos utilizando una solución acuosa de tinte que contiene, además de un tinte disperso, un agente de tinción uniforme, un ajustador de pH, y similares. Los ejemplos preferentes de tintes utilizados para la tintura incluyen, pero no se limitan particularmente a, tintes dispersos azoicos que tienen una excelente solidez al lavado. En particular, como tintes dispersos fácilmente descomponibles en el líquido de tratamiento de aclaramiento que se menciona más adelante, resultan preferentes tintes dispersos que contienen un grupo diéster y tintes dispersos azoicos, particularmente un tipo tiazol y un tipo tiofeno, pero los tintes no están particularmente limitados a los mismos. Además, también se mencionan tintes dispersos de antraquinona, tintes dispersos de tipo benzodifuranona, tintes dispersos con un grupo alquilamina, y similares.

45 En la estructura de fibra de la invención, cuando el valor de claridad L^* es de 40 a 90 y el valor de croma C^* es de 40 a 80, esto da como resultado una alta croma con excelentes propiedades de formación de colores vivos. Por lo tanto, una estructura de fibra de este tipo es especialmente adecuada para aplicaciones a prendas de alto valor añadido, tal como vestidos de mujer y vestidos de noche.

50 Puede obtenerse una estructura de fibra que cumpla con los requisitos anteriormente indicados tiñendo la estructura de fibra de la invención con un tinte disperso a una concentración de tinte del 0,1% al 20% owf. El tinte en el presente documento se refiere a un tinte que da un valor de croma C^* de 40 a 80 en la tintura, y puede ser cualquier tinte, siempre que el valor de croma C^* de la estructura de fibra resultante sea de 40 a 80.

55 Cuando la concentración de tinte es inferior al 0,1% owf, no puede obtenerse una estructura de fibra con alta croma que tenga un valor de claridad L^* de 40 a 80. Mientras, incluso cuando se aumenta la concentración de tinte, el efecto de tintura de color intenso está saturado. Por lo tanto, desde el punto de vista económico, la concentración puede ser 20% owf o menos.

60 Con respecto a la temperatura de tintura, aunque ésta cambia dependiendo del compuesto polimérico objetivo, en el caso de un poliéster corriente, por ejemplo, cuando la temperatura es inferior a 70°C, la difusión del tinte en las fibras puede ser insuficiente, por lo que no puede conseguirse la formación de color hasta un valor L^* de 40 a 80, mientras que cuando la temperatura es demasiado alta, esto puede provocar una disminución de la resistencia de la fibra. Por lo tanto, en términos de buenas propiedades de tintura, la temperatura de tintura puede

65

ser de 70°C a 130°C. Específicamente, la temperatura depende del compuesto polimérico objetivo, pero puede seleccionarse convenientemente desde el punto de vista anteriormente indicado.

5 Dependiendo del compuesto polimérico objetivo, antes de la tintura, según sea necesario, puede realizarse el lavado industrial en condiciones débilmente alcalinas a temperaturas de 50°C a 100°C y/o la reducción de peso en condiciones alcalinas a temperaturas de 50°C a 100°C. Después de la tintura, según sea necesario, también puede realizarse el aclaramiento por reducción en condiciones débilmente alcalinas en presencia de un agente reductor. Además, con el fin de mejorar las propiedades cromógenas o conferir otras funciones, también puede aplicarse un recubrimiento de resina conocido.

10 Cuando, como estructura de fibra, el valor de claridad L^* es inferior a 40 y el valor de croma C^* es inferior a 40, la estructura de fibra tiene excelentes propiedades de color intenso. Por lo tanto, una estructura de fibra de este tipo es especialmente adecuada para aplicaciones a vestidos de noche negros, uniformes escolares y vestimenta japonesa, por ejemplo. En particular, un valor L^* de 12 o menos da un color negruzco intenso, permitiendo aplicaciones para vestidos de noche negros, y por lo tanto resulta especialmente preferente. Incidentalmente, un valor L^* inferior a 20 puede ser difícil de conseguir cuando la tintura se realiza a la denominada presión normal. Sin embargo, puede tratarse un caso de este tipo mediante tintura a alta presión.

15 Pueden obtenerse una estructura de fibra que cumpla con los requisitos anteriormente indicados tiñendo una estructura de fibra con un tinte disperso a una concentración de tinte del 0,1% al 30% owf.

20 El tinte del presente documento se refiere a un tinte que da un valor de croma C^* inferior a 40 en la tintura, y puede ser un tinte que contenga uno o más tipos de tintes, siempre que el valor de croma C^* de la estructura de fibra resultante sea inferior a 40.

25 Cuando la concentración de tinte es inferior al 0,1% owf, no puede conseguirse la formación de un color intenso con una valor de claridad L^* inferior a 40. Mientras, incluso cuando se aumenta la concentración de tinte, el efecto de tintura de color intenso está saturado. Por lo tanto, desde un punto de vista económico, la concentración puede ser 30% owf o menos.

30 Con respecto a la temperatura de tintura, aunque ésta cambia dependiendo del compuesto polimérico objetivo, en el caso de un poliéster corriente, por ejemplo, cuando la temperatura es inferior a 70°C, la difusión del tinte en las fibras puede ser insuficiente, por lo que no puede conseguirse la formación de un color intenso con un valor L^* inferior a 40, mientras que cuando la temperatura es demasiado alta, esto puede provocar una disminución de la resistencia de la fibra. Por lo tanto, en términos de buenas propiedades de tintura, la temperatura de tintura puede ser de 70°C a 130°C. Específicamente, la temperatura depende del compuesto polimérico objetivo, pero puede seleccionarse convenientemente desde el punto de vista anteriormente indicado.

35 Dependiendo del polímero objetivo, antes de la tintura, según sea necesario, puede realizarse el lavado industrial en condiciones débilmente alcalinas a temperaturas de 50°C a 100°C y/o la reducción de peso en condiciones alcalinas a temperaturas de 50°C a 100°C. Después de la tintura, según sea necesario, también puede realizarse el aclaramiento por reducción en condiciones débilmente alcalinas en presencia de un agente reductor. Además, con el fin de mejorar las propiedades cromógenas o conferir otras funciones, también puede aplicarse un recubrimiento de resina conocido.

40 En caso de realizar un tratamiento de aclaramiento por reducción después del tratamiento de tintura mencionado anteriormente, resulta preferente realizar el tratamiento de aclaramiento de reducción en un baño reductor de pH 8 a 2. En la zona alcalina de pH 8 o superior, el polímero contenido en la fibra puede hidrolizarse, provocando una disminución de la resistencia de la fibra. Los ejemplos de agentes reductores incluyen agentes reductores a base de estaño, Rongalite C, Rongalite Z, cloruro de estaño, agentes reductores a base de sulfina, e hidrosulfito. El agente reductor se utiliza preferentemente a una concentración de 1 g/l a 10 g/l. La concentración puede seleccionarse dependiendo del tipo de tinte utilizado, la concentración de tinción y la temperatura del baño reductor. La temperatura de tratamiento del baño reductor no está particularmente limitada, pero se encuentra preferentemente en el intervalo comprendido entre 60°C y 98°C. El tiempo de tratamiento es preferentemente de 10 a 40 minutos.

45 Además, en el momento del tratamiento en el baño reductor, es posible utilizar, como agentes de hinchamiento de fibra, transportadores comúnmente utilizados tales como transportadores a base de clorobenceno, transportadores a base de metilnaftaleno, transportadores a base de ortofenilfenol, transportadores a base de éter aromático y transportadores a base de éster aromático. Los ejemplos de tales agentes de hinchamiento de fibra incluyen, pero no se limitan a, alquilaril éteres de polioxietileno, alquilaminas de polioxietileno, éteres alquilfenólicos de polioxietileno, éteres alquílicos de polioxietileno, éteres alquilamínicos de polioxietileno, cloruros de alquilbencil amonio de polioxietileno y cloruros de alquípicolinio, que se espera tengan afinidad por las fibras.

60 Cuando el tratamiento de aclaramiento por reducción se realiza en un medio débilmente alcalino hasta la región ácida de pH 8 o inferior, en el momento del tratamiento de aclaramiento por reducción, puede reducirse el

65

exceso de tinte en la porción superficial de la fibra y descomponerse sin la hidrólisis del polímero formador de fibra, y la estructura de fibra obtenida puede hacer de estructura de fibra con una excelente solidez del color, cuya resistencia de la fibra no disminuye mucho en un entorno de calor húmedo. Por ejemplo, resulta preferente que después que la estructura de fibra se haya sometido a tintura y el tratamiento de reducción se trate durante una semana en un entorno con una temperatura de 70°C y un 90% de humedad relativa, la resistencia de fibra de las fibras contenidas en el estructura de fibra sea de 0,5 cN/dtex o más (más preferentemente de 3 a 10 cN/dtex) (en caso de seleccionarse como polímero ácido poliláctico). También resulta preferente que la estructura de fibra teñida tenga una solidez al lavado de Clase 3 o superior, medida por el método AATCC IIA (Asociación Americana de Químicos y Coloristas Textiles).

Además, al teñir la estructura de fibra de la invención, también es posible que en lugar del tinte disperso anteriormente indicado, se reticule un dispersante polimérico en una dispersión de pigmento utilizando un agente de reticulación en el momento de la coloración, uniendo así el pigmento sobre las fibras.

Es decir, se utiliza una composición colorante que contiene una dispersión de pigmento y un agente de reticulación, conteniendo la dispersión de pigmento un pigmento con un tamaño medio de partícula de 0,1 µm a 0,5 µm, un dispersante polimérico con un grupo hidrófobo y un grupo iónico como componentes esenciales, y un medio acuoso. La composición se somete a una reacción de reticulación entre el dispersante polimérico y el agente de reticulación en el momento de la coloración, uniendo así el pigmento sobre la estructura de fibra para conseguir la coloración. Se va a utilizar una composición colorante que tiene dispersados y mezclados en ella estos componentes.

La composición colorante se caracteriza porque se incorporan una dispersión de pigmento que contiene un pigmento y un dispersante polimérico como ingredientes activos y un agente de reticulación.

La dispersión de pigmento se produce a partir de (1) un pigmento (a), (2) un dispersante polimérico (b), y (3) un medio acuoso (c). En términos de la textura de las fibras tras la unión del pigmento a las mismas, etc., resulta preferente que el pigmento tenga un tamaño medio de partícula de 0,1 µm a 0,5 µm. El pigmento utilizado para la dispersión puede ser un pigmento orgánico o un pigmento inorgánico, y resulta útil cualquier pigmento que pueda utilizarse como colorante para productos textiles.

Los ejemplos de pigmentos útiles incluyen, pero no se limitan necesariamente a, negro de humo, pigmentos de negro de hierro, y similares, como pigmentos negros; pigmentos de quinacridona, pigmentos de Cromofthal, pigmentos azoicos, pigmentos de dicetopirrololpirrol, pigmentos de antraquinona, y similares, como pigmentos rojos; pigmentos azoicos, pigmentos de imidazolona, pigmentos de amarillo titanio, y similares, como pigmentos amarillos; pigmentos de indantreno, pigmentos azoicos, y similares, como pigmentos naranja; pigmentos de ftalocianina, azul de ultramar, azul de hierro, y similares, como pigmentos azules; pigmentos de ftalocianina, y similares, como pigmentos verdes; pigmentos de dioxazina, pigmento de quinacridona, y similares, como pigmentos púrpura; y óxido de titanio, silicato de aluminio, óxido de silicio, y similares, como pigmentos blancos.

Además, el dispersante polimérico es un dispersante polimérico que tiene un grupo hidrófobo y un grupo iónico como componentes esenciales, y sirve para mejorar la dispersabilidad del pigmento. Además, en el momento de la coloración, el dispersante polimérico es reticulado por la acción del agente de reticulación, que realiza la función de aglutinante.

El dispersante polimérico tiene, como componentes esenciales, un grupo hidrófobo (una sustancia no polar eléctricamente neutra con baja afinidad por el agua) y un grupo iónico (una sustancia polar eléctricamente iónica, con alta afinidad por el agua). El dispersante polimérico puede tener una estructura lineal o ramificada, y también puede tener una estructura aleatoria, alternada, periódica o de bloque. También puede ser un polímero de injerto con estructuras de cadena principal y de ramificación diseñadas. Incidentalmente, cuando el dispersante polimérico se incorpora en el medio acuoso, puede utilizarse en forma de solución acuosa, dispersión o emulsión.

El dispersante polimérico puede producirse por copolimerización de un monómero que contiene un grupo hidrófobo y un monómero que contiene un grupo iónico. Incidentalmente, cada monómero puede utilizarse en solitario, y también es posible utilizar dos o más tipos. Los ejemplos de monómeros que contienen un grupo hidrófobo incluyen monómeros vinílicos, tales como monómeros de estireno, (met)acrilato que contiene un grupo felino, alquilésteres del ácido (met)acrílico, alquil vinil éteres, y (met)acrilonitrilo; monómeros de vinilo que contienen un grupo uretano formados a partir de un poliisocianato y un poliol o una poliamina, etc.; monómeros de vinilo que contienen un grupo epoxi formados a partir de epiclorhidrina y bisfenol, etc.; monómeros de vinilo que contienen un grupo éster formados a partir de monómeros tales como un ácido policarboxílico y un polialcohol, etc.; y monómeros de vinilo que contienen un grupo silicona formados a partir de organopolisiloxano, etc.

Los grupos iónicos incluyen grupos aniónicos y grupos catiónicos, y los monómeros que proporcionan tales grupos iónicos son los siguientes. En el caso de grupos aniónicos, los ejemplos de monómeros incluyen monómeros de ácido carboxílico insaturados, tales como ácido (met)acrílico, ácido crotónico, ácido sórbico, ácido maleico, ácido fumárico, ácido itacónico, ésteres monoalquílicos de ácidos dicarboxílicos insaturados, y anhídridos y sales de los

5 mismos; monómeros de ácido sulfónico insaturados, tales como ácido estirenosulfónico, ácido vinilsulfónico, ácido 2-acrilamido-2-metilpropanosulfónico, ésteres de ácido sulfúrico de 2-hidroxialquilo (met)acrilatos, y sales de los mismos; y monómeros de ácido fosfórico insaturados, tales como ácido vinil fosfónico, éster del ácido fosfórico de hidroxialquil (met)acrilatos (C₂₋₆), y (met)acrilatos del ácido alquilsulfónico. Los ejemplos de monómeros que

10 contienen un grupo catiónico incluyen monómeros que contienen amina insaturada, tales como vinilamina, alilamina, vinilpiridina, metil vinil piridina, N,N-dialquilamino estirenos, N,N-dialquilamino alquil (met)acrilatos y dialquilamino etil vinil éteres, y monómeros insaturados que contienen sal de amonio obtenidos por cuaternización de los monómeros insaturados que contienen amina terciaria anteriormente indicados con un agente de cuaternización.

15 Como método para formar un dispersante polimérico, además del método de copolimerización anteriormente indicado, también es posible emplear, por ejemplo, un método en el que un monómero que contiene un grupo formador de uretano, que tiene un grupo iónico previamente introducido en el mismo, se somete a polimerización de uretano, o en el que un monómero que contiene un grupo formador de epoxi, que tiene un grupo iónico previamente introducido en el mismo, se somete a polimerización epoxídica, etc.

20 También es posible formar un polímero como cadena principal por polimerización, y a continuación introducir los grupos iónicos deseados como ramificaciones para formar un polímero de injerto, formando así el dispersante polimérico de la invención.

25 Adicionalmente, además de grupos hidrófobos y grupos iónicos como componentes esenciales, el dispersante polimérico de la invención también puede contener otros componentes. Por ejemplo, pueden utilizarse como monómeros para la copolimerización óxidos de polietileno no iónicos que tienen un grupo hidroxilo o un grupo amida, monómeros que contienen un polioli o un éster de hidroxialquilo, acrilamidas, acrilatos de hidroxialquilo, acetato de vinilo, alcohol vinílico, N-etilmetacrilamida, N-isopropilacrilamida, N-vinil pirrolidona, y similares.

30 Como medio acuoso, puede utilizarse agua, un disolvente orgánico soluble en agua, o similares. Los ejemplos de disolventes orgánicos solubles en agua incluyen metanol, etanol, n-propanol, isopropanol, n-butanol, isobutanol, terc-butanol, trimetilpropano, etilenglicol, dietilenglicol, trietilenglicol, polietilenglicol, propilenglicol, butilenglicol, 1,2,6-hexanotriol, tioglicol, hexilenglicol, glicerol, diglicerol, 2-pirrolidona, N-metil-2-pirrolidona, 1,5-pentanodiol, monoetil éter de etilenglicol y monobutil éter de etilenglicol.

35 Con respecto a la dispersión de pigmento, se mezclan el medio acuoso, el dispersante polimérico y el pigmento anteriormente indicados y se tratan en un molino de dispersión utilizando perlas de vidrio, perlas de óxido de circonio, perlas de óxido de titanio, y similares, con lo que puede obtenerse la dispersión de pigmento. Un tamaño medio de partícula de 0,1 µm a 0,5 µm conduce a una excelente concentración, viveza y solidez del color, y por lo tanto resulta preferente. Cuando el tamaño medio de partícula es inferior a 0,1 µm, se necesita un largo período de tiempo para finalizar la dispersión, generando posiblemente un problema operativo debido a la agregación del pigmento o un problema de disminución de la concentración de color. Cuando el tamaño medio de partícula es de 0,5 µm o más, esto conduce a una baja concentración de color, lo que da como resultado un colorante con menos viveza, y, además, el textil coloreado tiene poca solidez. Por lo tanto, no resulta deseable.

40 Pueden añadirse a una dispersión de pigmento de este tipo, como humectantes, disolventes de glicol tales como etilenglicol, propilenglicol, dietilenglicol, glicerina, y polietilenglicol, urea, ácido hialurónico, sacarosa, y similares, según sea necesario.

45 Además también pueden añadirse a la misma, como adyuvantes de dispersión, tensioactivos no iónicos y tensioactivos aniónicos, pero estos tensioactivos disminuyen el rendimiento como dispersión de pigmento de la invención. Por lo tanto, no resulta deseable incorporar grandes cantidades.

50 Un agente de reticulación reticula grupos iónicos del dispersante polimérico que tiene, como dispersante de pigmento, grupo hidrófobo y grupos iónicos. Como resultado, los grupos iónicos hidrófilos se protegen terminalmente, por lo que el dispersante polimérico se convierte en un polímero de tipo resina altamente insoluble en agua, que realiza la función de aglutinante para el pigmento.

55 Los agentes de reticulación no están particularmente limitados, siempre que sean compuestos de oxazolona, compuestos de isocianato, compuestos de isocianato bloqueado, compuestos de resina epoxi, compuestos de etilenurea, compuestos de etilenimina, compuestos de melamina, compuestos de dihidrazida de ácido orgánicos, y compuestos que contienen grupos de reticulación que tienen diacetona acrilamida, una carbodiimida, y un agente de acoplamiento de silano. Pueden utilizarse juntos varios agentes de reticulación.

60 Incidentalmente, debido a su reactividad, un agente de reticulación promueve gradualmente el curado de una tinta de color, y es necesario tener en cuenta la denominada vida útil; por lo tanto, un agente de reticulación se incorpora inmediatamente antes de la coloración. Sin embargo, un agente de reticulación con su grupo funcional bloqueado o protegido no promueve el curado de la tinta, y por lo tanto puede incorporarse con antelación en el reductor que se menciona más adelante y utilizarse.

65

Una tinta de color es una tinta para colorear fibras, y puede obtenerse incorporando la composición colorante mencionada anteriormente con el reductor que se menciona más adelante. Por razones de viscosidad o concentración de pigmento, las fibras no pueden colorearse directamente utilizando la composición colorante. Por lo tanto, la composición colorante se diluye de manera arbitraria con un reductor que tenga una viscosidad apropiada para el método de procesamiento, y se utiliza como tinta de color con una concentración de pigmento adecuada para el método de procesamiento.

El reductor en la invención se refiere a un diluyente acuoso. Son útiles los reductores de trementina que contienen trementina y los reductores sin trementina que no contienen trementina.

Un reductor de trementina es una pasta obtenida por emulsificación de agua y trementina con un tensioactivo no iónico. Cambiando el tipo de tensioactivo no iónico y cambiando también la relación entre agua y trementina, pueden proporcionarse reductores con diversas propiedades de viscosidad y viscosidades apropiadas para el método de procesamiento.

Como reductor sin trementina, es posible utilizar una solución acuosa de un espesante soluble en agua, tal como carboximetil celulosa, hidroxietil celulosa, metil celulosa, o algina, o también es posible utilizar una pasta obtenida diluyendo de manera arbitraria una resina acrílica reticulada soluble en álcali, un polímero de ácido acrílico espesado mediante álcali, o similar, con agua. Dependiendo de sus tipos o concentraciones, pueden proporcionarse reductores con diversas propiedades de viscosidad y viscosidades. En términos de solidez de una tela coloreada, resulta preferente aplicar no un espesante soluble en agua, sino un espesante de tipo resina a un reductor sin trementina.

La viscosidad y las propiedades de viscosidad de la tinta de color deben ajustarse según el método de procesamiento. Aproximadamente, en el caso de un método de fulardado se utiliza una tinta ajustada de 100 mPa/s a 1.000 mPa/s, en el caso del estampado por rodillos se utiliza una tinta ajustada de 1.000 mPa/s a 5.000 mPa/s, en el caso de la serigrafía se utiliza una tinta ajustada de 3.000 mPa/s a 100.000 mPa/s, y en el caso del recubrimiento con cuchilla se utiliza una tinta ajustada de 1.000 mPa/s a 5.000 mPa/s. Normalmente, esta viscosidad se consigue ajustando previamente la viscosidad del reductor.

La cantidad de la composición colorante en la tinta de color depende de la concentración de pigmento de la composición colorante o la concentración deseada de tinta, pero es preferentemente del 0,1% al 20% en peso. Además, pueden incorporarse convenientemente en la tinta de color aglutinantes, humectantes, plastificantes, otros aditivos, y similares. Para tal incorporación, puede mezclarse previamente un aditivo con el reductor o añadirse más tarde a la tinta de color.

Los ejemplos de métodos de coloración para colorear la estructura de fibra incluyen un método de fulardado en el que las fibras se sumergen en la tinta de color y se aprietan con un mangle o similar, seguido de secado para unir el pigmento, un método de estampado por rodillos en el que se aplica la tinta de color sobre las fibras utilizando una plancha de impresión intaglio, seguido de secado para unir el pigmento, y un método de serigrafía en el que la tinta de color se stampa sobre las fibras utilizando una placa de serigrafía, seguido de secado para unir el pigmento.

Incidentalmente, los ejemplos de máquinas de procesamiento para el método de serigrafía incluyen una máquina de serigrafía automática, una máquina de serigrafía manual, una máquina rotativa de estampado, una máquina de estampado automática circular y una máquina de estampado automática elíptica.

Los métodos de coloración también incluyen un método de recubrimiento en el que se aplica un recubrimiento de la tinta de color sobre la totalidad de las fibras, seguido de secado para unir el pigmento. Los ejemplos de máquinas de recubrimiento son recubridoras de cuchilla, recubridoras de varilla, recubridoras de tipo Comma, etc. Los métodos de coloración también incluyen un método de tintura por agotamiento en el que las fibras de celulosa se tratan previamente con un agente cationizante, y a continuación se deja que adsorban iónicamente la dispersión de pigmento de la invención. Como máquina de tintura, es posible utilizar una máquina de tintura de paletas, una máquina de tintura de tambor, una máquina de tintura de torniquete, una máquina de tintura a chorro, o similares.

Incidentalmente, el método de coloración no se limita a los mencionados como ejemplos, y cualquier método es aplicable siempre que el método sea capaz de colorear las fibras con la composición colorante de la invención.

En una tela coloreada obtenido por coloración de las fibras con la tinta de color, el dispersante polimérico en la composición colorante se reticula y se cura con el agente de reticulación. Después de secar la tela coloreada, aunque la reacción de reticulación avanza gradualmente incluso a temperatura ambiente, resulta preferente tratar térmicamente la tela coloreada con el fin de promover adicionalmente la reticulación y el curado. Normalmente, el fin puede conseguirse mediante un tratamiento térmico de 100°C a 180°C durante 3 a 10 minutos.

Además, como post-tratamiento, puede realizarse un tratamiento de fulardado para aplicar un agente de post-tratamiento sobre toda la superficie de la tela coloreada, con lo que puede obtenerse una tela coloreada con una textura con suavidad y solidez mejoradas (en particular, solidez a la fricción).

5 Los ejemplos de agentes de post-tratamiento para el suavizado incluyen tensioactivos catiónicos/aniónicos/no iónicos, aceite de dimetil silicona, aceite de amino silicona, aceite de silicona modificado con carboxilo, aceite de silicona modificado con hidroxilo, ácido graso, amida del ácidos grasos, aceite mineral, aceite vegetal, aceite animal, y plastificantes. Los ejemplos de agentes de post-tratamiento para mejorar la capacidad de deslizamiento sobre la superficie de las fibras coloreadas incluyen jabón metálico, cera de parafina, cera de carnauba, cera microcristalina, aceite de dimetil silicona, aceite de amino silicona, aceite de silicona modificado con carboxilo y aceite de silicona modificado con hidroxilo.

15 En el tratamiento de fulardado, se sumerge una tela coloreada en un agente de post-tratamiento de este tipo emulsionado por agitación con un mezclador, emulsionado térmicamente o dispersado en un disolvente acuoso, y a continuación se aprieta la tela coloreada con un mangle o similar, se seca y se trata térmicamente. Cuando se incorpora una pequeña cantidad de una emulsión de resina en el agente de post-tratamiento como aglutinante, puede mejorarse la solidez a la fricción de la tela coloreada. La emulsión de resina que se incorpora como aglutinante no está particularmente limitado, y puede ser una emulsión de resina de éster de ácido acrílico, una emulsión de resina de uretano, una emulsión de resina EVA, una emulsión de resina de silicona/acrílica, una emulsión de resina de poliéster, o similares. Con el fin de proporcionar a la tela coloreada una textura suave, resulta preferente que estas emulsiones de resina tengan una temperatura de transición vítrea de 0°C o menos.

25 La estructura de fibra teñida así obtenida es una estructura de fibra con excelente solidez del color, cuya resistencia de la fibra no disminuye mucho en un ambiente de calor húmedo. En ese caso, resulta preferente que después de tratar la estructura de fibra teñida durante una semana en un entorno con una temperatura de 70°C y un 90% de humedad relativa, la resistencia de fibra de las fibras de ácido poliláctico contenidas en la estructura de fibra sea 0,5 cN/dtex (0,5 g/dtex) o más (más preferentemente de 2,9 cN/dtex a 9,8 cN/dtex (de 3 g/dtex a 10 g/dtex). También resulta preferente que el color de la estructura de fibra teñida sea tan intenso como un valor del índice de claridad L* de 80 o menos, porque esto permite que se manifieste aún más el efecto de tintura. También resulta preferente que la estructura de fibra teñida tenga una solidez al lavado de Clase 3 o superior, medida mediante el método AATCC IIA.

35 La tintura con el tinte disperso mencionado anteriormente puede combinarse con el método de coloración anteriormente indicado. El método de coloración puede aplicarse después de la tintura con el tinte disperso.

<Uso combinado con otras fibras>

40 La estructura de fibra también puede ser, por ejemplo, un producto de combinación con fibras hechas de un compuesto polimérico diferente que contiene un compuesto de carbodiimida cíclico, o con fibras distintas de las fibras hechas de la composición de la invención, incluidas fibras naturales tales como algodón, seda, cáñamo y lana, fibras regeneradas tales como rayón y acetato, y fibras hechas de un compuesto polimérico que no contiene compuesto de carbodiimida cíclico. Los ejemplos de modos de uso combinado incluyen diversas combinaciones con una estructura de fibra hecha de un tipo diferente de fibra, así como hilos filamentosos combinados, hilos de falsa torsión compuestos, hilos por hilatura de mezcla, hilos compuestos filamentosos y discontinuos, hilos texturizados mediante fluido, hilos de recubrimiento, hilos por torcimiento, tejidos por tejeduría combinada, tejidos por tricotado combinado, tejidos aterciopelados, guata de mezcla de algodón, textiles no tejidos mezclados hechos de filamentos y fibras discontinuas, y fieltros, que contienen otras fibras.

50 En particular, cuando se selecciona como fibra de la invención una fibra de ácido poliláctico y se selecciona como la otra fibra una fibra de seda, una estructura de fibra de este tipo hecha de una fibra de ácido poliláctico y una fibra de seda permite que la fibra de seda y la fibra de ácido poliláctico realcen o complementen entre sí sus características, y por lo tanto puede mencionarse como combinación preferente para un uso combinado.

55 Los ejemplos específicos de las mismas incluyen tejidos, tejidos de punto, textiles no tejidos, otros tejidos, productos de costura hechos de los mismos, e hilos compuestos tales como hilos doblados, hilos filamentosos combinados, hilos enmarañados de filamentos combinados e hilos texturizados por falsa torsión compuestos. La relación de combinación puede ser tal que la relación ponderal entre las fibras de seda y las fibras de ácido poliláctico sea de aproximadamente (10:90) a (90:10). Resulta especialmente preferente una relación de (20:80) a (80:20).

60 Como ejemplo del modo de uso combinado de las fibras de seda con fibras de ácido poliláctico en una estructura de fibra, en el caso de un textil tejido hecho de hilos de urdimbre y de trama, es posible utilizar las fibras de seda para una o ambas de la urdimbre y la trama, y utilizar las fibras de ácido poliláctico para una o ambas de la urdimbre y la trama. Sin embargo, las fibras de seda y las fibras de ácido poliláctico se mezclan preferentemente de manera casi uniforme en todo el producto textil. Por ejemplo, en el caso del textil tejido mencionado anteriormente, resulta preferente utilizar fibras de seda, ya sea para la urdimbre o la trama, y utilizar fibras de ácido poliláctico para

65

la otra, y también resulta preferente que una a varias fibras de seda y fibras de ácido poliláctico se utilicen de manera alternada para la urdimbre y/o la trama. En un tejido de punto, resulta preferente aplicar una combinación de fibras de seda y fibras de ácido poliláctico al tricot utilizando dos o más peines. También es posible un hilo compuesto obtenido combinando fibras de seda con fibras de ácido poliláctico.

5 En este caso, las fibras de seda pueden utilizarse como hilo de aproximadamente 20 dtex a 200 dtex, y las fibras de ácido poliláctico pueden utilizarse como hilo de aproximadamente 30 dtex a 300 dtex. Estos espesores pueden seleccionarse teniendo en cuenta las características de la estructura de fibra a obtener. Cuando se desee hacer resaltar las características como tejido de seda, es posible aumentar la cantidad de fibras de seda utilizadas y/o aumentar el espesor de los hilos de fibra de seda (o reducir el espesor de las fibras de ácido poliláctico). Cuando se desee hacer resaltar las características como textil tejido de fibra de ácido poliláctico, es posible hacer lo contrario a lo anterior. Sin embargo, cuando se lleva al extremo, no se obtiene el efecto del uso combinado. Por lo tanto, normalmente, el espesor de un hilo de fibra de ácido poliláctico es preferentemente no inferior a 1,2 veces el espesor de un hilo de fibra de seda, más preferentemente no inferior a 1,5 veces, y de manera especialmente preferente no inferior a 2,0 veces. Mientras, es preferentemente no superior a 8,0 veces el espesor de un hilo de fibra de seda, más preferentemente no superior a 6,0 veces, y de manera especialmente preferente no superior a 4,0 veces.

10 Incidentalmente, los ejemplos específicos de fibras de ácido poliláctico que deben utilizarse en combinación incluyen multifilamentos, fibras discontinuas, hilos de unión por hilatura, monofilamentos e hilos planos. En particular, resulta eficaz un multifilamento, dado que se caracteriza porque apenas se observa la generación de pelusas debido a la rotura de los hilos individuales, que es un problema común, y además porque el tricotado combinado o la tejeduría combinada con fibras de seda resultan fáciles.

15 Incidentalmente, una tela que contiene fibras de seda (seda cruda) se somete al denominado lavado industrial con el fin de eliminar la sericina contenida en las fibras de seda (seda cruda) y crear suavidad, tacto y brillo.

20 Las condiciones de lavado industrial pueden seleccionarse convenientemente a partir de condiciones conocidas según la textura de la estructura de fibra a obtener, etc. Por ejemplo, puede someterse a lavado industrial una tela con jabón de Marsella, hidrogenocarbonato de sodio, silicato de sodio, una enzima (enzima proteolítica alcalina), etc.

25 Debido a la protección terminal mediante el compuesto de carbodiimida cíclico, la fibra de la invención tiene una resistencia a la hidrólisis mejorada. Por lo tanto, no hay necesidad de preocuparse por una disminución de la resistencia por el proceso de lavado industrial, incluso cuando la fibra es una fibra de ácido poliláctico.

30 Incidentalmente, una fibra de seda y una fibra de ácido poliláctico son diferentes en la afinidad del tinte. Por lo tanto, según sea necesario, en la estructura de fibra de la invención, pueden combinarse y utilizarse fibras que hayan sido teñidas por separado, y también es posible realizar la tintura por estampado o similar después de transformar las fibras en un producto textil.

35 Tales productos hechos de fibras de seda y las fibras de la invención son ampliamente aplicables, de manera similar a los productos de fibra de seda convencionales, a kimonos (ropa tradicional japonesa), pequeños artículos de kimono, prendas (blusas, camisas, abrigos, chaquetas, etc.), corbatas, bolsos, tejidos para ropa de cama, etc., como productos con excelente textura y brillo junto con un aspecto de primera clase.

<Estructura de fibra que conserva el calor>

40 Además, también es posible fijar un absorbedor de IR a la estructura de fibra de la invención, lo que proporciona una estructura de fibra que conserva el calor. Específicamente, en caso de que la estructura de fibra sea una tela, tal como un textil tejido o un tejido de punto, se fija un absorbedor de IR a al menos un lado de la tela. En ese caso, el absorbedor de IR se fija normalmente a la tela utilizando una resina aglutinante. El absorbedor de IR y resina aglutinante pueden fijarse a ambos lados de la tela, pero se fijan preferentemente a un solo lado. Cuando se fijan a un solo lado, y un lado de este tipo es la parte posterior de la tela, es decir, el lado más cercano a la piel de la persona en aplicación a una prenda, incluso en caso de que el absorbedor de IR y la resina aglutinante estén coloreados, un agente o resina de este tipo no aparece en la parte frontal de la tela. Por lo tanto, no hay riesgo de problemas con el aspecto. Además, cuando el absorbedor de IR se fija sólo a la parte posterior, se suprime la transferencia de calor desde la parte posterior a la parte frontal de la tela, lo que permite una eficaz conservación del calor. Además, cuando hay fibras de ácido poliláctico contenidas en la estructura de fibra, dado que las fibras de ácido poliláctico tienen una mayor permeabilidad a la luz que las fibras de poliéster corrientes tales como las fibras de tereftalato de polietileno, es más probable que el absorbedor de IR absorba la radiación IR, con lo que se obtienen excelentes propiedades de conservación del calor.

45 El absorbedor de IR no está particularmente limitado siempre que sea una sustancia que tenga una absorbancia del 10% o más en la región infrarroja en longitudes de onda de 700 nm a 2.000 nm, incluyendo los ejemplos del mismo partículas finas de óxido metálico, negro de carbono y pigmentos de absorción de IR para

compuestos orgánicos. De tales absorbedores de IR, resultan preferentes aquellos con una conductividad térmica de 10 W/(m·K) o más (más preferentemente 20 W/(m·K) o más). Cuando un absorbedor de IR con tal conductividad térmica se calienta mediante radiación IR tal como la luz solar, es probable que la tela se caliente muy rápidamente, con lo que se obtienen excelentes propiedades de conservación del calor. Específicamente, resultan preferentes las partículas finas de óxido metálico con un tamaño medio de partícula de 100 nm o menos, tal como el óxido de estaño dopado con antimonio (ATO) y el óxido de indio dopado con estaño (ITO), por ejemplo. Tales partículas finas de óxidos metálicos también son materiales transparentes que transmiten la luz visible. Por lo tanto, no cambian el tono de la propia tela, y resultan preferentes también en este respecto. Este tipo de partículas finas de óxido metálico pueden obtenerse como una dispersión en agua o una dispersión en un disolvente tal como tolueno. En caso de que la tela sea un producto de color intenso con un tono negro, azul marino o rojo intenso, también resulta adecuado el negro de carbono. El tamaño de partícula de tal negro de carbono puede ser de aproximadamente varios micrómetros. Incidentalmente, cuando se aplica negro de carbono a una tela de color claro, la superficie de la tela tiende a quedar de color gris.

La cantidad del absorbedor de IR que se unirá a una tela se encuentra preferentemente en el intervalo comprendido entre 0,02 g/m² y 50 g/m² (más preferentemente entre 0,5 g/m² y 20 g/m²) de la tela. Cuando la cantidad del absorbedor de IR fijado es inferior a este intervalo, incluso cuando se aplica a la tela radiación IR tal como luz solar, la tela puede no calentarse lo suficiente. Por el contrario, cuando la cantidad del absorbedor de IR fijado es inferior al intervalo, aunque el efecto de conservación del calor sea suficiente, resulta antieconómico.

Los ejemplos de resinas aglutinantes incluyen, pero no se limitan particularmente a, resina de uretano, resina acrílica, resina de poliéster, resina de silicona, resina de cloruro de vinilo y resina de nailon. La cantidad de la resina aglutinante fijada se encuentra preferentemente, en base a los sólidos de resina, en el intervalo comprendido entre 0,01 g/m² y 40 g/m² (más preferentemente entre 5 g/m² y 30 g/m²) de la tela.

Normalmente, el absorbedor de IR y la resina aglutinante se aplican a la estructura de fibra en forma de composición de mezcla de los dos. En ese caso, la composición de mezcla puede ser una composición a base de disolvente o acuosa, pero es preferentemente una composición acuosa en términos del entorno de trabajo en el proceso de procesamiento. Los ejemplos de disolventes incluyen tolueno, alcohol isopropílico, dimetilformamida, metil etil cetona y acetato de etilo. La composición de mezcla puede contener también un agente de reticulación, tal como un agente de reticulación epoxi. Además, con el fin de mejorar la fijación a la propia estructura de fibra, etc., pueden incorporarse adicionalmente a la misma aditivos apropiados.

La relación entre el absorbedor IR y la resina aglutinante (en base a los sólidos de resina) incorporada está preferentemente en el intervalo comprendido entre 1:0,5 y 1:50 (preferentemente entre 1:5 y 1:40). Cuando la proporción de resina aglutinante incorporada es inferior a este intervalo, después de haber transformado la estructura de fibra en un producto, es probable que el absorbedor de IR se desprenda durante el lavado, con lo que puede disminuir la durabilidad al lavado relacionada con el rendimiento de conservación de calor. Por el contrario, incluso cuando la proporción de resina aglutinante incorporada es superior al intervalo, esto no cambia mucho el efecto sobre la durabilidad al lavado, y por lo tanto resulta antieconómico.

También resulta preferente que el absorbedor de IR se fije a la estructura de fibra (tela) en un patrón que tenga una zona de aplicación y una zona de no aplicación, en el que la zona de aplicación rodee continuamente la zona de no aplicación. En particular, resulta preferente que todo el patrón sea un patrón cuadrículado. En caso de emplear un patrón cuadrículado de este tipo, cuando el absorbedor de IR es calentado por radiación IR tal como la luz solar, el calor se transfiere rápidamente a lo largo del patrón cuadrículado, y la estructura de fibra se calienta rápidamente. También resulta preferente que el porcentaje del área de la zona de aplicación en el patrón sea del 10% al 85% (más preferentemente del 25% al 70%). Incidentalmente, el porcentaje del área de la zona de aplicación está representado por la siguiente ecuación.

$$\text{Porcentaje del Área de la Zona de Aplicación} = \frac{\text{Área de la Zona de Aplicación}}{\text{Área de la Zona de Aplicación} + \text{Área de la Zona de No Aplicación}} \times 100 (\%)$$

En caso de que el porcentaje del área de la zona de aplicación sea inferior al 10%, cuando se aplica radiación IR a la estructura de fibra (tela), la tela puede no calentarse lo suficiente. Por el contrario, En caso de que el porcentaje del área de la zona de aplicación sea superior al 85%, puede degradarse la textura de la estructura de fibra (tela). En el patrón cuadrículado mencionado anteriormente, resulta apropiado un intervalo de patrón cuadrículado de aproximadamente 2 mm a 30 mm.

La técnica para aplicar el absorbedor de IR y la resina aglutinante a la estructura de fibra puede ser de la siguiente manera. En primer lugar, los dos se conforman en la composición de mezcla mencionada anteriormente, y

a continuación se aplica la composición de mezcla mediante una técnica de aplicación conocida tal como recubrimiento por huecograbado o serigrafía.

5 Antes y/o después de la aplicación del absorbedor de IR, es posible aplicar adicionalmente una tintura convencional, una reducción de peso con álcali, un tratamiento hidrófugo, napado, protección UV, u otros diversos procesos para conferir las funciones de un antibacteriano, un desodorante, un repelente de insectos, un agente fosforescente, un agente retrorreflectante, un generador de iones negativos, etc.

10 <Estructura de fibra hidroabsorbente>

10 También es posible someter a la estructura de fibra de la invención a un procesamiento de hidroabsorción, lo que proporciona una estructura de fibra hidroabsorbente. Específicamente, la estructura de fibra es preferentemente tal que la velocidad de absorción de agua de una estructura de fibra hidroabsorbente medida mediante el método de JIS L-1018:1998 A (método de caída de gota) es de 5 segundos o menos. La estructura de fibra es preferentemente un multifilamento (filamentos) con una finura de fibra individual de 0,01 dtex a 20 dtex (más preferentemente de 0,1 dtex a 7 dtex) y una finura total de 30 dtex a 500 dtex, en la que el número de filamentos está dentro del intervalo comprendido entre 20 y 200. Un hilo de este tipo también puede someterse a retorcimiento, texturizado por aire, rizado por falsa torsión, o similares. La forma en sección transversal de la fibra individual de las fibras no está particularmente limitada, y puede ser una sección transversal redonda corriente, una sección transversal hueca redonda, una sección transversal triangular, una sección transversal cuadrada, una sección transversal plana o la sección transversal plana con estrangulamientos mostrada esquemáticamente en la Fig. 1. Cuando es una sección transversal con forma modificada con un área superficial mayor que una sección transversal redonda, esto conduce a mejores propiedades de hidroabsorción y por lo tanto resulta preferente.

25 Cuando las fibras tienen un hueco y/o una grieta en la superficie de fibra individual, esto mejora las propiedades de hidroabsorción y por lo tanto resulta preferente.

30 La configuración de la estructura de fibra mencionada anteriormente no está particularmente limitada, pero es preferentemente un textil tejido o tejido de punto obtenido mediante tricotado o tejido con un telar o una tricotosa corrientes. No es necesario decir que también puede ser un textil no tejido o una estructura de fibra hecha de fibras de matriz y fibras termoadhesivas. Por ejemplo, los ejemplos de la estructura de ligamento del textil tejido incluyen tres ligamentos básicos que incluyen tafetán, sarga y satén, modificaciones de los mismos, ligamentos dobles con refuerzo simple tal como ligamento de urdimbre reforzada y ligamento de trama reforzada, y terciopelo por urdimbre. El tejido de punto puede ser un tejido de punto circular (tejido de punto por trama) o un tejido de punto por urdimbre. Los ejemplos preferentes de la estructura del tejido de punto circular (tejido de punto por trama) incluyen punto liso, punto acanalado, punto de cadeneta, punto del revés, punto retenido, punto flotante, medio punto inglés, punto de encaje y punto aterciopelado. Los ejemplos de la estructura de punto por urdimbre incluyen punto denbigh sencillo, punto atlas sencillo, punto de cordoncillo doble, punto simple, punto de vellón y punto jacquard. La estructura puede ser de una sola capa o también puede ser multicapa que incluye dos o más capas. Además, también es posible una tela cepillada hecha de una parte elevada con velours y/o bucles, y una parte de ligamento de base.

45 Una estructura de fibra de este tipo se somete a procesamiento de hidroabsorción. En ese caso, las condiciones para el procesamiento de hidroabsorción pueden ser tales que se aplique a la estructura de fibra un agente hidrofiliante, tal como diacrilato de PEG, un derivado del mismo, o un copolímero de tereftalato de polietileno-polietilenglicol, mediante un método de fulardado o en el mismo baño como tintura, seguido de secado a una temperatura de 60°C a 150°C durante 0,2 a 5 minutos. En ese caso, resulta preferente que la cantidad del agente hidrofiliante fijado sea del 0,1% al 10% en peso con respecto al peso de la estructura de fibra antes del procesamiento de hidroabsorción.

50 Además, antes y/o después del procesamiento de hidroabsorción, es posible aplicar adicionalmente una tintura convencional, una reducción de peso con álcali, un tratamiento hidrófugo, napado, protección UV, u otros diversos procesos para conferir las funciones de un antibacteriano, un desodorante, un repelente de insectos, un agente fosforescente, un agente retrorreflectante, un generador de iones negativos, etc.

55 En particular, resulta preferente que tal como se describe en el documento JP-A-2.007-162150, después del procesamiento de hidroabsorción, sólo un lado de la estructura de fibra se someta a procesamiento hidrófugo para fijar un agente hidrófugo a un sólo lado de la estructura de fibra de ácido poliláctico. Resulta especialmente preferente que, tal como se muestra esquemáticamente en la Fig. 2, el agente hidrófugo se fije parcialmente a un lado de la estructura de fibra en un patrón que tenga una parte en la que los polígonos estén unidos en sus esquinas. Cuando el patrón de fijación del agente hidrófugo es continuo en la dirección de la urdimbre y de la trama, la zona de no fijación está presente en forma de islas. Por consiguiente, la humedad absorbida por la zona de no fijación no se propaga sino que se transfiere suavemente al otro lado. Además, no existe riesgo de perjudicar la textura suave. Mientras, como se muestra esquemáticamente en la Fig. 3, cuando el agente hidrófugo se fija en el patrón cuadrículado hecho de líneas horizontales y verticales, aunque la humedad absorbida por la zona de no fijación no se propaga sino que se transfiere suavemente hacia el otro lado, puede conferirse la textura suave.

En ese caso, como polígono mencionado anteriormente, resulta preferente un cuadrilátero o un triángulo. Con respecto al tamaño del polígono, resulta preferente que la longitud de un lado del polígono esté en el intervalo comprendido entre 0,5 mm y 2,0 mm (más preferentemente entre 0,7 mm y 1,5 mm). Cuando la longitud es inferior a 0,5 mm o, por el contrario, superior a 2,0 mm, pueden no obtenerse suficientes propiedades de hidroabsorción. Con respecto al tamaño del patrón cuadrículado, resulta preferente que la anchura de la zona de fijación esté en el intervalo comprendido entre 0,5 mm y 3,0 mm y la anchura de la zona de no fijación esté en el intervalo comprendido entre 1,0 mm y 5,0 mm.

En el patrón de fijación del agente hidrófugo, el porcentaje del área de la zona de fijación del agente hidrófugo se encuentra preferentemente en el intervalo comprendido entre el 30% y el 85% (más preferentemente entre el 40% y el 70%). Cuando el porcentaje del área de la zona de fijación es inferior al 30%, en el momento de la absorción de agua, el agua puede extenderse en la dirección del plano, por lo que la humedad no puede reducirse lo suficiente. Por el contrario, cuando el porcentaje del área de la zona de fijación es superior al 85%, no sólo las propiedades de hidroabsorción pueden degradarse, sino que también puede verse perjudicada la textura suave. El porcentaje del área de la zona de fijación está representado por la siguiente ecuación.

$$\text{Porcentaje del Área de la Zona de Fijación} = \frac{\text{Área de la Zona de Fijación}}{\text{Área de la Zona de Fijación} + \text{Área de la Zona de No Fijación}} \times 100 (\%)$$

La estructura de fibra hidroabsorbente así obtenida tiene excelentes propiedades de hidroabsorción. En este caso, en caso de seleccionar como fibra una fibra de ácido poliláctico, dado que el ácido poliláctico tiene una temperatura de transición vítrea inferior a la del tereftalato de polietileno corriente, tales fibras son excelentes en términos de agotamiento de un agente hidrofizante, y tienen mejores propiedades de hidroabsorción que las fibras de tereftalato de polietileno.

<Estabilizador>

La fibra y la estructura de fibra de la invención pueden contener un estabilizador. Como estabilizador, son útiles agentes conocidos utilizados como estabilizadores para resinas termoplásticas. Los ejemplos de los mismos incluyen antioxidantes y estabilizadores ópticos. Incorporando tales agentes, pueden obtenerse una fibra y una estructura de fibra con excelentes propiedades mecánicas, moldeabilidad, resistencia al calor y durabilidad.

Los ejemplos de antioxidantes incluyen compuestos de fenol impedido, compuestos de amina impedida, compuestos de fosfito y compuestos tioéter.

Los ejemplos de compuestos de fenol impedido incluyen n-octadecil-3-(3',5'-di-terc-butil-4'-hidroxifenil)-propionato, n-octadecil-3-(3'-metil-5'-terc-butil-4'-hidroxifenil)-propionato, n-tetradecil-3-(3',5'-di-terc-butil-4'-hidroxifenil)-propionato, 1,6-hexanodiol-bis[3-(3,5-di-terc-butil-4-hidroxifenil)-propionato], 1,4-butanodiol-bis[3-(3,5-di-terc-butil-4-hidroxifenil)-propionato], 2,2'-metileno-bis(4-metil-terc-butilfenol), trietileno glicol-bis[3-(3-terc-butil-5-metil-4-hidroxifenil)-propionato], tetraquis [metileno-3-(3',5'-di-terc-butil-4-hidroxifenil)propionato]metano y 3,9-bis[2-(3-(3-terc-butil-4-hidroxi-5-metilfenil)propionilo)xi]-1,1-dimetiletil]2,4,8,10-tetraoxaspiro(5,5)undecano.

Los ejemplos de compuestos de amina impedida incluyen N,N'-bis-3-(3',5'-di-terc-butil-4'-hidroxifenil)propionil hexametildiamina, N,N'-tetrametileno-bis[3-(3'-metil-5'-terc-butil-4'-hidroxifenil)propionil]diamina, N,N'-bis[3-(3,5-di-terc-butil-4-hidroxifenil)-propionil]hidrazina, N-saliciloil-N'-salicilidanhidrazina, 3-(N-saliciloil)amino-1,2,4-triazol y N,N'-bis[2-(3-(3,5-di-terc-butil-4-hidroxifenil)propionilo)xi]etil]oxiamida. Resultan preferentes trietileno glicol-bis[3-(3-terc-butil-5-metil-4-hidroxifenil)-propionato], tetraquis [metileno-3-(3',5'-di-terc-butil-4-hidroxifenil)propionato]metano y similares.

Como compuestos de fosfito, resultan preferentes aquellos con al menos un enlace P-O a un grupo aromático, incluyendo los ejemplos específicos de los mismos tris(2,6-di-terc-butilfenil)fosfito, tetraquis(2,6-di-terc-butilfenil)4,4'-bifenilfosfito, bis(2,6-di-terc-butil-4-metilfenil)pentaeritrol-difosfito, 2,2-metilenbis(4,6-di-terc-butilfenil)octil fosfito, 4,4'-butilideno-bis(3-metil-6-terc-butilfenil-di-tridecil)fosfito, 1,1,3-tris(2-metil-4-ditridecilfosfito-5-terc-butilfenil)butano, tris(mono y di-nonilfenil mezclado)fosfito, tris(nonilfenil)fosfito y 4,4'-isopropilidenobis(fenil-dialquil fosfito).

En particular, son adecuados tris(2,6-di-terc-butilfenil)fosfito, 2,2-metilenbis(4,6-di-terc-butilfenil)octilfosfito, bis(2,6-di-terc-butil-4-metilfenil)pentaeritrol-difosfito, tetraquis(2,6-di-terc-butilfenil)4,4'-bifenilfosfito, y similares.

Los ejemplos específicos de compuestos tioéter incluyen dilauril tiodipropionato, ditridecil tiodipropionato, dimiristil tiodipropionato, diestearil tiodipropionato, pentaeritrol-tetraquis(3-lauril)tiopropionato, pentaeritrol-

tetraquis(3-dodeciltiopropionato), pentaeritritol-tetraquis(3-octadeciltiopropionato), pentaeritritol-tetraquis(3-miristiltiopropionato) y pentaeritritol-tetraquis(3-esteariltiopropionato).

5 Los ejemplos específicos de estabilizadores ópticos incluyen compuestos de benzofenona, compuestos de benzotriazol, compuestos de benzoato aromáticos, compuestos de anilida del ácido oxálico, compuestos de cianoacrilato y compuestos de amina impedida.

10 Los ejemplos de compuestos de benzofenona incluyen benzofenona, 2,4-dihidroxibenzofenona, 2,2'-dihidroxibenzofenona, 2,2',4,4'-tetrahidroxibenzofenona, 2-hidroxi-4-metoxibenzofenona, 2,2'-dihidroxi-4,4'-dimetoxibenzofenona, 2,2'-dihidroxi-4,4'-dimetoxi-5-sulfobenzofenona, 2-hidroxi-4-octoxibenzofenona, 2-hidroxi-4-dodeciloxibenzofenona, 2-hidroxi-4-octoxibenzofenona, 2-hidroxi-4-metoxi-5-sulfobenzofenona, 5-cloro-2-hidroxibenzofenona, 2-hidroxi-4-octoxibenzofenona, 2-hidroxi-4-metoxi-2'-carboxibenzofenona y 2-hidroxi-4-(2-hidroxi-3-metil-acriloxiisopropoxi)benzofenona.

15 Los ejemplos de compuestos de benzotriazol incluyen 2-(5-metil-2-hidroxifenil)benzotriazol, 2-(3,5-di-terc-butil-2-hidroxifenil)benzotriazol, 2-(3,5-di-terc-amil-2-hidroxifenil)benzotriazol, 2-(3',5'-di-terc-butil-4'-metil-2'-hidroxifenil)benzotriazol, 2-(3,5-di-terc-amil-2-hidroxifenil)-5-clorobenzotriazol, 2-(5-terc-butil-2-hidroxifenil)benzotriazol, 2-[2'-hidroxi-3',5'-bis(α,α-dimetilbencil)fenil]benzotriazol, 2-[2'-hidroxi-3',5'-bis(α,α-dimetilbencil)fenil]-2H-benzotriazol y 2-(4'-octoxi-2'-hidroxifenil)benzotriazol.

20 Los ejemplos de compuestos de benzoato aromáticos incluyen salicilatos de alquilfenilo tales como salicilato de p-terc-butilfenilo y salicilato de p-octilfenilo.

25 Los ejemplos de compuestos de anilida del ácido oxálico incluyen bisanilida del ácido 2-etoxi-2'-etiloxálico, bisanilida del ácido 2-etoxi-5-terc-butil-2'-etiloxálico y bisanilida del ácido 2-etoxi-3'-dodeciloxálico.

Los ejemplos de compuestos de cianoacrilato incluyen acrilato de etil-2-ciano-3,3'-difenilo y 2-etilhexilciano-3,3'-difenil acrilato.

30 Los ejemplos de compuestos de amina impedida incluyen 4-acetoxi-2,2,6,6-tetrametilpiperidina, 4-estearoiloxi-2,2,6,6-tetrametilpiperidina, 4-acriloiloxi-2,2,6,6-tetrametilpiperidina, 4-(fenilacetoxi)-2,2,6,6-tetrametilpiperidina, 4-benzoiloxi-2,2,6,6-tetrametilpiperidina, 4-metoxi-2,2,6,6-tetrametilpiperidina, 4-octadeciloxi-2,2,6,6-tetrametilpiperidina, 4-ciclohexiloxi-2,2,6,6-tetrametilpiperidina, 4-benziloxi-2,2,6,6-tetrametilpiperidina, 4-fenoxi-2,2,6,6-tetrametilpiperidina, 4-(etilcarbamoiloxi)-2,2,6,6-tetrametilpiperidina, 4-(ciclohexilcarbamoiloxi)-2,2,6,6-tetrametilpiperidina, 4-(fenilcarbamoiloxi)-2,2,6,6-tetrametilpiperidina, bis(2,2,6,6-tetrametil-4-piperidil)carbonato, bis(2,2,6,6-tetrametil-4-piperidil)oxalato, bis(2,2,6,6-tetrametil-4-piperidil)malonato, bis(2,2,6,6-tetrametil-4-piperidil)sebacato, bis(2,2,6,6-tetrametil-4-piperidil)adipato, bis(2,2,6,6-tetrametil-4-piperidil)tereftalato, 1,2-bis(2,2,6,6-tetrametil-4-piperidil)etano, α,α'-bis(2,2,6,6-tetrametil-4-piperidil)oxi-p-xileno, bis(2,2,6,6-tetrametil-4-piperidil)-tolileno-2,4-dicarbamato, bis(2,2,6,6-tetrametil-4-piperidil)-hexametileno-1,6-dicarbamato, tris(2,2,6,6-tetrametil-4-piperidil)-benceno-1,3,5-tricarboxilato, tris(2,2,6,6-tetrametil-4-piperidil)-benceno-1,3,4-tricarboxilato, 1-[2-(3-(3,5-di-terc-butil-4-hidroxifenil)propioniloxi)-2,2,6,6-tetrametilpiperidina, y condensados de ácido 1,2,3,4-butanotetracarboxílico, 1,2,2,6,6-pentametil-4-piperidinol, y β,β,β',β'-tetrametil-3,9-[2,4,8,10-tetraoxaspiro(5,5)undecano]dimetanol. En la invención, los componentes estabilizadores anteriormente indicados pueden utilizarse en solitario, y también es posible utilizar dos o más tipos en combinación. Como componente estabilizador, resulta preferente un compuesto de fenol impedido y/o un compuesto de benzotriazol. El contenido de estabilizador es preferentemente de 0,01 a 3 partes en peso, más preferentemente de 0,03 a 2 partes en peso, en base a 100 partes en peso de la estructura de fibra de la invención.

<Agente antidesgaste>

50 En la invención, a fin de mejorar la resistencia al desgaste de la fibra y la estructura de fibra, puede incluirse una bisamida de ácido graso y/o un monoamida sustituida con alquilo. Un bisamida alifática se refiere a un compuesto que tiene dos enlaces amida en una molécula, tal como una bisamida de ácido graso saturado, una bisamida de ácido graso insaturado o un bisamida de ácido graso aromático. Los ejemplos de las mismas incluyen amida del ácido metilénbis caprílico, amida del ácido metilénbis cáprico, amida del ácido metilénbis láurico, amida del ácido metilénbis mirístico, amida del ácido metilénbis palmítico, amida del ácido metilénbis esteárico, amida del ácido metilénbis isoesteárico, amida del ácido metilénbis behénico, amida del ácido metilénbis oleico, amida del ácido metilénbis erúcico, amida del ácido etilenbis caprílico, amida del ácido etilenbis cáprico, amida del ácido etilenbis láurico, amida del ácido etilenbis mirístico, amida del ácido etilenbis palmítico, amida del ácido etilenbis esteárico, amida del ácido etilenbis isoesteárico, amida del ácido etilenbis behénico, amida del ácido etilenbis oleico, amida del ácido etilenbis erúcico, amida del ácido butilénbis esteárico, amida del ácido butilénbis behénico, amida del ácido butilénbis oleico, amida del ácido butilénbis erúcico, amida del ácido hexametilénbis esteárico, amida del ácido hexametilénbis behénico, amida del ácido hexametilénbis oleico, amida del ácido hexametilénbis erúcico, amida del ácido m-xililénbis esteárico, amida del ácido m-xililénbis-12-hidroxiesteárico, amida del ácido p-xililénbis esteárico, amida del ácido p-fenilénbis esteárico, amida del ácido N,N'-diestearil adípico, amida del ácido N,N'-diestearil sebácico, amida del ácido N,N'-dioleoil adípico, amida del ácido N,N'-diestearil tereftálico, amida del ácido

metilénbis hidroxisteárico, amida del ácido etilénbis hidroxisteárico, amida del ácido butilénbis hidroxisteárico y amida del ácido hexametilénbis hidroxisteárico.

5 Una monoamida sustituida con alquilo en el presente documento se refiere a un compuesto en el que una hidrógeno de amida de un monoamida, tal como una monoamida de ácido graso saturado o un monoamida de ácido graso insaturado, está sustituido con un grupo alquilo. Los ejemplos de las mismas incluyen amida del ácido N-lauril láurico, amida del ácido N-palmitil palmítico, amida del ácido N-estearil esteárico, amida del ácido N-behenil behénico, amida del ácido N-oleil oleico, amida del ácido N-estearil oleico, amida del ácido N-oleil esteárico, amida del ácido N-estearil erúcico y amida del ácido N-oleil palmítico. El grupo alquilo puede tener un sustituyente, tal como
10 un grupo hidroxilo, introducido en su estructura. Por lo tanto, las amidas de ácidos grasos sustituidas con alquilo de la invención también incluyen, por ejemplo, amida del ácido metilol esteárico, amida del ácido N-estearil-12-hidroxisteárico, amida del ácido N-oleil-12-hidroxisteárico, y similares.

15 Estos compuestos tienen una menor reactividad amida que las monoamidias de ácidos grasos corrientes, y son menos propensas a reaccionar con el ácido poliláctico en el momento de moldeo por fusión. Además, muchos de ellos tienen un alto peso molecular, y por lo tanto se caracterizan porque tienen normalmente una excelente resistencia al calor y es poco probable que sublimen. En particular, las bisamidias de ácidos grasos tienen incluso menor reactividad amida y son menos propensas a reaccionar con el ácido poliláctico. Las bisamidias de ácidos grasos también tienen un peso molecular alto, y por lo tanto tienen una excelente resistencia al calor y es improbable
20 que sublimen. Por consiguiente, pueden utilizarse como agentes antidesgaste más preferentes. Los ejemplos preferentes de tales agentes antidesgaste incluyen amida del ácido etilénbis esteárico, amida del ácido etilénbis isoesteárico, amida del ácido etilénbis behénico, amida del ácido butilénbis esteárico, amida del ácido butilénbis behénico, amida del ácido hexametilénbis behénico y amida del ácido m-xililénbis esteárico.

25 En la invención, el contenido de bisamida de ácido graso y/o monoamida sustituida con alquilo (en lo sucesivo abreviadas colectivamente como amida de ácido graso) es preferentemente del 0,1% al 1,5% en peso, más preferentemente del 0,5% al 1,0% en peso, en base a la totalidad de la fibra. Cuando el contenido de amida de ácido graso es del 0,1% en peso o menos, el efecto resultante es insuficiente para conseguir el fin. Un contenido del 1,5% en peso o más mejora la capacidad de deslizamiento de la fibra, pero su efecto es excesivo, lo que provoca la
30 pérdida de calidad en la fabricación de fibras discontinuas, por ejemplo, incluidas una mala operabilidad debida a las malas propiedades de enmarañado, la reducción de la uniformidad de rizado, etc. La amida de ácido graso puede ser un solo componente o también puede ser una mezcla de una pluralidad de componentes.

35 <Promotor de la cristalización>

La composición de la invención puede contener un promotor de la cristalización orgánico o inorgánico. Cuando se incluye un promotor de la cristalización, pueden obtenerse una fibra y una estructura de fibra con excelentes propiedades mecánicas y resistencia al calor.

40 Es decir, la aplicación de un promotor de la cristalización hace posible obtener una fibra y una estructura de fibra, en las que se ha producido bien la cristalización y que tienen excelente resistencia al calor y estabilidad a la humedad y al calor. Como promotor de la cristalización para utilizar en la invención, son útiles aquellos que se utilizan generalmente como agentes de nucleación de cristales para las resinas cristalinas. Pueden utilizarse agentes de nucleación de cristales inorgánicos y agentes de nucleación de cristales orgánicos.

45 Los ejemplos de agentes de nucleación de cristales inorgánicos incluyen talco, caolín, sílice, mica sintética, arcilla, zeolita, grafito, negro de carbono, óxido de zinc, óxido de magnesio, óxido de titanio, carbonato de calcio, sulfato de calcio, sulfato de bario, sulfuro de calcio, nitruro de boro, montmorillonita, óxido de neodimio, óxido de aluminio y sales metálicas de fenilfosfonato. A fin de mejorar su dispersabilidad en la composición junto con sus efectos, estos agentes de nucleación de cristales inorgánicos se tratan preferentemente con diversos auxiliares de dispersión y por lo tanto en un estado altamente disperso de manera que el tamaño de partícula primaria de los mismos sea aproximadamente de 0,01 μm a 0,5 μm .

50 Los ejemplos de agentes de nucleación de cristales orgánicos incluyen sales metálicas de ácidos carboxílicos orgánicos tales como benzoato de calcio, benzoato de sodio, benzoato de litio, benzoato de potasio, benzoato de magnesio, benzoato de bario, oxalato de calcio, tereftalato disódico, tereftalato de dilítico, tereftalato dipotásico, laurato de sodio, laurato de potasio, miristato de sodio, miristato de potasio, miristato de calcio, miristato de bario, octanoato de sodio, octanoato de calcio, estearato de sodio, estearato de potasio, estearato de litio, estearato de calcio, estearato de magnesio, estearato de bario, montanato sódico, montanato de calcio, toluilato de sodio, salicilato de sodio, salicilato de potasio, salicilato de zinc, dibenzoato de aluminio, β -naftoato de sodio, β -naftoato de potasio y ciclohexanocarboxilato de sodio, y sales metálicas de ácidos sulfónicos orgánicos tales como p-toluenosulfonato de sodio y sulfoisofalato de sodio.

65 Los agentes de nucleación de cristales orgánicos también incluyen amidas de ácidos carboxílicos orgánicos tales como amida del ácido esteárico, amida del ácido etilénbis láurico, amida del ácido palmítico, amida del ácido hidroxisteárico, amida del ácido erúcico, y tris(terc-butilamida) del ácido trimésico, polietileno de baja densidad,

polietileno de alta densidad, poliisopropileno, polibuteno, poli-4-metilpenteno, poli-3-metilbuteno-1, cicloalcanos de polivinilo, trialkilsilanos de polivinilo, ácido poliláctico de alto punto de fusión, sales de sodio de copolímeros de ácido etileno-acrílico, sales de sodio de copolímeros de anhídrido estireno-maleico (los denominados ionómeros), y sorbitoles bencilideno y derivados de los mismos, tales como dibencilideno sorbitol.

5 De éstos, resultan preferentes el talco y al menos un miembro seleccionado de entre sales metálicas de ácidos carboxílicos orgánicos. En la invención, los agentes de nucleación de cristales pueden utilizarse en solitario, y también es posible utilizar dos o más tipos juntos.

10 El contenido de promotor de la cristalización es preferentemente de 0,01 a 30 partes en peso, más preferentemente de 0,05 a 20 partes en peso, en base a 100 partes en peso de la composición de la invención.

<Agente antiestático>

15 La fibra y la estructura de fibra de la invención pueden contener un agente antiestático. Los ejemplos de agentes antiestáticos incluyen compuestos de sales de amonio cuaternario, compuestos de ácido sulfónico y compuestos de fosfato de alquilo, tales como sulfato de (β -lauramidapropionil) trimetiloamonio y dodecylbencenosulfonato de sodio. En la invención, tales agentes antiestáticos pueden utilizarse en solitario, y también es posible utilizar dos o más tipos en combinación. El contenido de agente antiestático es preferentemente de 0,05 a 5 partes en peso, más preferentemente de 0,1 a 5 partes en peso, en base a 100 partes en peso de la estructura de fibra de la invención.

<Plastificante>

25 La fibra y la estructura de fibra de la invención pueden contener un plastificante. Como plastificante, puede utilizarse un plastificante comúnmente conocido. Los ejemplos de los mismos incluyen plastificantes de poliéster, plastificantes de glicerina, plastificantes de éster de ácido policarboxílico, plastificantes de éster del ácido fosfórico, plastificantes de polialquilenglicol y plastificantes epoxi.

30 Los ejemplos de plastificantes de poliéster incluyen poliésteres que contienen ácido adípico, ácido sebácico, ácido tereftálico, ácido isoftálico, ácido naftalenodicarboxílico, ácido difenildicarboxílico, o similares, tal como un componente ácido y etilenglicol, propilenglicol, 1,3-butanodiol, 1, 4-butanodiol, 1,6-hexanodiol, dietilenglicol, o similares, tal como un componente diol, así como poliésteres de ácidos hidroxicarboxílicos, tal como policaprolactona. Estos poliésteres pueden tener extremos protegidos con un ácido carboxílico monofuncional o un alcohol monofuncional.

35 Los ejemplos de plastificantes de glicerina incluyen monoestearato de glicerina, diestearato de glicerina, monoacetomonolaurato de glicerina, monoacetomonoestearato de glicerina, diacetomonooleato de glicerina y monoacetomonomontanato de glicerina.

40 Los ejemplos de plastificantes de ácido policarboxílico incluyen ésteres de ácido ftálico tales como ftalato de dimetilo, ftalato de dietilo, ftalato de dibutilo, ftalato de diheptilo, ftalato de dibencilo y ftalato de butilbencilo; ésteres de ácido trimelítico tales como trimelitato de tributilo, trimelitato de trioctilo y trimelitato de trihexilo; ésteres de ácido adípico tales como adipato de isodecilo y adipato de n-decil-n-octilo; ésteres de ácido cítrico tal como acetilcitrato de tributilo; ésteres de ácido azelaico tal como bis(2-etilhexil)azelato; y ésteres de ácido sebácico tales como sebacato de dibutilo y bis(2-etilhexil)sebacato.

45 Los ejemplos de plastificantes de éster del ácido fosfórico incluyen fosfato de tributilo, tris(2-etilhexil) fosfato, fosfato de trioctilo, fosfato de trifenilo, fosfato de tricresilo y fosfato de difenil-2-etilhexilo.

50 Los ejemplos de plastificantes de polialquilenglicol incluyen polialquilenglicoles tales como polietilenglicol, polipropilenglicol, politetrametilenglicol, copolímeros de bloque o aleatorios de poli(óxido de etileno-óxido de propileno), polímeros de adición de óxido de etileno de bisfenoles, y polímeros de adición de tetrahidrofurano de bisfenoles, así como compuestos de agente de protección terminal tales como compuestos modificados con epoxi terminal, compuestos modificados con éster terminal y compuestos modificados con éter terminal de los mismos.

55 Los ejemplos de plastificantes epoxi incluyen triglicéridos epoxi que contienen un epoxiestearato de alquilo y aceite de soja y también resinas epoxi obtenidas a partir de bisfenol A y epiclorhidrina como materias primas.

60 Otros ejemplos específicos de plastificantes incluyen ésteres de ácido benzoico de polioles alifáticos, tales como dibenzoato de neopentilglicol, dibenzoato de dietilenglicol y bis(2-etilbutirato) de trietilenglicol; amidas de ácidos grasos tal como amida del ácido esteárico; ésteres de ácidos grasos tal como oleato de butilo; ésteres de oxiácido tales como ricinoleato de metilo acetilo y ricinoleato de butilo acetilo; pentaeritritol; diversos sorbitoles; ésteres de ácido poliacrílico; aceite de silicona; y parafinas.

65

Como plastificante, es particularmente adecuado uno que contenga al menos un miembro seleccionado de entre plastificantes de poliéster y plastificantes de polialquileno. Pueden utilizarse en solitario, y también es posible utilizar dos o más tipos juntos.

5 El contenido de plastificante es preferentemente de 0,01 a 30 partes en peso, más preferentemente de 0,05 a 20 partes en peso, aún más preferentemente de 0,1 a 10 partes en peso, en base a 100 partes en peso de la composición de la invención. En la invención, pueden utilizarse de forma independiente un agente de nucleación de cristales y un plastificante, pero se utilizan todavía más preferentemente en combinación.

10 <Método para producir un compuesto de carbodiimida cíclico>

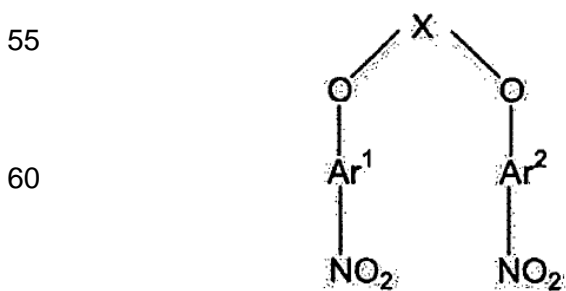
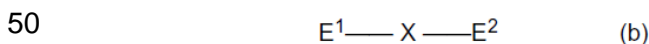
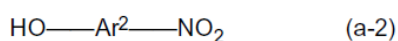
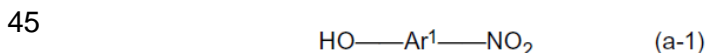
15 El compuesto de carbodiimida cíclico puede producirse combinando métodos conocidos. Los ejemplos de métodos incluyen la producción a partir de un compuesto de amina mediante un compuesto de isocianato, la producción a partir de un compuesto de amina mediante un compuesto de isotiocianato, la producción a partir de un compuesto de amina mediante un compuesto de trifenilfosfina, la producción a partir de un compuesto de amina mediante un compuesto de urea, la producción a partir de un compuesto de amina mediante un compuesto de tiourea, la producción a partir de un compuesto de ácido carboxílico mediante un compuesto de isocianato, y la producción por derivación de un compuesto de lactama.

20 El compuesto de carbodiimida cíclico de la invención puede producirse combinando y modificando los métodos descritos en los siguientes documentos. Puede emplearse un método apropiado para el compuesto a producir.

25 Tetrahedron Letters, vol. 34, Nº. 32, 515-5158, 1993.
 Medium- and Large-Membered Rings from Bis(iminophosphoranes): An Efficient Preparation of Cyclic Carbodiimides, Pedro Molina *et al.*
 Journal of Organic Chemistry, vol. 61, Nº 13, 4289-4299, 1.996.
 New Models for the Study of the Racemization Mechanism of Carbodiimides.
 Synthesis and Structure (X-ray Crystallography and 1H NMR) of Cyclic Carbodiimides, Pedro Molina *et al.*
 Journal of Organic Chemistry, vol. 43, Nº 8, 1944-1946, 1978.
 30 Macrocyclic Ureas as Masked Isocyanates, Henri Ulrich *et al.*
 Journal of Organic Chemistry, vol. 48, Nº 10, 1694-1700, 1983.
 Synthesis and Reactions of Cyclic Carbodiimides, R. Richter *et al.*
 Journal of Organic Chemistry, vol. 59, Nº 24, 7306-7315, 1994.
 A New and Efficient Preparation of Cyclic Carbodiimides from Bis(iminophosphorane) and the System
 35 $\text{Boc}_2\text{O}/\text{DMAP}$, Pedro Molina *et al.*

40 Puede emplearse un método apropiado para el compuesto a producir. Por ejemplo, como compuesto de carbodiimida cíclico para utilizar en la invención de la presente solicitud, resulta adecuado uno producido mediante las siguientes etapas:

(1) una etapa en la que un nitrofenol representado por la siguiente fórmula (a-1), un nitrofenol representado por la siguiente fórmula (a-2), y un compuesto representado por la siguiente fórmula (b) se dejan reaccionar para dar un compuesto nitro representado por la siguiente fórmula (c):



(c);

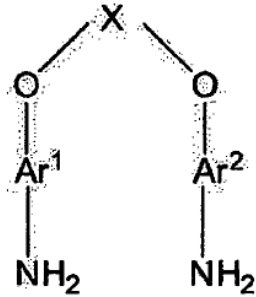
65

(2) una etapa en la que el compuesto nitro obtenido se reduce para dar un compuesto de amina representado por la siguiente fórmula (d):

5

10

15



(d);

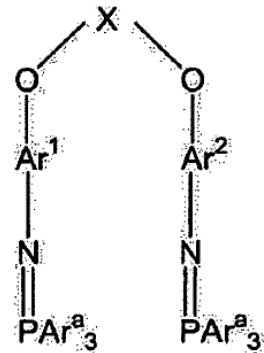
(3) una etapa en la que se deja que el compuesto de amina obtenido reaccione con dibromuro de trifetilfosfina para dar un compuesto de trifetilfosfina representado por la siguiente fórmula (e):

20

25

30

35



(e);

y

40

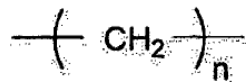
(4) la conversión del compuesto de trifetilfosfina obtenido en un isocianato en el sistema de reacción, seguido de descarboxilación directa.

45

En las fórmulas anteriores, Ar¹ y Ar² son cada uno independientemente un grupo aromático opcionalmente sustituido con un grupo alquilo C₁₋₆, un grupo fenilo, o similares. E¹ y E² son cada uno independientemente un grupo seleccionado del grupo que consiste en un átomo de halógeno, un grupo toluenosulfonilo, un grupo metanosulfonilo, un grupo bencenosulfonilo y un grupo p-bromobencenosulfonilo.

Ar_a es un grupo fenilo. X es un grupo de unión de las siguientes fórmulas (i-1) a (i-3);

50

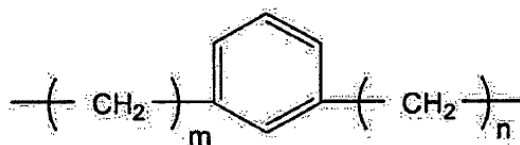


(i-1)

55

en la que n es un número entero de 1 a 6;

60

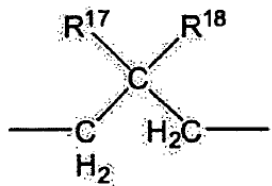


(i-2)

65

en la que m y n son cada uno independientemente un número entero de 0 a 3;

5



(1-3)

10

en la que R¹⁷ y R¹⁸ representan cada uno independientemente un grupo alquilo C₁₋₆ o un grupo fenilo.

15

Incidentalmente, aunque el compuesto de carbodiimida cíclico es capaz proteger terminalmente de manera eficaz los grupos ácidos de un compuesto polimérico, si se desea, sin alejarse de la esencia de la invención, por ejemplo, puede utilizarse conjuntamente un agente de protección terminal del grupo carboxilo conocido para los polímeros. Los ejemplos de tales agentes de protección terminal del grupo carboxilo conocidos incluyen los agentes descritos en el documento JP-A-2005-2174, tal como un compuesto epoxi, un compuesto de oxazolina y un compuesto de oxazina.

20

Ejemplos

En lo sucesivo, la invención se describirá con mayor detalle mediante ejemplos. Incidentalmente, los valores de las propiedades en los ejemplos se determinaron mediante los siguientes métodos.

25

A. Punto de fusión, cristalinidad del estereocomplejo (S):

La medición se realizó utilizando TA-2920 fabricado por TA Instruments a una velocidad de aumento de temperatura de 20°C/min. La temperatura máxima del pico de fusión obtenida se define como punto de fusión.

30

Además, mediante TA-2920, se calentó una muestra en una corriente de gas nitrógeno a 250°C a 10°C/min en el primer ciclo, y se midieron la temperatura de transición vítrea (T_g), la temperatura de fusión cristalina del ácido poliláctico en fase de estereocomplejo (T_m^{*}), la entalpía de fusión cristalina del ácido poliláctico en fase de estereocomplejo (ΔH_{m_s}) y la entalpía de fusión cristalina del ácido poliláctico en fase homo (ΔH_{m_h}).

35

La muestra de medición se enfrió rápidamente, y se realizó la medición de un segundo ciclo en las mismas condiciones para medir la temperatura de inicio de la cristalización (T_c^{*}) y la temperatura de cristalización (T_c). A partir de las entalpías de fusión cristalina del ácido poliláctico en fase de estereocomplejo y en fase homo obtenidas en la medición anterior, se determinó la cristalinidad del estereocomplejo (S) utilizando la siguiente ecuación:

40

$$S = [\Delta H_{m_s} / (\Delta H_{m_h} + \Delta H_{m_s})] \times 100 (\%)$$

45

en la que ΔH_{m_s} es la entalpía de fusión del cristal en fase de complejo, y ΔH_{m_h} es la entalpía de fusión del cristal de ácido poliláctico en fase homo.

B. Concentración de grupos terminales carboxilo (eq/ton):

50

Concentración de grupos carboxilo: Se disolvió una muestra en o-cresol purificado en una corriente de nitrógeno y se tituló con una solución de etanol de hidróxido de potasio 0,05 N utilizando como indicador azul de bromocresol.

55

C. Ensayo de generación de gas isocianato:

Se calentó una muestra a 160°C durante 5 minutos, y se realizó la determinación cualitativa/cuantitativa mediante análisis por pirólisis-GC/MS. Incidentalmente, la determinación cuantitativa se realizó utilizando una curva de calibración preparada con isocianato. Para el GC/MS, se utilizó un GC/MS Jms Q1000GC K9 fabricado por JEOL.

60

D. Estabilidad a la hidrólisis:

Se trató una muestra de fibra obtenida en un termohigrostat a 80°C y 95% de humedad relativa durante 100 horas, y a continuación se evaluó el mantenimiento de la viscosidad reducida.

65

La estabilidad de una fibra a la hidrólisis se considera "aceptable" cuando el mantenimiento de la viscosidad reducida es del 80% a menos del 90%, "excelente" cuando es del 90% a menos del 95%, y "particularmente excelente" cuando es del 95% al 100%.

E. Medición de la viscosidad reducida ($\eta_{sp/c}$):

5 Se disolvió una muestra que pesaba 1,2 mg en 100 ml de un [disolvente mixto de tetracloroetano/fenol = (6/4)% en peso], y se realizó la medición a 35°C utilizando un tubo de viscosidad Ubbelohde. El mantenimiento de la viscosidad reducida se determinó tomando como el 100% la viscosidad reducida de la muestra antes del tratamiento.

F. Medición de la resistencia a la tracción:

10 Mediante un analizador de resistencia a la tracción fabricado por A&D, se sometió una muestra a un ensayo de tracción con una distancia entre mandriles de 100 mm y a una velocidad de tracción de 5 cm/min según el método de ensayo de JIS L-1013:2010.

G. Valor L*, valor C*

15 Se apilaron dos muestras de tela teñida, y se determinaron los valores utilizando un espectrocolorímetro SD-5000 fabricado por Nippon Denshoku Industries.

H. Desgaste:

20 En el caso en el que la muestra era de un monofilamento, se fijó un peso con una carga de 100 g en el extremo del filamento, y, mientras se dejaba caer una suspensión acuosa al 0,5% de "Escalon #800" fabricado por Sankyo Seifun, que es un polvo de carbonato de calcio para utilizar como carga en la fabricación de papel neutralizado, sobre la superficie de un cilindro de cerámica de 60 cm de diámetro que giraba a 1.500 rpm, se puso en contacto el filamento con la superficie. Se midió el tiempo hasta que se rompió la fibra.

25 En el caso en el que la muestra era un multifilamento, se extrajo al azar una fibra individual de entre las fibras que formaban el multifilamento, y se sometió a la evaluación anterior. El índice de evaluación es el desgaste (mm)/hora.

30

I. Factor de cobertura (CF)

35 Se determinaron la finura total de la urdimbre (dtex), la densidad del tejido de urdimbre (hilos/2,54 cm), la finura total de la trama (dtex) y la densidad del tejido de trama (hilos/dtex) de un textil tejido, y se realizó el cálculo mediante la siguiente ecuación.

40

$$CF = \sqrt{\frac{DWp}{1,1}} \times MWp + \sqrt{\frac{DWf}{1,1}} \times MWf$$

45 DWp es la finura total de la urdimbre, MWp es la densidad del tejido de urdimbre, DWf es la finura total de la trama y MWf es la densidad del tejido de trama.

Ejemplo de Referencia 1

50 Se añadió octilato de estaño en una cantidad del 0,005% en peso en base al 100% en peso de L-lactida (fabricada por Musashino Chemical Laboratory, pureza óptica: 100%), y se dejó reaccionar la mezcla en atmósfera de nitrógeno en un reactor equipado con una pala de agitación a 180°C durante 2 horas. Como desactivador de catalizador, se añadió a la misma ácido fosfórico en una cantidad de 1,2 equivalentes de octilato de estaño, a continuación se eliminó la lactida residual a 13,3 Pa, y el producto resultante se conformó en virutas. Se obtuvo así poli(ácido L-láctico).

55

El poli(ácido L-láctico) obtenido tenía un peso molecular medio ponderado de 152.000, una temperatura de transición vítrea (Tg) de 55°C y un punto de fusión de 175°C. La concentración de grupos carboxilo fue 14 eq/ton, y el mantenimiento de la viscosidad reducida en la hidrólisis fue del 9,5%.

60

Ejemplo de Referencia 2

65 Se realizó la polimerización en las mismas condiciones que en el Ejemplo de Referencia 1, salvo que la L-lactida se reemplazó con D-lactida (fabricada por Musashino Chemical Laboratory, pureza óptica: 100%). Se obtuvo así poli(ácido D-láctico). El poli(ácido D-láctico) obtenido tenía un peso molecular medio ponderado de 151.000, una temperatura de transición vítrea (Tg) de 55°C y un punto de fusión de 175°C. La concentración de

grupos carboxilo fue 15 eq/ton, y el mantenimiento de la viscosidad reducida en la hidrólisis fue del 9,1%. El poli(ácido D-láctico) obtenido y el poli(ácido L-láctico) obtenido mediante el procedimiento del Ejemplo de Referencia 1 cada uno en una cantidad del 50% en peso, se mezclaron con una sal metálica de éster del ácido fosfórico ("ADK STAB" NA-11 fabricada por ADEKA) en una cantidad del 0,3% en peso en un mezclador, y se secaron al vacío a 110°C durante 5 horas. Después de ello, la mezcla se amasó en fusión durante la evacuación a una temperatura del cilindro de 230°C y una presión de purga de 13,3 Pa, a continuación se extruyó en hebras en un baño de agua, y se conformó en virutas con un cortador de virutas. Por lo tanto, se obtuvo una composición con una cristalinidad del estereocomplejo (S) del 100% y una temperatura de fusión cristalina de 216°C.

La concentración de grupos carboxilo de la composición fue 11 eq/ton, y el mantenimiento de la viscosidad reducida en la hidrólisis fue del 10%.

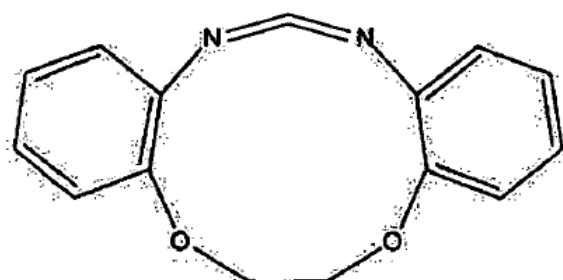
Ejemplo de Referencia 3

Se cargaron o-Nitrofenol (0,11 mol), 1,2-dibromoetano (0,05 mol), carbonato de potasio (0,33 mol) y 200 ml de N,N-dimetilformamida (DMF) en un reactor equipado con un agitador y un calentador en una atmósfera de N₂, y se dejó reaccionar a 130°C durante 12 horas. A continuación, se eliminó el DMF reduciendo la presión, y la materia sólida resultante se disolvió en 200 ml de diclorometano, seguido de separación tres veces con 100 ml de agua. La capa orgánica se secó sobre 5 g de sulfato de sodio, y el diclorometano se eliminó reduciendo la presión. Se obtuvo así un producto intermedio A (compuesto nitro).

A continuación, se cargaron el producto intermedio A (0,1 mol), paladio sobre carbono (Pd/C) al 5% (1 g), y 200 ml de etanol/diclorometano (70/30) en un reactor equipado con un agitador, y se reemplazó la atmósfera con hidrógeno cinco veces. Se dejó reaccionar la mezcla a 25°C con suministro constante de hidrógeno. La reacción se interrumpió cuando dejó de disminuir el hidrógeno. Se recuperó el Pd/C, y se eliminó el disolvente mixto. Se obtuvo así un producto intermedio B (compuesto de amina).

A continuación, en una atmósfera de N₂, se cargaron dibromuro de trifetilfosfina (0,11 mol) y 150 ml de 1,2-dicloroetano en un reactor equipado con un agitador, un calentador y un embudo de goteo, seguido de agitación. A continuación, se añadió lentamente, gota a gota, a 25°C, una solución del producto intermedio B (0,05 mol) y trietilamina (0,25 mol) disuelta en 50 ml de 1,2-dicloroetano. Después de finalizado el goteo, se dejó reaccionar la mezcla a 70°C durante 5 horas. Posteriormente, se filtró la solución de reacción, y el filtrado se separó cinco veces con 100 ml de agua. La capa orgánica se secó sobre 5 g de sulfato de sodio, y el 1,2-dicloroetano se eliminó reduciendo la presión. Se obtuvo así un producto intermedio C (compuesto de trifetilfosfina).

A continuación, en una atmósfera de N₂, se cargaron dicarbonato de di-terc-butilo (0,11 mol), N,N-dimetil-4-aminopiridina (0,055 mol) y 150 ml de diclorometano, en un reactor equipado con un agitador y un embudo de goteo, seguido de agitación. A continuación, a 25°C, se añadieron lentamente gota a gota al mismo 100 ml de diclorometano que tenía disuelto en el mismo el producto C intermedio (0,05 mol). Después de finalizado el goteo, se dejó reaccionar la mezcla durante 12 horas. Posteriormente, se eliminó el diclorometano, y se purificó la materia sólida resultante para dar un compuesto de carbodiimida cíclico (1) (PM = 252) representado por la siguiente fórmula estructural. La estructura se confirmó mediante RMN e IR.



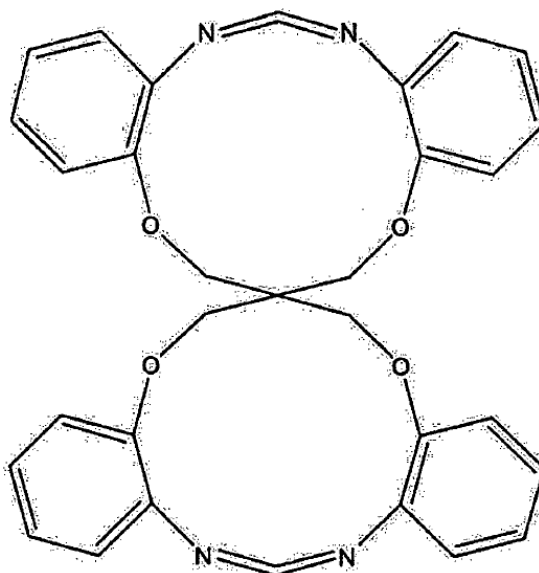
Ejemplo de Referencia 4

Se cargaron o-Nitrofenol (0,11 mol), tetrabromuro de pentaeritrilo (0,025 mol), carbonato de potasio (0,33 mol) y 200 ml de N,N-dimetilformamida, en un reactor equipado con un agitador y un calentador en una atmósfera de N₂, y se dejaron reaccionar a 130°C durante 12 horas. A continuación se eliminó el DMF reduciendo la presión, y la materia sólida resultante se disolvió en 200 ml de diclorometano, seguido de separación tres veces con 100 ml de agua. La capa orgánica se secó sobre 5 g de sulfato de sodio, y el diclorometano se eliminó reduciendo la presión. Se obtuvo así un producto intermedio D (compuesto nitro).

A continuación, se cargaron el producto intermedio D (0,1 mol), paladio sobre carbono (Pd/C) al 5% (2 g) y 400 ml de etanol/diclorometano (70/30) en un reactor equipado con un agitador, y se reemplazó la atmósfera con hidrógeno cinco veces. Se dejó reaccionar la mezcla a 25°C con un suministro constante de hidrógeno. La reacción se interrumpió cuando dejó de disminuir el hidrógeno. Se recuperó el Pd/C, y se eliminó el disolvente mixto. Se obtuvo así un producto intermedio E (compuesto de amina).

A continuación, en una atmósfera de N₂, se cargaron dibromuro de trifenilfosfina (0,11 mol) y 150 ml de 1,2-dicloroetano en un reactor equipado con un agitador, un calentador y un embudo de goteo, seguido de agitación. A continuación, se añadió lentamente gota a gota, a 25°C, una solución del producto intermedio E (0,025 mol) y trietilamina (0,25 mol) disuelta en 50 ml de 1,2-dicloroetano. Después de finalizado el goteo, se dejó reaccionar la mezcla a 70°C durante 5 horas. Posteriormente, se filtró la solución de reacción, y el filtrado se separó cinco veces con 100 ml de agua. La capa orgánica se secó sobre 5 g de sulfato de sodio, y el 1,2-dicloroetano se eliminó reduciendo la presión. Se obtuvo así un producto intermedio F (compuesto de trifenilfosfina).

A continuación, se cargaron en una atmósfera de N₂, dicarbonato de di-terc-butilo (0,11 mol), N,N-dimetil-4-aminopiridina (0,055 mol) y 150 ml de diclorometano, en un reactor equipado con un agitador y un embudo de goteo, seguido de agitación. A continuación, a 25°C, se añadieron al mismo lentamente, gota a gota, 100 ml de diclorometano que tenía disuelto en el mismo el producto intermedio F (0,025 mol). Después de finalizado el goteo, se dejó reaccionar la mezcla durante 12 horas. Posteriormente, se eliminó el diclorometano, y se purificó la materia sólida resultante para dar un compuesto de carbodiimida cíclico (2) (PM = 516) representado por la siguiente fórmula estructural. La estructura se confirmó mediante RMN e IR.



Ejemplo de Referencia 5

El poli(ácido L-láctico) obtenido mediante el procedimiento del Ejemplo de Referencia 1 en una cantidad del 100% en peso se secó a vacío a 110°C durante 5 horas, a continuación se alimentó a través de un primer orificio de alimentación de una extrusora de doble tornillo, y se amasó en fusión durante la evacuación a una temperatura del cilindro de 210°C y una presión de purga de 13,3 Pa. Después de ello, el compuesto de carbodiimida cíclico (1) obtenido mediante el procedimiento del Ejemplo de Referencia 3 en una cantidad del 1% en peso se alimentó a través de un segundo orificio de alimentación, se amasó en fusión a una temperatura del cilindro de 210°C, se extruyó en hebras en un baño de agua, y se conformó en virutas con un cortador de virutas. Durante la producción de la composición, no se detectó olor a isocianato.

Ejemplo de Referencia 6

Se realizó el mismo procedimiento que en el Ejemplo de Referencia 5, salvo que como compuesto de carbodiimida cíclico se utilizó el compuesto de carbodiimida cíclico (2) obtenido mediante el procedimiento del Ejemplo de Referencia 4. Durante la producción de la composición, no se detectó olor a isocianato.

Ejemplo de Referencia 7

5 Se obtuvo una composición mediante el mismo procedimiento que en el Ejemplo de Referencia 2, salvo que después el poli(ácido D-láctico) obtenido y el poli(ácido L-láctico) obtenido mediante el procedimiento del Ejemplo de Referencia 1 cada uno en una cantidad del 50% en peso se mezclaron con una sal metálica de éster del ácido fosfórico ("ADK STAB" NA-11 fabricada por ADEKA) en una cantidad del 0,3% en peso en un mezclador, y se secaron a vacío a 110°C durante 5 horas, la mezcla, a través de un primer orificio de alimentación de una amasadora, se amasó en fusión durante la evacuación a una temperatura del cilindro de 230°C y una presión de purga de 13,3 Pa, y a continuación el compuesto de carbodiimida cíclico (1) obtenido mediante el procedimiento del Ejemplo de Referencia 3 se alimentó en una cantidad del 1% en peso a través de un segundo orificio de alimentación y se amasó en fusión a una temperatura del cilindro de 230°C. Durante la producción de la composición, no se detectó olor a isocianato.

Ejemplo de Referencia 8

15 Se obtuvo una composición mediante el mismo procedimiento que en el Ejemplo de Referencia 7, salvo que como compuesto de carbodiimida cíclico se utilizó el compuesto de carbodiimida cíclico (2) obtenido mediante el procedimiento del Ejemplo de Referencia 4. Durante la producción de la composición, no se detectó olor a isocianato.

20 Ejemplo 1

25 Las virutas de poli(ácido L-láctico) con un punto de fusión de 170°C y una concentración de grupos terminales carboxilo de 0 eq/ton obtenidas en el Ejemplo de Referencia 5 se secaron durante 12 horas en un secador de vacío puesto a 110°C. Las virutas secas se fundieron en una máquina de hilatura por extrusión de un solo tornillo a una temperatura de extrusión de 210°C, y se hilaron a través de una hilera con 36 agujeros a una temperatura de la hilera de 210°C. El hilado se recogió a 500 m/min para dar un hilo no estirado. Durante la hilatura, no se detectó el olor acre del gas isocianato.

30 Utilizando una máquina de estirado de tipo de rodillo caliente, el hilo no estirado se estiró en condiciones de temperatura de estiramiento de 90°C, temperatura de termofijación de 120°C, relación de estiramiento de 3,8 y velocidad de estiramiento 800 m/min, dando así un hilo estirado de 168 dtex/36 filamentos. El hilo estirado obtenido tenía una resistencia de 4,8 cN/dtex y una retracción en agua hirviendo del 8%. Las fibras obtenidas se sometieron a un ensayo de generación de gas isocianato. Como resultado, no se detectó isocianato.

35 Ejemplo 2

40 Las virutas de poli(ácido L-láctico) con un punto de fusión de 170°C y una concentración de grupos terminales carboxilo de 0 eq/ton obtenidas en el Ejemplo de Referencia 6 se secaron durante 12 horas en un secador de vacío a 110°C. Las virutas secas se fundieron en una máquina de hilatura por extrusión de un solo tornillo a una temperatura de extrusión de 210°C, y se hilaron a través de una hilera con 36 agujeros a una temperatura de la hilera de 210°C. El hilado se recogió a 500 m/min para dar un hilo no estirado. Durante la hilatura, no se detectó el olor acre del gas isocianato.

45 Utilizando una máquina de estirado de tipo de rodillo caliente, el hilo no estirado se estiró en condiciones de temperatura de estiramiento de 90°C, temperatura de termofijación de 120°C, relación de estiramiento de 3,8 y velocidad de estiramiento 800 m/min, dando así un hilo estirado de 168 dtex/36 filamentos. El hilo estirado obtenido tenía una resistencia de 4,8 cN/dtex y una retracción en agua hirviendo del 8%. Las fibras obtenidas se sometieron a un ensayo de generación de gas isocianato. Como resultado, no se detectó isocianato.

50 Ejemplo 3

55 Las virutas de estereocomplejo de ácido poliláctico con un punto de fusión de 213°C y una concentración de grupos terminales carboxilo de 0 eq/ton obtenidas en el Ejemplo de Referencia 7 se secaron durante 12 horas en un secador de vacío a 110°C. Las virutas secas se fundieron en una máquina de hilatura por extrusión de un solo tornillo a una temperatura de extrusión de 230°C, y se hilaron a través de una hilera con 36 agujeros a una temperatura de la hilera de 230°C. El hilado se recogió a 500 m/min para dar un hilo no estirado. Durante la hilatura, no se detectó el olor acre del gas isocianato.

60 Utilizando una máquina de estirado de tipo de rodillo caliente, el hilo no estirado se estiró en condiciones de temperatura de estiramiento de 90°C, temperatura de termofijación de 180°C, relación de estiramiento de 3,8 y velocidad de estiramiento 800 m/min, dando así un hilo estirado de 168 dtex/36 filamentos. El hilo estirado obtenido tenía una resistencia de 4,2 cN/dtex y una retracción en agua hirviendo del 8%. Las fibras obtenidas se sometieron a un ensayo de generación de gas isocianato. Como resultado, no se detectó isocianato.

65 Ejemplo 4

Las virutas de estereocomplejo de ácido poliláctico con un punto de fusión de 213°C y una concentración de grupos terminales carboxilo de 0 eq/ton obtenidas en el Ejemplo de Referencia 8 se secaron durante 12 horas en un secador de vacío a 110°C. Las virutas secas se fundieron en una máquina de hilatura por extrusión de un solo tornillo a una temperatura de extrusión de 230°C, y se hilaron a través de una hilera con 36 agujeros a una temperatura de la hilera de 230°C. El hilado se recogió a 500 m/min para dar un hilo no estirado. Durante la hilatura, no se detectó el olor acre del gas isocianato.

Utilizando una máquina de estirado de tipo de rodillo caliente, el hilo no estirado se estiró en condiciones de temperatura de estiramiento de 90°C, temperatura de termofijación de 180°C, relación de estiramiento de 3,8 y velocidad de estiramiento 800 m/min, dando así un hilo estirado de 168 dtex/36 filamentos. El hilo estirado obtenido tenía una resistencia de 4,3 cN/dtex y una retracción en agua hirviendo del 8%. Las fibras obtenidas se sometieron a un ensayo de generación de gas isocianato. Como resultado, no se detectó isocianato.

Ejemplo Comparativo 1

Junto con la resina producida en el Ejemplo de Referencia 1, se amasó un compuesto de policarbodiimida lineal disponible en el mercado ("CARBODILITE" LA-1 fabricado por Nisshinbo Chemical) en una cantidad del 1% a 210°C utilizando una extrusora de doble tornillo. A partir de las virutas resultantes, se obtuvo un hilo estirado de 168 dtex/36 filamentos de la misma manera que en el Ejemplo 1. El hilo estirado tenía una resistencia de 4,2 cN/dtex y una retracción en agua hirviendo del 7%. Durante la hilatura, se detectó el olor acre del isocianato cerca de la unidad de hilatura. Además, como resultado de un ensayo de generación de gas isocianato en las fibras, se generaron 30 ppm de gas isocianato.

Ejemplo Comparativo 2

Junto con la resina producida en el Ejemplo de Referencia 2, se amasó una policarbodiimida lineal disponible en el mercado ("Carbodilite" LA-1 fabricada por Nisshinbo Chemical) en una cantidad del 1% a 210°C utilizando una extrusora de doble tornillo. A partir de las virutas resultantes, se obtuvo un hilo estirado de 168 dtex/36 filamentos de la misma manera que en el Ejemplo 1. El hilo estirado tenía una resistencia de 4,2 cN/dtex y una retracción en agua hirviendo del 7%. Durante la hilatura, se detectó el olor acre del isocianato cerca de la unidad de hilatura. Además, como resultado de un ensayo de generación de gas isocianato en las fibras, se generaron 46 ppm de gas isocianato.

Ejemplo 5

Se preparó un tejido tafetán utilizando el hilo estirado obtenido mediante el procedimiento del Ejemplo 1, se sometió a lavado industrial a 80°C x 20 minutos, y a continuación se sometió a termofijación en seco a 150°C x 2 minutos. El textil tejido se tiñó en un baño de tintura ajustado a las siguientes condiciones a 100°C x 30 minutos, posteriormente se enjabonó en un baño ajustado a las siguientes condiciones durante 10 minutos mientras se mantenía una ebullición suave, y a continuación se enfrió en agua a 60°C o menos y se sacó, seguido de eliminación de la humedad con residuos. Después de ello, se realizó la termofijación con la plancha puesta a 120°C.

La tela obtenida tenía un valor L* de 53,46 y un valor C* de 63,85. Por lo tanto, se obtuvo una tela con excelentes propiedades cromógenas.

<Baño de tintura>

Tinte: "Dianix Red E-Plus" (3% owf) fabricado por DyStar

Auxiliar de tintura: promotor de color intenso (de uso profesional) (16,8% owf) fabricado por Katsuya Fine Goods

Relación de baño: 1:80

<Baño de enjabonado>

Agente de enjabonado: agente de enjabonado (de uso profesional) (16,8% owf) fabricada por Katsuya Fine Goods

Relación de baño: 1:500

Ejemplo 6

Se realizó el mismo procedimiento que en el Ejemplo 5, salvo que se produjo un tejido tafetán utilizando el hilo estirado obtenido mediante el procedimiento del Ejemplo 2, y que el tinte se cambió de "Dianix Red E-Plus" (3% owf) fabricado por DyStar a "Dianix Blue E-Plus" (3% owf) fabricado por DyStar. Como resultado, se obtuvo una tela con excelentes propiedades cromógenas con un valor L* de 41,34 y un valor C* de 45,78.

Ejemplo 7

Se realizó el mismo procedimiento que en el Ejemplo 5, salvo que se produjo un tejido tafetán utilizando el hilo estirado obtenido mediante el procedimiento del Ejemplo 3, y que el tinte se cambió de "Dianix Red E-Plus" (3% owf) fabricado por DyStar a "Dianix Yellow E-Plus" (3% owf) fabricado por DyStar. Como resultado, se obtuvo una tela con excelentes propiedades cromógenas con un valor L* de 86,67 y un valor C* de 61,67.

5 Ejemplo 8

Se realizó el mismo procedimiento que en el Ejemplo 5, salvo que se produjo un tejido tafetán utilizando el hilo estirado obtenido mediante el procedimiento del Ejemplo 4, y se tiñó. La estructura de fibra obtenida tenía un valor L* de 53,48 y un valor C* de 63,86. Por lo tanto, se obtuvo una estructura de fibra con excelentes propiedades cromógenas.

10

Ejemplo Comparativo 3

Se realizó el mismo procedimiento que en el Ejemplo 5, salvo que se produjo un tejido tafetán de la misma manera utilizando el hilo estirado obtenido mediante el procedimiento del Ejemplo Comparativo 1, y se tiñó. La estructura de fibra obtenida tenía un valor L* de 53,44 y un valor C* de 63,80. Por lo tanto, se obtuvo una estructura de fibra con excelentes propiedades cromógenas.

15

20 Ejemplo Comparativo 4

Se realizó el mismo procedimiento que en el Ejemplo 5, salvo que se produjo un tejido tafetán de la misma manera utilizando el hilo estirado obtenido mediante el procedimiento del Ejemplo Comparativo 2, y se tiñó. La estructura de fibra obtenida tenía un valor L* de 53,45 y un valor C* de 63,84. Por lo tanto, se obtuvo una estructura de fibra con excelentes propiedades cromógenas.

25

Ejemplo 9

Se preparó un tejido tafetán utilizando el hilo estirado obtenido mediante el procedimiento del Ejemplo 1, lavado a 80°C x 20 minutos, y a continuación sometido a termofijación en seco a 150°C x 2 minutos. El textil tejido se tiñó en un baño de tintura ajustado a las siguientes condiciones a 100°C x 30 minutos, posteriormente se enjabonó en un baño ajustado a las siguientes condiciones durante 10 minutos mientras se mantenía una ebullición suave, y a continuación se enfrió con agua a 60°C o menos y se sacó, seguido de eliminación de la humedad con residuos. Después de ello, se realizó la termofijación con la plancha puesta a 120°C.

30

La tela obtenida tenía un valor L* de 25,60 y un valor C* de 3,27. Por lo tanto, se obtuvo una tela con excelentes propiedades de color intenso.

35

<Baño de tintura>

Tinte: "Dianix BL HLA953" (3% owf) fabricado por DyStar
Auxiliar de tintura: promotor de color intenso (de uso profesional) (16,8% owf) fabricado por Katsuraya Fine Goods
Relación de baño: 1:80

40

<Baño de enjabonado>

Agente de enjabonado: agente de enjabonado (de uso profesional) (16,8% owf) fabricada por Katsuraya Fine Goods
Relación de baño: 1:500

45

50 Ejemplo 10

Se realizó el mismo procedimiento que en el Ejemplo 9, salvo que se utilizó el hilo estirado obtenido mediante el procedimiento del Ejemplo 2. Como resultado, como en el Ejemplo 9, se obtuvo una tela con excelentes propiedades de color intenso.

55

Ejemplo Comparativo 5

Se realizó el mismo procedimiento que en el Ejemplo 9, salvo que se utilizó el hilo estirado obtenido mediante el procedimiento del Ejemplo Comparativo 1. Como resultado, la estructura de fibra obtenida tenía un valor L* de 25,60 y un valor C* de 3,28. Por lo tanto, se obtuvo una estructura de fibra con excelentes propiedades de color intenso.

60

65 Ejemplo 11

Se mezclaron virutas de PET (tereftalato de polietileno "TR-8580" fabricado por Teijin Fibers Limited, viscosidad reducida: 0,35 dl/g) en una cantidad del 88% en peso y virutas de elastómero termoplástico de poliéster ("HYTREL" 4057 fabricado por DuPont-Toray), un elastómero termoplástico, en una cantidad del 11% en peso, en un mezclador con forma de V en una atmósfera de nitrógeno para dar virutas de mezcla.

5

A continuación, se alimentaron las virutas de mezcla a través de un primer orificio de alimentación de una máquina de hilatura por fusión de tipo extrusora equipada con una boquilla con un diámetro de 1,5 mm, y se amasó en fusión durante la evacuación a una temperatura del cilindro de 270°C y una presión de purga de 13,3 Pa. Después de ello, el compuesto de carbodiimida cíclico (2) obtenido mediante el procedimiento del Ejemplo de Referencia 4 se alimentó en una cantidad del 1% en peso de un segundo orificio de alimentación, y se amasó en fusión a una temperatura del cilindro de 270°C, seguido de hilatura. El hilo se enfrió una vez que, a continuación se estiró hasta 5,7 veces su longitud original a 120°C, y se sometió a termofijación de relajación hasta 0,9 veces su longitud original para dar una fibra de poliéster (monofilamento) con un diámetro de 0,22 mm y una resistencia de 3,6 cN/dtex.

10

15

Se evaluó la resistencia al desgaste del monofilamento. Como resultado, tardó 90 minutos en romperse (resistencia al desgaste = 0,15 mm/h). En el momento del amasado en fusión y la hilatura, no se detectó olor a isocianato. Además, tras la fusión a 300°C durante 5 minutos, el resultado de la evaluación del olor a isocianato fue aceptable. Además, se evaluó el mantenimiento de la viscosidad reducida de una muestra tratada en una olla a presión a 120°C y un 100% de humedad relativa durante 50 horas. La calificación es "aceptable" cuando el mantenimiento de la viscosidad reducida es del 80% a menos del 90%, "excelente" cuando es del 90% a menos del 95%, y "particularmente excelente" cuando es del 95% al 100%. En este ejemplo, fue excelente.

20

25

Ejemplo 12

Se obtuvo una fibra de poliéster (monofilamento) mediante el mismo procedimiento que en el Ejemplo 11, salvo que en lugar del compuesto de carbodiimida cíclico (2) se utilizó el compuesto de carbodiimida cíclico (1) obtenido mediante el procedimiento del Ejemplo de Referencia 3.

30

La evaluación de la resistencia al desgaste del monofilamento presentó una resistencia al desgaste de 0,15 mm/h. En el momento del amasado en fusión y la hilatura, no se detectó olor a isocianato. Además, tras la fusión a 300°C durante 5 minutos, el resultado de la evaluación del olor a isocianato fue aceptable. Además, con respecto a una muestra tratada en una olla a presión a 120°C y un 100% de humedad relativa durante 50 horas, el mantenimiento de la viscosidad reducida se calificó como excelente.

35

Ejemplo 13

Se obtuvo una fibra de poliéster (monofilamento) mediante el mismo procedimiento que en el Ejemplo 11, salvo que como elastómero termoplástico se utilizó un elastómero de poliolefina ("Thermorun" 3550 fabricado por Mitsubishi Chemical).

40

La evaluación de la resistencia al desgaste del monofilamento presentó una resistencia al desgaste de 0,07 mm/h. En el momento del amasado en fusión y la hilatura, no se detectó olor a isocianato. Además, tras la fusión a 300°C durante 5 minutos, el resultado de la evaluación del olor a isocianato fue aceptable. Además, con respecto a una muestra tratada en una olla a presión a 120°C y un 100% de humedad relativa durante 50 horas, el mantenimiento de la viscosidad reducida se calificó como excelente.

45

Ejemplo 14

Se obtuvo una fibra de poliéster (monofilamento) mediante el mismo procedimiento que en el Ejemplo 11, salvo que como elastómero termoplástico se utilizó un elastómero termoplástico de estireno ("RABALON" MJ5301C fabricado por Mitsubishi Chemical).

50

La evaluación de la resistencia al desgaste del monofilamento presentó una resistencia al desgaste de 0,09 mm/h. En el momento del amasado en fusión y la hilatura, no se detectó olor a isocianato. Además, tras la fusión a 300°C durante 5 minutos, el resultado de la evaluación del olor a isocianato fue aceptable. Además, con respecto a una muestra tratada en una olla a presión a 120°C y un 100% de humedad relativa durante 50 horas, el mantenimiento de la viscosidad reducida se calificó como excelente.

55

Ejemplo Comparativo 6

Se obtuvo una fibra de poliéster (monofilamento) mediante el mismo procedimiento que en el Ejemplo 11, salvo que no se utilizó ni un elastómero termoplástico ni un compuesto de carbodiimida cíclico.

60

La evaluación de la resistencia al desgaste del monofilamento presentó una resistencia al desgaste de 1,32 mm/h. En el momento del amasado en fusión y la hilatura, no se detectó olor a isocianato. Además, tras la

65

fusión a 300°C durante 5 minutos, el resultado de la evaluación del olor a isocianato fue aceptable. Adicionalmente, con respecto a una muestra tratada en una olla a presión a 120°C y un 100% de humedad relativa durante 50 horas, el mantenimiento de la viscosidad reducida se calificó como inaceptable.

5 Ejemplo 15

Se obtuvo una fibra de poliéster (monofilamento) mediante el mismo procedimiento que en el Ejemplo 11, salvo que no se añadió elastómero termoplástico (poliéster: 99% en peso, compuesto de carbodiimida cíclico: 1% en peso).

10 La evaluación de la resistencia al desgaste del monofilamento presentó una resistencia al desgaste de 0,88 mm/h. En el momento del amasado en fusión y la hilatura, no se detectó olor a isocianato. Además, tras la fusión a 300°C durante 5 minutos, el resultado de la evaluación del olor a isocianato fue aceptable. Además, con respecto a una muestra tratada en una olla a presión a 120°C y un 100% de humedad relativa durante 50 horas, el mantenimiento de la viscosidad reducida se calificó como excelente.

Ejemplo Comparativo 7

20 Se obtuvo una fibra de poliéster (monofilamento) mediante el mismo procedimiento que en el Ejemplo 11, salvo que como compuesto de carbodiimida cíclico se utilizó una carbodiimida con estructura lineal ("CARBODILITE" LA-1 fabricada por Nissinbo Chemical).

25 La evaluación de la resistencia al desgaste del monofilamento presentó una resistencia al desgaste de 0,22 mm/h. En el momento del amasado en fusión y la hilatura, se detectó olor a isocianato. Además, tras la fusión a 300°C durante 5 minutos, el resultado de la evaluación del olor a isocianato fue inaceptable. Adicionalmente, con respecto a una muestra tratada en una olla a presión a 120°C y un 100% de humedad relativa durante 50 horas, el mantenimiento de la viscosidad reducida se calificó como excelente.

Ejemplo Comparativo 8

30 Se obtuvo una fibra de poliéster (monofilamento) mediante el mismo procedimiento que en el Ejemplo 11, salvo que no se añadió compuesto de carbodiimida cíclico (poliéster: 89% en peso, de elastómero termoplástico: 11% en peso).

35 La evaluación de la resistencia al desgaste del monofilamento presentó una resistencia al desgaste de 0,22 mm/h. En el momento del amasado en fusión y la hilatura, no se detectó olor a isocianato. Además, tras la fusión a 300°C durante 5 minutos, el resultado de la evaluación del olor a isocianato fue aceptable. Sin embargo, el mantenimiento de la viscosidad reducida de una muestra tratada en una olla a presión a 120°C y un 100% de humedad relativa durante 50 horas fue inaceptable.

40 Ejemplo 16

45 Se secaron por separado virutas de ácido poliláctico (fabricado por NatureWorks; 6201D, punto de fusión: 170°C), bis estearamida de etileno (EBA) (fabricada por NOF Corporation; "ALFLOW" H-50S) que es una bisamida de ácido graso y el compuesto de carbodiimida cíclico (2), y a continuación se mezclaron en una relación ponderal de 80:10:10. La mezcla se amasó en fusión a 220°C y se conformó en virutas para dar virutas maestras (masterchips) de poliamida alifática.

50 Las virutas maestras producidas y las virutas de ácido poliláctico (fabricado por NatureWorks; 6201D, punto de fusión: 170°C) se mezclaron en una relación ponderal de 10:90 (como composición, contenido de EBA: 1,0% en peso, contenido de compuesto de carbodiimida cíclico: 1,0% en peso), y se sometieron a hilatura por fusión en una máquina de hilatura de tipo extrusora a una temperatura de hilatura de 230°C. Se enfrió el hilado y se aplicó al mismo un componente oleoso compuesto de estearato de isotridecilo/palmitato de octilo, que es un componente basado en éster de ácido graso, en una cantidad del 0,5% en peso con respecto al peso del hilo. El hilo se conformó en haces y a continuación se recogió a una velocidad de recogida de 1.000 m/min para dar un hilo no estirado.

55 El hilo no estirado obtenido se conformó en haces de 80 ktex, se estiró hasta 4,0 veces su longitud original en un baño de agua caliente de 90°C, a continuación se rizó mecánicamente en una caja rellena para dar 10 rizos/25 mm, y se trató térmicamente a 145°C x 10 minutos. Después de ello, se aplicó al mismo un componente oleoso basado en éster de alquilo en una cantidad del 0,5% en peso con respecto al peso del hilo. Se cortó el hilo a una longitud de fibra de 51 mm para dar fibras de ácido poliláctico (fibras discontinuas). En el momento del amasado en fusión y la hilatura, no se detectó olor a isocianato. Además, tras la fusión a 300°C durante 5 minutos, el resultado de la evaluación del olor a isocianato fue aceptable. La finura, la resistencia y el coeficiente de fricción de las fibras discontinuas obtenidas se determinaron según el método de JIS L-1015:1999. Como resultado, la finura de la fibra discontinua fue 6,6 dtex, la resistencia fue 2,4 cN/dtex, la concentración de grupos terminales carboxilo fue 0 eq/ton y el coeficiente de fricción fue 0,21.

Ejemplo 17

5 Se realizó el mismo procedimiento que en el Ejemplo 16, salvo que en lugar del compuesto de carbodiimida cíclico (2) se utilizó el compuesto de carbodiimida cíclico (1). En el momento del amasado en fusión y la hilatura, no se detectó olor a isocianato. Además, tras la fusión a 300°C durante 5 minutos, el resultado de la evaluación del olor a isocianato fue aceptable. La finura, la resistencia y el coeficiente de fricción de las fibras discontinuas obtenidas se determinaron según el método de JIS L-1015:1999. Como resultado, la finura de la fibra discontinua fue 6,6 dtex, la resistencia fue 2,4 cN/dtex, la concentración de grupos terminales carboxilo fue 0 eq/ton y el coeficiente de fricción fue 0,21.

Ejemplo Comparativo 9

15 Se realizó el mismo procedimiento que en el Ejemplo 16, salvo que en lugar del compuesto de carbodiimida cíclico (componente C) se utilizó un compuesto de policarbodiimida lineal [fabricado por Nisshinbo Chemical; "CARBODILITE" HMV-8CA]. En el momento del amasado en fusión y la hilatura, se detectó olor a isocianato. Además, tras la fusión a 300°C durante 5 minutos, el resultado de la evaluación del olor a isocianato fue inaceptable. La finura, la resistencia y el coeficiente de fricción de las fibras discontinuas obtenidas se determinaron según el método de JIS L-1015:1999. Como resultado, la finura de la fibra discontinua fue 6,6 dtex, la resistencia fue 2,4 cN/dtex, la concentración de grupos terminales carboxilo fue 5,8 eq/ton y el coeficiente de fricción fue 0,21.

Ejemplo Comparativo 10

25 Se realizó el mismo procedimiento que en el Ejemplo 16, salvo que no se utilizó compuesto de carbodiimida cíclico. En el momento del amasado en fusión y la hilatura, no se detectó olor a isocianato. Además, tras la fusión a 300°C durante 5 minutos, el resultado de la evaluación del olor a isocianato fue aceptable. La finura, la resistencia y el coeficiente de fricción de las fibras discontinuas obtenidas se determinaron según el método de JIS L-1015:1999. Como resultado, la finura de la fibra discontinua fue 6,6 dtex, la resistencia fue 2,5 cN/dtex, la concentración de grupos terminales carboxilo fue 25,8 eq/ton y el coeficiente de fricción fue 0,25.

Ejemplo Comparativo 11

35 Se secaron virutas de ácido poliláctico (fabricado por NatureWorks; 6201D, punto de fusión: 170°C) y posteriormente se sometieron a hilatura por fusión a una temperatura de hilatura de 230°C en una máquina de hilatura de tipo extrusora. Se enfrió el hilado y se aplicó al mismo un componente oleoso compuesto de estearato de isotridecilo/palmitato de octilo, que es un componente basado en éster de ácido graso, en una cantidad del 0,5% en peso con respecto a la fibra. El hilo se conformó en haces y a continuación se recogió a una velocidad de recogida de 1.000 m/min para dar un hilo no estirado.

40 El hilo no estirado obtenido se conformó en haces de 80 ktex, se estiró hasta 4,0 veces su longitud original en un baño de agua caliente de 90°C, a continuación se rizó mecánicamente en una caja rellenedora para dar 10 rizos/25 mm, y se trató térmicamente a 145°C x 10 minutos. Después de ello, se aplicó al mismo un componente oleoso basado en éster de alquilo en una cantidad del 0,5% en peso con respecto al peso del hilo. Se cortó el hilo a una longitud de fibra de 51 mm para dar fibras discontinuas de ácido poliláctico. En el momento del amasado en fusión y la hilatura, no se detectó olor a isocianato. Además, tras la fusión a 300°C durante 5 minutos, el resultado de la evaluación del olor a isocianato fue aceptable. La finura, la resistencia y el coeficiente de fricción de las fibras discontinuas obtenidas se determinaron según el método de JIS L-1015:1999. Como resultado, la finura de la fibra discontinua fue 6,6 dtex, la resistencia fue 2,6 cN/dtex, la concentración de grupos terminales carboxilo fue 25,2 eq/ton y el coeficiente de fricción fue 0,38.

Ejemplo de Referencia 9

55 Se añadió octilato de estaño en una cantidad del 0,005% en peso en base al 100% en peso de L-lactida (fabricada por Musashino Chemical Laboratory, pureza óptica: 100%), y se dejó reaccionar la mezcla en una atmósfera de nitrógeno en un reactor equipado con una pala de agitación a 180°C durante 2 horas. Se añadió ácido fosfórico a la misma en una cantidad de 1,2 equivalentes de octilato de estaño, a continuación se eliminó la lactida residual a 13,3 kPa, y el producto resultante se conformó en virutas. Se obtuvo así poli(ácido L-láctico). El poli(ácido L-láctico) obtenido tenía un peso molecular medio ponderado de 150.000, una temperatura de transición vítrea (T_g) de 63°C y un punto de fusión de 180°C.

60 Mientras, se añadió octilato de estaño en una cantidad del 0,005% en peso en base al 100% en peso de D-lactida (fabricada por Musashino Chemical Laboratory, pureza óptica: 100%), y se dejó reaccionar la mezcla en una atmósfera de nitrógeno en un reactor equipado con una pala de agitación a 180°C durante 2 horas. Se añadió ácido fosfórico a la misma en una cantidad de 1,2 equivalentes de octilato de estaño, a continuación se eliminó la lactida residual a 13,3 kPa, y el producto resultante se conformó en virutas. Se obtuvo así poli(ácido D-láctico). El

65

poli(ácido D-láctico) obtenido tenía un peso molecular medio ponderado de 150.000, una temperatura de transición vítrea (Tg) de 63°C y un punto de fusión de 180°C.

5 El poli(ácido L-láctico) y el poli(ácido D-láctico) obtenidos mediante el procedimiento anterior cada uno en una cantidad del 50% en peso junto con una sal metálica de éster del ácido fosfórico (sal sódica de 2,2-metilenbis(4,6-di-terc-butilfenol)fosfato, tamaño medio de partícula: 5 µm, "ADK STAB" NA-11 fabricada por ADEKA) en una cantidad del 0,1% en peso, se amasaron en fusión a 230°C, a continuación se conformaron en hebras en un baño de agua, y se conformaron en virutas con un cortador de virutas para dar virutas de estereocomplejo de ácido poliláctico. La resina de estereocomplejo de ácido poliláctico obtenida tenía un PM de 135.000, un punto de fusión (Tm) de 217°C, y una cristalinidad del estereocomplejo del 100%.

Ejemplo 18

15 Las virutas de poli(ácido L-láctico) obtenidas mediante el procedimiento del Ejemplo de Referencia 9 y el compuesto de carbodiimida cíclico (1) se secaron por separado y a continuación se mezclaron en una relación ponderal de 99:1. La mezcla se fundió en una máquina de hilatura de tipo extrusora a una temperatura de 220°C, y se hiló a una temperatura de hilatura de 255°C a una velocidad de descarga de 8,35 g/min utilizando una hilera con 36 orificios de descarga de 0,27 mmφ. Después de ello, el hilo no estirado se enrolló a una velocidad de 500 m/min. El hilo no estirado enrollado se estiró hasta 4,9 veces su longitud original en una máquina de estirado a una temperatura de precalentamiento de 80°C. Se enrolló el hilo estirado y a continuación se trató térmicamente a 140°C. Las propiedades de pase de proceso fueron excelentes en el proceso de hilatura y el proceso de estiramiento. El hilo estirado enrollado era un multifilamento con una finura de 167 dtex/36 filamentos.

25 Se unieron dos de los filamentos de ácido poliláctico obtenidos, se retorcieron 160 veces/m, y se tejieron como urdimbre y trama para formar un textil tejido con una estructura de sarga. Después de ello, se sometió el textil tejido a termofijación en seco a una temperatura de 140°C durante 2 minutos y, a continuación se tiñó a una temperatura de 120°C durante 30 minutos utilizando una máquina de tintura a chorro.

30 En ese momento, se tiñó el tejido utilizando el siguiente tinte disperso y se aclaró en el siguiente baño reductor (pH = 5,5).

Condiciones de tintura:

35 Tinte disperso: C.I. Azul disperso 79: 1% owf
Relación de baño: 1:20
Temperatura x Tiempo: 120°C x 30 minutos

Composición del baño reductor y condiciones de limpieza:

40 Dióxido de tiourea: 1 g/l
Relación de baño: 1:20
Temperatura x Tiempo: 70°C x 15 minutos

45 A continuación, se realizó el secado a una temperatura de 130°C durante 10 minutos, seguido de termofijación en seco a una temperatura de 140°C durante 2 minutos. Utilizando el textil tejido, se obtuvieron un uniforme, un material para interiores de automóviles (material de piel para asientos de automóvil) y un material de tapicería (funda para sillas). Tenían una excelente solidez al lavado, junto con una excelente durabilidad.

50 En el momento del amasado en fusión, la hilatura y el procesamiento, no se detectó olor a isocianato. Además, tras la fusión a 300°C durante 5 minutos, el resultado de la evaluación del olor a isocianato fue aceptable. La concentración de grupos terminales carboxilo de un filamento de ácido poliláctico analizado inmediatamente después de la hilatura fue 0 eq/ton, y la concentración de grupos terminales carboxilo de una fibra de ácido poliláctico extraída del textil tejido obtenida por tintura con un tinte disperso, aclaramiento por reducción y termofijación en seco fue 0 eq/ton.

55 Ejemplo 19

60 Las virutas de estereocomplejo de ácido poliláctico obtenidas mediante el procedimiento del Ejemplo de Referencia 9 y el compuesto de carbodiimida cíclico (2) se secaron por separado y a continuación se mezclaron en una relación ponderal de 99:1. La mezcla se fundió en una máquina de hilatura de tipo extrusora a una temperatura de 220°C, y se hiló a una temperatura de hilatura de 255°C a una velocidad de descarga de 8,35 g/min utilizando una hilera con 36 orificios de descarga de 0,27 mmφ. Después de ello, el hilo no estirado se enrolló a una velocidad de 500 m/min. El hilo no estirado enrollado se estiró hasta 4,9 veces su longitud original en una máquina de estirado a una temperatura de precalentamiento de 80°C. El hilo estirado se enrolló y a continuación se trató térmicamente a 180°C. Las propiedades de pase de proceso fueron excelentes en el proceso de hilatura y el proceso de estiramiento. El hilo estirado enrollado era un multifilamento con una finura de 167 dtex/36 filamentos, una

resistencia de 3,6 cN/dtex y una elongación del 35%. En la medición DSC, presentó un único pico de fusión, y la temperatura máxima de fusión (punto de fusión) fue 224°C, mientras que la cristalinidad del estereocomplejo fue del 100%.

5 Se unieron dos de los filamentos de estereocomplejo de ácido poliláctico obtenidos, se retorcieron 160 veces/m, y se tejieron como urdimbre y trama para formar un textil tejido con una estructura de sarga. Después de ello, se sometió el textil tejido a termofijación en seco a una temperatura de 150°C durante 2 minutos y, a continuación se tiñó a una temperatura de 120°C durante 30 minutos utilizando una máquina de tintura a chorro. En ese momento, se utilizó el mismo tinte disperso que en el Ejemplo 18, y la tintura y el aclaramiento por reducción se realizaron en las mismas condiciones.

10

Condiciones de tintura:

15 Tinte disperso: C.I. Azul disperso 79: 1% owf
Relación de baño: 1:20
Temperatura x Tiempo: 120°C x 30 minutos

Composición del baño reductor y condiciones de limpieza:

20 Dióxido de tiourea: 1 g/l
Relación de baño: 1:20
Temperatura x Tiempo: 70°C x 15 minutos

25 A continuación, se realizó el secado a una temperatura de 130°C durante 10 minutos, seguido de termofijación en seco a una temperatura de 160°C durante 2 minutos. Utilizando el textil tejido, se obtuvieron un uniforme, un material para interiores de automóviles (material de piel del asiento de automóvil) y un material de tapicería (funda para sillas). Tenían una excelente solidez al lavado, junto con una excelente durabilidad.

30 En el momento del amasado en fusión, la hilatura y el procesamiento, no se detectó olor a isocianato. Además, tras la fusión a 300°C durante 5 minutos, el resultado de la evaluación del olor a isocianato fue aceptable. La concentración de grupos terminales carboxilo de un filamento de ácido poliláctico analizado inmediatamente después de la hilatura fue 0 eq/ton, y la concentración de grupos terminales carboxilo de una fibra de ácido poliláctico extraída del textil tejido obtenida por tintura con un tinte disperso, aclaramiento por reducción y termofijación en seco fue 0 eq/ton.

35

Ejemplo Comparativo 12

40 Se realizó el mismo procedimiento que en el Ejemplo 18, salvo que en lugar del compuesto de carbodiimida cíclico (1) se utilizó un compuesto de policarbodiimida lineal [fabricado por Nisshinbo Chemical; "CARBODILITE" HMV-8CA]. La concentración de grupos terminales carboxilo de un filamento de ácido poliláctico analizado inmediatamente después de la hilatura fue 1 eq/ton, y la concentración de grupos terminales carboxilo de una fibra de ácido poliláctico extraída del textil tejido obtenida por tintura con un tinte disperso, aclaramiento por reducción y termofijación en seco fue 2 eq/ton. Sin embargo, se detectó olor a isocianato, especialmente en el momento de la hilatura. Además, tras la fusión a 300°C durante 5 minutos, el resultado de la evaluación del olor a isocianato fue inaceptable.

45

Ejemplo Comparativo 13

50 Se realizó el mismo procedimiento que en el Ejemplo 18, salvo que no se utilizó el compuesto de carbodiimida cíclico (1). En el momento del amasado en fusión, la hilatura y el procesamiento, no se detectó olor a isocianato. Además, tras la fusión a 300°C durante 5 minutos, el resultado de la evaluación del olor a isocianato fue aceptable. Sin embargo, la concentración de grupos terminales carboxilo de un filamento de ácido poliláctico analizado inmediatamente después de la hilatura fue 15 eq/ton, y la concentración de grupos terminales carboxilo de una fibra de ácido poliláctico extraída del textil tejido obtenida por tintura con un tinte disperso, aclaramiento por reducción y termofijación en seco fue 18 eq/ton, lo que indicaba escasa resistencia a la hidrólisis.

55

Ejemplo 20

60 Las virutas de poli(ácido L-láctico) obtenidas mediante el procedimiento del Ejemplo de Referencia 9 y el compuesto de carbodiimida cíclico (1) se secaron por separado, a continuación se mezclan en una relación ponderal de 99:1, y se sometieron a hilatura por fusión a una temperatura de hilatura de 250°C en una máquina de hilatura de tipo extrusora. El polímero fundido en la extrusora se guio hasta una unidad de hilatura, se filtró a través de un filtro de textil no tejido metálico de 20 µm, a continuación se pesó con una bomba de engranajes hasta una finura total de 400 dtex, y se hiló a través de una hilera con 96 agujeros de 0,6 φ. Se fijaron, 3 cm por debajo de la superficie de la hilera, un cilindro de calentamiento de 15 cm y un cilindro de aislamiento térmico de 15 cm, y se calentaron de manera que la temperatura ambiente en el cilindro fuese de 250°C.

65

La temperatura ambiente en el cilindro en el presente documento es la temperatura del espacio de aire en el centro longitudinal del cilindro de calentamiento, a 1 cm de la pared interior. Inmediatamente por debajo del cilindro de calentamiento, se fijó una conducto de soplado circular. Se sopló aire frío de 30°C al hilo a una velocidad de 30 m/min para enfriar y solidificar el hilo, y a continuación se aplicó al mismo un aceite. Como aceite, se utilizó una emulsión al 18% de TRN-4627, fabricada por Takemoto Oil & Fat, preparada con agua de intercambio iónico.

El hilo no estirado con el aceite aplicado al mismo se enrolló alrededor de un primer rodillo que giraba a una velocidad superficial de 375 m/min, y se recogió de esta manera. A continuación, sin enrollarlo, el hilo recogido se estiró sucesivamente un 1,5% entre el rodillo de recogida y el segundo rodillo, seguido de estiramiento en caliente en tres etapas para dar un 1,5% de relajación. A continuación, se enrolló el hilo a una velocidad de 3.000 m/min. El primer rodillo se fijó a 60°C, el segundo rodillo se fijó a 100°C, el primer rodillo de estirado se fijó a 115°C, el segundo rodillo de estirado se fijó a 140°C, y el tercer rodillo de estirado se fijó a 140°C. El rodillo de relajación no se calentó. Se colocó una boquilla de enmarañado entre el rodillo de relajación y la máquina bobinadora para enmarañar las fibras. El enmarañado se realizó aplicando aire a alta presión de 0,2 MPa (2 kg/cm²) en dirección sustancialmente perpendicular al hilo en movimiento en el aparato de enmarañado, dando así fibras de ácido poliláctico. Incidentalmente, en base a la relación de estiramiento total, la relación de estiramiento de la primera etapa se fijó al 34%, la relación de estiramiento de la segunda etapa se fijó al 33%, y la relación de estiramiento de la tercera etapa se fijó al 33%. Las fibras de ácido poliláctico obtenidas se tricotaron utilizando una tricotosa Raschel para producir un tejido de punto con un parte frontal de 7.000 dtex y una parte posterior de 4.700 dtex para dar una red con un tamaño de malla de 25 mm. En el momento del amasado en fusión, la hilatura y el procesamiento, no se detectó olor a isocianato. Además, tras la fusión a 300°C durante 5 minutos, el resultado de la evaluación del olor a isocianato fue aceptable.

La concentración de grupos terminales carboxilo de un filamento de ácido poliláctico analizado inmediatamente después de la hilatura fue 0 eq/ton, y la concentración de grupos terminales carboxilo de una fibra de ácido poliláctico extraída de la red obtenida fue 0 eq/ton.

Ejemplo 21

Se realizó el mismo procedimiento que en el Ejemplo 20, salvo que las virutas de estereocomplejo de ácido poliláctico obtenidas como polímero mediante el procedimiento del Ejemplo de Referencia 9 y el compuesto de carbodiimida cíclico (2) se secaron por separado y a continuación se mezclaron en una relación ponderal de 99:1, y se utilizó una mezcla de este tipo.

En el momento del amasado en fusión, la hilatura y el procesamiento, no se detectó olor a isocianato. Además, la concentración de grupos terminales carboxilo de un filamento de ácido poliláctico analizado inmediatamente después de la hilatura fue 0 eq/ton, y la concentración de grupos terminales carboxilo de una fibra de ácido poliláctico extraída de la red obtenida fue 0 eq/ton.

Ejemplo 22

Se realizó el mismo procedimiento que en el Ejemplo 20, salvo que el número de agujeros de la hilera fue 144. Seis de las fibras de ácido poliláctico obtenidas de 1.000 dtex se retorcieron juntas 50 veces/m, y otros diez de los hilos retorcidos se torcieron 40 veces/m para dar una hebra de 60.000 dtex. Tres de las hebras se torcieron 15 veces/m para dar una cuerda de tres cabos de 180.000 dtex con un diámetro de 11 mm.

En el momento del amasado en fusión, la hilatura y el procesamiento, no se detectó olor a isocianato. Además, la concentración de grupos terminales carboxilo de un filamento de ácido poliláctico analizado inmediatamente después de la hilatura fue 0 eq/ton, y la concentración de grupos terminales carboxilo de una fibra de ácido poliláctico extraída de la cuerda obtenida fue 0 eq/ton.

Ejemplo Comparativo 14

Se obtuvo una red mediante el mismo procedimiento que en el Ejemplo 20, salvo que en lugar del compuesto de carbodiimida cíclico se utilizó un compuesto de policarbodiimida lineal [fabricado por Nisshinbo Chemical; "CARBODILITE" HMV-8CA]. La concentración de grupos terminales carboxilo de un filamento de ácido poliláctico analizado inmediatamente después de la hilatura fue 1 eq/ton, y la concentración de grupos terminales carboxilo de una fibra de ácido poliláctico extraída de la red obtenida fue 2 eq/ton. Sin embargo, se detectó olor a isocianato, especialmente en el momento de la hilatura.

Ejemplo Comparativo 15

Se realizó el mismo procedimiento que en el Ejemplo 20, salvo que no se utilizó compuesto de carbodiimida cíclico. En el momento del amasado en fusión, la hilatura y el procesamiento, no se detectó olor a isocianato. Además, tras la fusión a 300°C durante 5 minutos, el resultado de la evaluación del olor a isocianato fue aceptable. Sin embargo, la concentración de grupos terminales carboxilo de un filamento de ácido poliláctico analizado

inmediatamente después de la hilatura fue 15 eq/ton, y la concentración de grupos terminales carboxilo de una fibra de ácido poliláctico extraída de la red obtenida fue 18 eq/ton, lo que indicaba escasa resistencia a la hidrólisis.

Ejemplo 23

5

Las virutas de poli(ácido L-láctico) obtenidas mediante el procedimiento del Ejemplo de Referencia 9 y el compuesto de carbodiimida cíclico (1) se secaron por separado y a continuación se mezclaron en una relación ponderal de 99:1. La mezcla se sometió a hilatura por fusión en una máquina de hilatura de tipo extrusora a una temperatura de hilatura de 250°C y una velocidad de hilatura de 1.000 m/min, y se estiró en agua caliente a 60°C para dar una estopa hecha de fibras con una finura de fibra individual de 1,5 dtex. La estopa se alimentó a rizador de tipo caja rellena y se rizó, a continuación, se secó y se cortó adicionalmente con un cortador rotatorio para dar algodón en bruto con una longitud de corte de aproximadamente 51 mm. El algodón en bruto obtenido se sometió a procesos de cardado y napado para dar una banda de fibras, y la banda de fibras se sometió a punzonado para dar un textil no tejido.

10

15

El textil no tejido obtenido se sometió a un tratamiento de retracción en agua caliente a 85°C, a continuación se impregnó con una solución acuosa de alcohol polivinílico, y adicionalmente se prensó en caliente con un rodillo de calandra para dar un textil no tejido enmarañado con una superficie lisa y suave. El textil no tejido enmarañado se impregnó con una solución en dimetilformamida de poliuretano con un contenido de sólidos del 13% y que contenía como componente principal politetrametilen éter poliuretano, y a continuación se sumergió en una mezcla de DMF/agua para provocar la coagulación en húmedo, dando así una lámina de fibras. La lámina de fibras se desgastó por abrasión con papel de lija para aumentar la superficie, formando una lámina de tipo cuero (de tipo gamuza). La relación de masa del poliuretano en la lámina de tipo cuero fue del 30%.

20

25

Mientras, sobre un papel antiadherente granulado, se aplicó una solución de resina de poliuretano para formar una capa flor que contenía 100 partes de poliéter poliuretano, 30 partes de DMF y 30 partes de metil etil cetona, a un espesor en seco de 50 µm, y se secó a 100°C durante 5 minutos para dar una capa de recubrimiento para formar una capa flor. Se aplicó sobre la misma una solución de poliéter poliuretano curable de dos componentes, a un espesor en seco de 30 µm y se secó a 50°C durante 3 minutos. Aunque el recubrimiento aplicado era todavía pegajoso, la lámina de fibras se fijó al mismo, se secó a 100°C durante 2 minutos, y a continuación se dejó reposar a 40°C durante tres días. Después de ello, se eliminó el papel antiadherente para dar una lámina de tipo cuero (granulada).

30

35

Ambas láminas de tipo cuero obtenidas, la lámina de tipo gamuza y la lámina granulada, tenían un tacto excelente.

En el momento del amasado en fusión, la hilatura y el procesamiento, no se detectó olor a isocianato.

40

Además, la concentración de grupos terminales carboxilo de un filamento de ácido poliláctico analizado inmediatamente después de la hilatura fue 0 eq/ton, y la concentración de grupos terminales carboxilo de una fibra de ácido poliláctico extraída de las láminas de tipo cuero obtenidas fue 0 eq/ton.

Ejemplo 24

45

Se realizó el mismo procedimiento que en el Ejemplo 23, salvo que las virutas de estereocomplejo de ácido poliláctico obtenidas mediante el procedimiento del Ejemplo de Referencia 9 y el compuesto de carbodiimida cíclico (2) se secaron por separado y a continuación se mezclaron en una relación ponderal de 99:1, y se utilizó como filamentos una mezcla obtenida de este tipo.

50

Ambas láminas de tipo cuero obtenidas, una lámina de tipo gamuza y una lámina granulada, tenían un tacto excelente.

En el momento del amasado en fusión, la hilatura y el procesamiento, no se detectó olor a isocianato.

55

Además, la concentración de grupos terminales carboxilo de un filamento de ácido poliláctico analizado inmediatamente después de la hilatura fue 0 eq/ton, y la concentración de grupos terminales carboxilo de una fibra de ácido poliláctico extraída de las láminas de tipo cuero obtenidas fue 0 eq/ton.

Ejemplo Comparativo 16

60

Se realizó el mismo procedimiento que en el Ejemplo 23, salvo que en lugar del compuesto de carbodiimida cíclico (1) se utilizó un compuesto de policarbodiimida lineal [fabricado por Nisshinbo Chemical; "CARBODILITE" HMV-8CA]. Ambas las láminas de tipo cuero obtenidas, una lámina de tipo gamuza y una lámina granulada, tenían un tacto excelente.

65

La concentración de grupos terminales carboxilo de un filamento de ácido poliláctico analizado inmediatamente después de la hilatura fue 1 eq/ton, y la concentración de grupos terminales carboxilo de una fibra de ácido poliláctico extraída de las láminas de tipo cuero obtenidas fue 2 eq/ton. Sin embargo, se detectó olor a isocianato, especialmente en el momento de la hilatura.

5

Ejemplo Comparativo 17

Se realizó el mismo procedimiento que en el Ejemplo 23, salvo que no se utilizó compuesto de carbodiimida cíclico. Ambas láminas de tipo cuero obtenidas, una lámina de tipo gamuza y una lámina granulada, tenían un tacto excelente. En el momento del amasado en fusión, la hilatura y el procesamiento, no se detectó olor a isocianato. Además, la concentración de grupos terminales carboxilo de un filamento de ácido poliláctico analizado inmediatamente después de la hilatura fue 15 eq/ton, y la concentración de grupos terminales carboxilo de una fibra de ácido poliláctico extraída de las láminas de tipo cuero obtenidas fue 25 eq/ton, lo que indica menor resistencia a la hidrólisis en comparación con las obtenidas mediante los procedimientos de los Ejemplos 23 y 24.

10

15

Ejemplo 25

Las virutas de poli(ácido L-láctico) obtenidas mediante el procedimiento del Ejemplo de Referencia 9 y el compuesto de carbodiimida cíclico (1) se secaron por separado y a continuación se mezclaron en una relación ponderal de 99:1. La mezcla se fundió en una máquina de hilatura de tipo extrusora a una temperatura de 220°C, y se hiló a través de una hilera con 36 orificios con un diámetro de 0,27 mmφ para dar un hilo multifilamento. El hilo se enfrió y se solidificó con aire de enfriamiento, y a continuación se conformó en haces en un alimentador de aceite, y se aplicó al mismo un aceite para hilatura. El hilo se hizo pasar posteriormente a través de un aparato de enmarañado y se enmarañó de ese modo mediante flujos de aire, y a continuación se enrolló a una velocidad de enrollamiento de 500 m/min.

20

25

A continuación, utilizando una máquina de texturizado por falsa torsión de tipo fricción, se realizó el texturizado por falsa torsión a una velocidad de texturizado de 400 m/min para dar un hilo texturizado de ácido poliláctico (hilo texturizado por falsa torsión, enmarañado). El hilo texturizado obtenido tenía excelentes características de rizado y estabilidad dimensional. En el momento del amasado en fusión, la hilatura y el procesamiento, no se detectó olor a isocianato.

30

Además, tras la fusión a 300°C durante 5 minutos, el resultado de la evaluación del olor a isocianato fue aceptable. La concentración de grupos terminales carboxilo de un filamento de ácido poliláctico analizado inmediatamente después de la hilatura fue 0 eq/ton, y la concentración de grupos terminales carboxilo del hilo texturizado de ácido poliláctico fue 0 eq/ton.

35

Ejemplo 26

Las virutas de estereocomplejo de ácido poliláctico obtenidas mediante el procedimiento del Ejemplo de Referencia 9 y el compuesto de carbodiimida cíclico (2) se secaron por separado y a continuación se mezclaron en una relación ponderal de 99:1. La mezcla se fundió en una máquina de hilatura de tipo extrusora a una temperatura de 220°C, y se hiló a través de una hilera con 36 orificios con un diámetro de 0,27 mmφ para dar un hilo multifilamento. El hilo se enfrió y se solidificó con aire de enfriamiento, y a continuación se conformó en haces en un alimentador de aceite, y se aplicó al mismo un aceite para hilatura, seguido de enrollamiento a una velocidad de enrollamiento de 500 m/min para dar un hilo no estirado.

40

45

El hilo no estirado obtenido se estiró hasta 4,9 veces su longitud original en una máquina de estirado a una temperatura de precalentamiento de 80°C. El hilo estirado se enrolló y a continuación se trató térmicamente a 180°C para dar un hilo estirado. El filamento de estereocomplejo de ácido poliláctico obtenido (hilo estirado) se alimentó a una retorcadora y se retorció para formar 160 torsiones/m, dando así un hilo texturizado (hilo retorcido).

50

En el momento del amasado en fusión, la hilatura y el procesamiento, no se detectó olor a isocianato. Además, tras la fusión a 300°C durante 5 minutos, el resultado de la evaluación del olor a isocianato fue aceptable. La concentración de grupos terminales carboxilo de un filamento de ácido poliláctico analizado inmediatamente después de la hilatura fue 0 eq/ton, y la concentración de grupos terminales carboxilo del hilo texturizado de ácido poliláctico fue 0 eq/ton.

55

Ejemplo 27

Las virutas de estereocomplejo de ácido poliláctico obtenidas mediante el procedimiento del Ejemplo de Referencia 9 y el compuesto de carbodiimida cíclico (2) se secaron por separado y a continuación se mezclaron en una relación ponderal de 99:1. La mezcla se fundió en una máquina de hilatura de tipo extrusora a una temperatura de 220°C, y se hiló a través de una hilera con 36 orificios con un diámetro de 0,27 mmφ para dar un hilo multifilamento. El hilo se enfrió y se solidificó con aire de enfriamiento, y a continuación se conformó en haces en un

60

65

alimentador de aceite, y se aplicó al mismo un aceite para hilatura, seguido de enrollamiento a una velocidad de enrollamiento de 500 m/min para dar un hilo no estirado.

5 El hilo no estirado obtenido se precalentó utilizando un rodillo de calentamiento (80°C), y a continuación se sometió a un tratamiento térmico de relajación utilizando un calentador de termofijación de tipo sin contacto a una temperatura fijada a 180°C y una sobrealimentación del 10%, dando así un hilo texturizado de ácido poliláctico (hilo grueso y fino alternativo). En el momento del amasado en fusión, la hilatura y el procesamiento, no se detectó olor a isocianato. Además, tras la fusión a 300°C durante 5 minutos, el resultado de la evaluación del olor a isocianato fue aceptable. La concentración de grupos terminales carboxilo de un filamento de ácido poliláctico analizado
10 inmediatamente después de la hilatura fue 0 eq/ton, y la concentración de grupos terminales carboxilo del hilo texturizado de ácido poliláctico fue 0 eq/ton.

Ejemplo 28

15 Las virutas de poli(ácido L-láctico) obtenidas mediante el procedimiento del Ejemplo de Referencia 9 y el compuesto de carbodiimida cíclico (2) se secaron por separado y a continuación se mezclaron en una relación ponderal de 99:1. La mezcla se fundió en una máquina de hilatura de tipo extrusora a una temperatura de 220°C, y se hiló a través de una hilera con 36 orificios con un diámetro de 0,27 mmφ para dar un hilo multifilamento. El hilo se enfrió y se solidificó con aire de enfriamiento, y a continuación se conformó en haces en un alimentador de aceite, y
20 se aplicó al mismo un aceite para hilatura, seguido de enrollamiento a una velocidad de enrollamiento de 450 m/min para dar un filamento A no estirado de ácido poliláctico.

Además, las virutas de poli(ácido L-láctico) obtenidas mediante el procedimiento del Ejemplo de Referencia 9 y el compuesto de carbodiimida cíclico (2) se secaron por separado y a continuación se mezclaron en una relación ponderal de 99:1. La mezcla se fundió en una máquina de hilatura de tipo extrusora a una temperatura de 220°C, y se hiló a través de una hilera con 36 orificios con un diámetro de 0,27 mmφ para dar un hilo multifilamento. El hilo se enfrió y se solidificó con aire de enfriamiento, y a continuación se conformó en haces en un alimentador de aceite, y se aplicó al mismo un aceite para hilatura, seguido de enrollamiento a una velocidad de enrollamiento de 500 m/min para dar un filamento B no estirado de ácido poliláctico.
25

30 El filamento A no estirado de ácido poliláctico y el filamento B no estirado de ácido poliláctico se unieron para formar un filamento combinado, a continuación se hicieron pasar a través de un aparato de enmarañado, y se enmarañó de ese modo mediante flujos de aire, dando así un hilo texturizado de ácido poliláctico (hilo filamentoso combinado). Las fibras de ácido poliláctico obtenidas se trataron con agua caliente. Como resultado, los filamentos desarrollaron voluminosidad.
35

En el momento del amasado en fusión, la hilatura y el procesamiento, no se detectó olor a isocianato. Además, tras la fusión a 300°C durante 5 minutos, el resultado de la evaluación del olor a isocianato fue aceptable. La concentración de grupos terminales carboxilo de un filamento de ácido poliláctico analizado inmediatamente después de la hilatura fue 0 eq/ton, y la concentración de grupos terminales carboxilo del hilo texturizado de ácido poliláctico fue 0 eq/ton.
40

Ejemplo Comparativo 18

45 Se realizó el mismo procedimiento que en el Ejemplo 25, salvo que en lugar del compuesto de carbodiimida cíclico (1) se utilizó un compuesto de policarbodiimida lineal [fabricado por Nisshinbo Chemical; "CARBODILITE" HMV-8CA].

50 La concentración de grupos terminales carboxilo de un filamento de ácido poliláctico analizado inmediatamente después de la hilatura fue 1 eq/ton, y la concentración de grupos terminales carboxilo del hilo texturizado de ácido poliláctico fue 2 eq/ton. Sin embargo, se detectó olor a isocianato, especialmente en el momento de la hilatura. Además, tras la fusión a 300°C durante 5 minutos, el resultado de la evaluación del olor a isocianato fue inaceptable.

55 Ejemplo Comparativo 19

60 Se realizó el mismo procedimiento que en el Ejemplo 25, salvo que no se utilizó compuesto de carbodiimida cíclico. En el momento del amasado en fusión, la hilatura y el procesamiento, no se detectó olor a isocianato. Además, tras la fusión a 300°C durante 5 minutos, el resultado de la evaluación del olor a isocianato fue aceptable. Sin embargo, la concentración de grupos terminales carboxilo de un filamento de ácido poliláctico analizado inmediatamente después de la hilatura fue 15 eq/ton, y la concentración de grupos terminales carboxilo del hilo texturizado de ácido poliláctico fue 18 eq/ton, lo que indicaba escasa resistencia a la hidrólisis.

65 Ejemplo 29

Las virutas de poli(ácido L-láctico) obtenidas mediante el procedimiento del Ejemplo de Referencia 9 y el compuesto de carbodiimida cíclico (1) se secaron por separado y a continuación se mezclaron en una relación ponderal de 99:1. La mezcla se fundió en una máquina de hilatura de tipo extrusora a una temperatura de 220°C, se descargó desde una hilera con 30 orificios de descarga, cada uno con una forma en sección transversal con tres porciones de estrangulamiento que se muestran en la Fig. 1, y a continuación se enfrió en una cámara de hilatura. Después de ello, se aplicó a la misma un aceite, y el hilo no estirado se enrolló a una velocidad de 500 m/min. Incidentalmente, en la Fig. 1, el círculo circunscrito/círculo inscrito (B/C2) = 3,9, la lisura (B/C1) = 3,0 y el grado de modificación (C1/C2) = 1,3.

El hilo no estirado se estiró hasta 3,6 veces su longitud original a una temperatura de precalentamiento de 80°C y adicionalmente hasta 1,4 veces su longitud original (relación de estiramiento total: 5). Posteriormente, el hilo se trató térmicamente a 120°C y se enrolló como una fibra de 84 dtex/30 filamentos.

La fibra obtenida se retorció sin apretar 100 veces/m y se utilizó como urdimbre, mientras que como trama se utilizó una fibra no retorcida. Las fibras se tejieron para producir un tejido tafetán con un factor de cobertura de 2000, y a continuación se tiñeron. La evaluación de la tela resultante mostró que la suavidad, la untuosidad y la anti-visibilidad eran excelentes.

En el momento del amasado en fusión y la fabricación del hilo, no se detectó olor a isocianato. Además, cuando el textil tejido obtenido se fundió a 300°C durante 5 minutos, el resultado de la evaluación del olor a isocianato fue aceptable.

La concentración de grupos terminales carboxilo de un filamento de ácido poliláctico analizado inmediatamente después de la hilatura fue 1 eq/ton, y la concentración de grupos carboxilo terminales del hilo de ácido poliláctico con forma en sección transversal modificada fue 2 eq/ton.

Ejemplo 30

El ejemplo se realizó de la misma manera que en el Ejemplo 29, salvo que se utilizaron las virutas de estereocomplejo de ácido poliláctico obtenidas mediante el procedimiento del Ejemplo de Referencia 9 y el compuesto de carbodiimida cíclico (2).

En el momento del amasado en fusión y la fabricación del hilo, no se detectó olor a isocianato. Además, cuando el textil tejido obtenido se fundió a 300°C durante 5 minutos, el resultado de la evaluación del olor a isocianato fue aceptable. La concentración de grupos terminales carboxilo de un filamento de ácido poliláctico analizado inmediatamente después de la hilatura fue 1 eq/ton, y la concentración de grupos carboxilo terminales del hilo de ácido poliláctico con forma en sección transversal modificada fue 1 eq/ton.

Ejemplo 31

El ejemplo se realizó de la misma manera que en el Ejemplo 29, salvo que en la Fig. 1, el círculo circunscrito/círculo inscrito (B/C2) = 3,4, la lisura (B/C1) = 2,8 y el grado de modificación (C1/C2) = 1,2.

En el momento del amasado en fusión y la fabricación del hilo, no se detectó olor a isocianato. Además, cuando el textil tejido obtenido se fundió a 300°C durante 5 minutos, el resultado de la evaluación del olor a isocianato fue aceptable. La concentración de grupos terminales carboxilo de un filamento de ácido poliláctico analizado inmediatamente después de la hilatura fue 1 eq/ton, y la concentración de grupos carboxilo terminales del hilo de ácido poliláctico con forma en sección transversal modificada fue 1 eq/ton.

Ejemplo 32

El ejemplo se realizó de la misma manera que en el Ejemplo 2, salvo que en el Ejemplo 29, en la Fig. 1, el círculo circunscrito/círculo inscrito (B/C2) = 4,8, la lisura (B/C1) = 3,7 y el grado de modificación (C1/C2) = 1,3.

En el momento del amasado en fusión y la fabricación del hilo, no se detectó olor a isocianato. Además, cuando el textil tejido obtenido se fundió a 300°C durante 5 minutos, el resultado de la evaluación del olor a isocianato fue aceptable. La concentración de grupos terminales carboxilo de un filamento de ácido poliláctico analizado inmediatamente después de la hilatura fue 1 eq/ton, y la concentración de grupos carboxilo terminales del hilo de ácido poliláctico con forma en sección transversal modificada fue 1 eq/ton.

Ejemplo 33

El ejemplo se realizó de la misma manera que en el Ejemplo 2, salvo que en el Ejemplo 29, en la Fig. 1, el círculo circunscrito/círculo inscrito (B/C2) = 5,9, la lisura (B/C1) = 4,5 y el grado de modificación (C1/C2) = 1,3.

En el momento del amasado en fusión y la fabricación del hilo, no se detectó olor a isocianato. Además, cuando el textil tejido obtenido se fundió a 300°C durante 5 minutos, el resultado de la evaluación del olor a isocianato fue aceptable. La concentración de grupos terminales carboxilo de un filamento de ácido poliláctico analizado inmediatamente después de la hilatura fue 1 eq/ton, y la concentración de grupos carboxilo terminales del hilo de ácido poliláctico con forma en sección transversal modificada fue 1 eq/ton.

Ejemplo 34

Se realizó el mismo procedimiento que en el Ejemplo 29, salvo que la hilera tenía una forma de agujero que proporcionaba una fibra con una sección transversal triangular. En el momento del amasado en fusión y la fabricación del hilo, no se detectó olor a isocianato. Además, cuando el textil tejido obtenido se fundió a 300°C durante 5 minutos, el resultado de la evaluación del olor a isocianato fue aceptable. La concentración de grupos terminales carboxilo de un filamento de ácido poliláctico analizado inmediatamente después de la hilatura fue 1 eq/ton, y la concentración de grupos carboxilo terminales del hilo de ácido poliláctico con forma en sección transversal modificada fue 2 eq/ton.

Ejemplo 35

Se realizó el mismo procedimiento que en el Ejemplo 29, salvo que la hilera tenía una forma de agujero que proporcionaba una fibra con una sección transversal hueca. En el momento del amasado en fusión y la fabricación del hilo, no se detectó olor a isocianato. Además, cuando el textil tejido obtenido se fundió a 300°C durante 5 minutos, el resultado de la evaluación del olor a isocianato fue aceptable. La concentración de grupos terminales carboxilo de un filamento de ácido poliláctico analizado inmediatamente después de la hilatura fue 1 eq/ton, y la concentración de grupos carboxilo terminales del hilo de ácido poliláctico con forma en sección transversal modificada fue 1 eq/ton.

Ejemplo Comparativo 20

Se realizó el mismo procedimiento que en el Ejemplo 29, salvo que en lugar del compuesto de carbodiimida cíclico (1) se utilizó un compuesto de policarbodiimida lineal [fabricado por Nisshinbo Chemical; "CARBODILITE" HMV-8CA].

La concentración de grupos terminales carboxilo de un filamento de ácido poliláctico analizado inmediatamente después de la hilatura fue 2 eq/ton, y la concentración de grupos carboxilo terminales del hilo de ácido poliláctico con forma en sección transversal modificada fue 2 eq/ton. Sin embargo, se detectó olor a isocianato, especialmente en el momento de la hilatura. Además, cuando el hilo obtenido con forma en sección transversal modificada se fundió a 300°C durante 5 minutos, el resultado de la evaluación del olor a isocianato fue inaceptable.

Ejemplo Comparativo 21

Se realizó el mismo procedimiento que en el Ejemplo 29, salvo que no se utilizó el compuesto de carbodiimida cíclico (1). En el momento del amasado en fusión y la hilatura, no se detectó olor a isocianato. Además, tras la fusión a 300°C durante 5 minutos, el resultado de la evaluación del olor a isocianato fue aceptable. Sin embargo, la concentración de grupos terminales carboxilo de un filamento de ácido poliláctico analizado inmediatamente después de la hilatura fue 30 eq/ton, y la concentración de grupos carboxilo terminales del hilo de ácido poliláctico con forma en sección transversal modificada fue 39 eq/ton, lo que indicaba escasa resistencia a la hidrólisis.

Ejemplo 36

Las virutas de poli(ácido L-láctico) obtenidas mediante el procedimiento del Ejemplo de Referencia 9 y el compuesto de carbodiimida cíclico (1) se secaron por separado y a continuación se mezclaron por fusión en una relación ponderal de 99:1. Los gránulos resultantes se alimentaron a una extrusora de masa fundida de doble tornillo (mediante una abertura), y se descargaron a 325 g/min desde un lado de una hilera de tipo "lado a lado" con 260 orificios de descarga. Mientras, se alimentó tereftalato de polibutileno ("DURANEX" TRE-DM2 fabricado por WinTech Polymer) a una extrusora de masa fundida de doble tornillo (mediante una abertura) desde un alimentador gravimétrico de pérdida de peso, y se descargó a 325 g/min desde el otro lado de la hilera de tipo "lado a lado".

Posteriormente, el hilo no estirado se enrolló a una velocidad de 800 m/min mientras se soplaba al mismo aire de 25°C en una posición 40 mm por debajo de la hilera para el enfriamiento y la solidificación. El hilo no estirado se conformó en haces en para crear una estopa de 500.000 dtex (en lo sucesivo en el presente documento, denominada a veces estopa no estirada), a continuación se estiró hasta 3,47 veces su longitud original en agua caliente a 60°C, y posteriormente se estiró hasta 1,05 veces su longitud original en agua caliente de 90°C, estirando así la estopa hasta una relación de estiramiento total de 3,64. Posteriormente, se hicieron pasar sobre la misma seis rodillos metálicos calentados con vapor de 0,85 MPa. Siendo la temperatura de la estopa de 185°C después del pase, se sometió la estopa a tratamiento térmico a longitud fija (1,0 veces su longitud original), y se aplicó a la misma

un aceite que contenía una sal potásica de estearilfosfato. A continuación se calentó la estopa a 80°C con vapor, se alimentó a un rizador de tipo caja rellenedora y se dotó así de 14 rizos/25 mm, y se sometió a un tratamiento térmico de relajación mediante circulación de aire caliente de 60°C durante 50 minutos. Posteriormente, se cortó la estopa con un cortador rotatorio en fibras discontinuas de 8,95 dtex y 64 mm. La fibra obtenida tenía una resistencia de la fibra de 2,56 cN/dtex.

En el momento del amasado en fusión y la fabricación del hilo, no se detectó olor a isocianato. Además, cuando la fibra compuesta obtenida se fundió a 300°C durante 5 minutos, el resultado de la evaluación del olor a isocianato fue aceptable.

La concentración de grupos terminales carboxilo de los gránulos de resina de ácido poliláctico obtenidos mediante mezcla por fusión del compuesto de carbodiimida cíclico (1) fue 1 eq/ton, y la concentración de grupos terminales carboxilo de un hilo descargado obtenido cuando, en el momento de la hilatura del compuesto sólo se hiló el lado del ácido poliláctico, fue 2 eq/ton.

Ejemplo 37

Las fibras discontinuas de 8,95 dtex y 64 mm se obtuvieron de la misma manera que en el Ejemplo 36, salvo que se utilizaron las virutas de estereocomplejo de ácido poliláctico obtenidas mediante el procedimiento del Ejemplo de Referencia 9 y el compuesto de carbodiimida cíclico (2). La fibra obtenida tenía una resistencia de la fibra de 2,60 cN/dtex.

En el momento del amasado en fusión y la fabricación del hilo, no se detectó olor a isocianato. Además, cuando la fibra compuesta obtenida se fundió a 300°C durante 5 minutos, el resultado de la evaluación del olor a isocianato fue aceptable.

La concentración de grupos terminales carboxilo de los gránulos de resina de ácido poliláctico obtenidos mediante mezcla por fusión del compuesto de carbodiimida cíclico (1) fue 1 eq/ton, y la concentración de grupos terminales carboxilo de un hilo descargado obtenido cuando, en el momento de la hilatura del compuesto sólo se hiló el lado ácido poliláctico, fue 1 eq/ton.

Ejemplo 38

En la producción de la fibra compuesta lado a lado del Ejemplo 37, la estructura de la unidad de hilatura y la hilera se cambiaron a la configuración alma-vaina. Las virutas de estereocomplejo de ácido poliláctico obtenidas mediante el procedimiento del Ejemplo de Referencia 9 y el compuesto de carbodiimida cíclico (2) se mezclaron por fusión en una relación ponderal de 99:1, y los gránulos resultantes se descargaron a 325 g/min desde el lado de la vaina de 260 orificios de descarga. Mientras, se alimentó tereftalato de polibutileno ("DURANEX" TRE-DM2 fabricado por WinTech Polymer) a una extrusora de masa fundida de doble tornillo (utilizando una abertura) desde un alimentador gravimétrico de pérdida de peso, y se descargó a 325 g/min a través el lado del alma de la hilera de alma-vaina.

Posteriormente, el hilo no estirado se enrolló a una velocidad de 800 m/min mientras se soplaba al mismo aire de 25°C en una posición 40 mm por debajo de la hilera para el enfriamiento y la solidificación. El hilo no estirado se conformó en haces para crear una estopa de 500.000 dtex, a continuación se estiró hasta 3,5 veces su longitud original en agua caliente a 60°C, y posteriormente se estiró hasta 1,05 veces su longitud original en agua caliente a 90°C, estirando así el estopa hasta una relación de estiramiento total de 3,25. Posteriormente, se hicieron pasar sobre la misma seis rodillos metálicos calentados con vapor de 0,85 MPa. Siendo la temperatura de la estopa de 185°C después del pase, se sometió la estopa a un tratamiento térmico a longitud fija (1,0 veces su longitud original), y se aplicó a la misma un aceite que contenía una sal potásica de estearilfosfato. A continuación se calentó la estopa a 80°C con vapor, se alimentó a un rizador de tipo caja rellenedora y se dotó así de 14 rizos/25 mm, y se sometió a un tratamiento térmico de relajación mediante circulación de aire caliente de 60°C durante 50 minutos. Posteriormente, se cortó la estopa con un cortador rotatorio en fibras discontinuas de 9,0 dtex y 64 mm. La fibra obtenida tenía una resistencia de la fibra de 2,50 cN/dtex.

En el momento del amasado en fusión y la fabricación del hilo, no se detectó olor a isocianato. Además, cuando la fibra compuesta obtenida se fundió a 300°C durante 5 minutos, el resultado de la evaluación del olor a isocianato fue aceptable. La concentración de grupos terminales carboxilo de los gránulos de resina de ácido poliláctico obtenidos mediante mezcla por fusión del compuesto de carbodiimida cíclico (2) fue 1 eq/ton, y la concentración de grupos terminales carboxilo de un hilo descargado obtenido cuando, en el momento de la hilatura del compuesto sólo se hiló el lado ácido poliláctico, fue 2 eq/ton.

Ejemplo Comparativo 22

Se realizó el mismo procedimiento que en el Ejemplo 36, salvo que en lugar del compuesto de carbodiimida cíclico (1) se utilizó un compuesto de policarbodiimida lineal [fabricado por Nisshinbo Chemical; "CARBODILITE" HMV-8CA].

5 La concentración de grupos terminales carboxilo de los gránulos de resina de ácido poliláctico obtenidos mediante mezcla por fusión de un compuesto de ácido poliláctico y el compuesto de carbodiimida lineal fue 2 eq/ton, y la concentración de grupos terminales carboxilo de un hilo descargado obtenido cuando, en el momento de la hilatura del compuesto, sólo se hiló el lado del ácido poliláctico, fue 3 eq/ton. Sin embargo, se detectó olor a isocianato, especialmente en el momento de la hilatura. Además, cuando el hilo compuesto lado a lado obtenido se fundió a 300°C durante 5 minutos, el resultado de la evaluación del olor a isocianato fue inaceptable.

Ejemplo Comparativo 23

15 Se realizó el mismo procedimiento que en el Ejemplo 36, salvo que no se utilizó el compuesto de carbodiimida cíclico (1). En el momento del amasado en fusión y la hilatura, no se detectó olor a isocianato. Además, tras la fusión a 300°C durante 5 minutos, el resultado de la evaluación del olor a isocianato fue aceptable. Sin embargo, la concentración de grupos terminales carboxilo de un hilo descargado obtenido cuando, en el momento de la hilatura del compuesto se hiló sólo el lado del ácido poliláctico, fue 39 eq/ton, lo que indicaba escasa resistencia a la hidrólisis.

20 Ejemplo 39

25 Las virutas de poli(ácido L-láctico) obtenidas en el Ejemplo de Referencia 9 y las virutas de nailon 6 que tenían una viscosidad relativa de ácido sulfúrico al 98% η_r de 3,30 se alimentaron a un aparato de hilatura por fusión de tipo extrusora en una relación ponderal poli(ácido L-láctico)/nailon 6 de 40/60, seguido de hilatura por fusión. La temperatura de hilatura se fijó a 250°C. Se filtraron a través de un filtro metálico con poros de 15 μm , y se hilaron a través de una hilera con 96 agujeros en la denominada configuración alma-vaina, siendo el nailon 6 la vaina y siendo el ácido poliláctico el alma.

30 Se hizo pasar el hilado a 130 mm por debajo de la superficie de la hilera en una atmósfera a alta temperatura de 240°C, y a continuación se enfrió y se solidificó mediante soplado de aire frío de aproximadamente 20°C. Posteriormente, se aplicó al mismo un aceite utilizando un rodillo lubricante y, a continuación se recogió el hilo mediante un primer rodillo Godet. Sin enrollarlo, el hilo no estirado obtenido se pre-estiró un 1,86% entre el primer rodillo Godet y un segundo rodillo Godet. A continuación, el hilo se estiró hasta 2,44 veces su longitud original entre el segundo rodillo Godet y un tercer rodillo Godet, se estiró hasta 1,63 veces su longitud original entre el tercer rodillo Godet y un cuarto rodillo Godet, se estiró hasta 1,45 veces su longitud original entre el cuarto rodillo Godet y un quinto rodillo Godet, a continuación se relajó un 3% entre el quinto rodillo Godet y un sexto rodillo Godet, y se enrolló mediante una bobinadora a una velocidad de 3.000 m/min para dar un hilo estirado.

40 La temperatura de cada rodillo Godet fue la siguiente: primer rodillo Godet = 60°C, segundo rodillo Godet = 95°C, tercer rodillo Godet = 105°C, cuarto rodillo Godet = 140°C, quinto rodillo Godet = 160°C, sexto rodillo Godet = no calentado.

45 Además, en el enrollamiento del hilo, el número de vueltas en cada rodillo Godet fue el siguiente: primer rodillo Godet = 5 vueltas, segundo rodillo Godet = 7 vueltas, tercer rodillo Godet = 7 vueltas, cuarto rodillo Godet = 7 vueltas, quinto rodillo Godet = 11 vueltas, sexto rodillo Godet = 4,5 vueltas.

50 La concentración de grupos terminales carboxilo de un filamento analizado inmediatamente después del hilado fue 15 eq/ton. Posteriormente, el hilo estirado se rizó con un rizador corriente configurado de manera que el pando mecánico fuese proporcionado por el relleno. A continuación, se cortó el hilo a una longitud de 6 mm para dar fibras discontinuas estiradas de una fibra compuesta de poliamida que contenía ácido poliláctico. El contenido de componente de origen vegetal en la fibra compuesta de poliamida obtenida que contenía ácido poliláctico fue del 40% en peso.

55 Además, un hilo estirado obtenido mediante hilatura utilizando el nailon 6 anteriormente indicado en solitario en las mismas condiciones, se rizó con un rizador corriente configurado de tal manera que el pando mecánico fuese proporcionado por el relleno. A continuación, se cortó el hilo a una longitud de 6 mm para dar fibras discontinuas estiradas de poliamida rizadas.

60 Las fibras discontinuas estiradas de una fibra compuesta de poliamida que contenía ácido poliláctico y las fibras discontinuas estiradas de poliamida se mezclaron y se agitaron en una relación ponderal de 50/50, se conformaron en papel de 50 g/m² utilizando TAPPI (máquina de hacer hojas cuadradas fabricada por Kumagai Riki Kogyo), y a continuación se sometieron a secado en secador Yankee (120°C x 2 minutos) y calandrado (160°C x 1.176 N/cm (120 kg/cm), rodillo de metal/papel) para dar una estructura de fibra tipo lámina.

65 Ejemplo 40

5 La resina de estereocomplejo de ácido poliláctico obtenida en el Ejemplo de Referencia 9 y el compuesto de carbodiimida cíclico (2) se secaron por separado y se mezclaron en una relación ponderal de 99:1, y la mezcla resultante y las virutas de nailon 6 con una viscosidad relativa de ácido sulfúrico al 98% η_r de 3,30 se alimentaron a un aparato de hilatura por fusión de tipo extrusora en una relación ponderal de estereocomplejo de ácido poliláctico/nailon 6 de 40/60, seguido de hilatura por fusión. La temperatura de hilatura se fijó a 250°C. Se filtraron a través de un filtro metálico con poros de 15 μm , y se hilaron a través de una hilera con 96 agujeros en la denominada configuración alma-vaina, siendo el nailon 6 la vaina y siendo el ácido poliláctico el alma, seguido de estiramiento, rizado y corte mediante el mismo procedimiento que en el Ejemplo 39 para dar fibras discontinuas estiradas de una fibra compuesta de poliamida que contenía ácido poliláctico. El contenido de componente de origen vegetal en la fibra compuesta de poliamida obtenida que contenía ácido poliláctico fue del 40% en peso. La concentración de grupos terminales carboxilo de un filamento analizado inmediatamente después de la hilatura fue 0 eq/ton.

15 Además, un hilo estirado obtenido mediante hilatura utilizando el nailon 6 anteriormente indicado en solitario en las mismas condiciones se rizó con un rizador corriente configurado de tal manera que el pando mecánico fuese proporcionado por el relleno. A continuación, se cortó el hilo a una longitud de 6 mm para dar fibras discontinuas estiradas de poliamida rizadas.

20 Las fibras discontinuas estiradas de una fibra compuesta de poliamida que contenía ácido poliláctico y las fibras discontinuas estiradas de poliamida se mezclaron y se agitaron en una relación ponderal de 50/50, se conformaron en papel de 50 g/m² utilizando TAPPI (máquina de hacer hojas cuadradas fabricada por Kumagai Riki Kogyo), y a continuación se sometieron a secado en secador Yankee (120°C x 2 minutos) y calandrado (160°C x 1.176 N/cm (120 kg/cm), rodillo de metal/papel) para dar una estructura de fibra tipo lámina.

25 En el momento de la fusión, la hilatura y el procesamiento de las virutas de estereocomplejo de ácido poliláctico, no se detectó olor a isocianato. Además, tras la fusión a 300°C durante 5 minutos, el resultado de la evaluación del olor a isocianato fue aceptable.

30 Ejemplo Comparativo 24

35 Se realizó el mismo procedimiento que en el Ejemplo 40, salvo que en lugar del compuesto de carbodiimida cíclico (2) se utilizó un compuesto de policarbodiimida lineal [fabricado por Nisshinbo Chemical; "CARBODILITE" HMV-8CA]. El contenido de componente de origen vegetal en las fibras discontinuas estiradas de poliamida obtenidas fue del 40% en peso. La concentración de grupos terminales carboxilo de un filamento analizado inmediatamente después de la hilatura fue 1 eq/ton. Sin embargo, se detectó olor a isocianato, especialmente en el momento de la hilatura. Además, tras la fusión a 300°C durante 5 minutos, el resultado de la evaluación del olor a isocianato fue inaceptable.

40 Ejemplo 41

45 Se secaron las virutas de tereftalato de polietileno con un punto de fusión de 262°C y una concentración de grupos carboxilo terminales de 28 eq/ton, a continuación se fundieron en una máquina de hilatura de tipo extrusora a una temperatura de 280°C, y se hilaron a una temperatura hilatura de 290°C. Después de ello, el hilo no estirado se enrolló a una velocidad de 3.000 m/min. El hilo no estirado enrollado se estiró en una máquina de estirado en las condiciones de temperatura de estiramiento de 90°C, temperatura de termofijación de 130°C, relación de estiramiento de 1,80, y velocidad de estiramiento de 800 m/min, dando así un hilo estirado de tereftalato de polietileno.

50 Posteriormente, el hilo estirado se rizó con un rizador corriente configurado de manera que el pando mecánico fuese proporcionado por el relleno. A continuación, se cortó el hilo a una longitud de 6 mm para dar fibras discontinuas estiradas de tereftalato de polietileno (finura: 1,2 dtex, longitud de fibra: 6 mm).

55 Además, las virutas de poli(ácido L-láctico) obtenidas en el Ejemplo de Referencia 9 se secaron, se fundieron en una máquina de hilatura de tipo extrusora a una temperatura de 220°C, y se hilaron a una temperatura de hilatura de 255°C. Después de ello, el hilo no estirado se enrolló a una velocidad de 500 m/min. El hilo no estirado enrollado se estiró hasta 4,9 veces su longitud original en una máquina de estirado a una temperatura de precalentamiento de 80°C. Se enrolló el hilo estirado y a continuación se trató térmicamente a 140°C. Las propiedades de pase de proceso fueron excelentes en el proceso de hilatura y el proceso de estiramiento. El hilo enrollado estirado tenía una finura de fibra individual de 2,2 dtex. El hilo estirado obtenido tenía una resistencia de 4,2 cN/dtex y una retracción en agua hirviendo del 6,2%.

60 Posteriormente, el hilo estirado obtenido se rizó con un rizador corriente configurado de manera que el pando mecánico fuese proporcionado por el relleno. A continuación, se cortó el hilo a una longitud de 6 mm para dar fibras discontinuas estiradas de ácido poliláctico rizadas.

65

Las fibras discontinuas de tereftalato de polietileno anteriores y las fibras discontinuas de ácido poliláctico obtenidas se mezclaron y se agitaron en una relación ponderal de 80/20, se conformaron en papel de 50 g/m² utilizando TAPPI (máquina de hacer hojas cuadradas fabricada por Kumagai Riki Kogyo), y a continuación se sometieron a secado en secador Yankee (120°C x 2 minutos) y calandrado (160°C x 1.176 N/cm (120 kg/cm), rodillo de metal/papel) para dar una estructura de fibra de tereftalato de polietileno tipo lámina.

El contenido de componente de origen vegetal en la estructura de fibra obtenida fue del 20% en peso. La concentración de grupos terminales carboxilo de un filamento de ácido poliláctico analizado inmediatamente después de la hilatura fue 15 eq/ton.

Ejemplo 42

La resina de estereocomplejo de ácido poliláctico obtenida en el Ejemplo de Referencia 9 y el compuesto de carbodiimida cíclico (2) se secaron por separado y a continuación se mezclaron en una relación ponderal de 99:1. La mezcla se fundió en una máquina de hilatura de tipo extrusora a una temperatura de 220°C, y se hiló a una temperatura de hilatura de 255°C. A continuación, el hilo no estirado se enrolló a una velocidad de 500 m/min. El hilo no estirado enrollado se estiró hasta 4,9 veces su longitud original en una máquina de estirado a una temperatura de precalentamiento de 80°C. El hilo estirado se enrolló y a continuación se trató térmicamente a 180°C. Las propiedades de pase de proceso fueron excelentes en el proceso de hilatura y el proceso de estiramiento. El hilo enrollado estirado tenía una finura de fibra individual de 2,2 dtex. En la medición DSC, la fibra de ácido poliláctico obtenida presentó un único pico de fusión, y la temperatura máxima de fusión (punto de fusión) fue 224°C, mientras que la cristalinidad del estereocomplejo fue del 100%. Posteriormente, el hilo estirado obtenido se rizó con un rizador corriente configurado de manera que el pando mecánico fuese proporcionado por el relleno. A continuación, se cortó el hilo a una longitud de 6 mm para dar fibras discontinuas estiradas de ácido poliláctico rizadas.

Las fibras discontinuas de tereftalato de polietileno obtenidas de la misma manera que en el Ejemplo 41 y las fibras discontinuas estiradas de ácido poliláctico obtenidas mediante el procedimiento anteriormente indicado se mezclaron y se agitaron en una relación ponderal de 80/20, se conformaron en papel de 50 g/m² utilizando TAPPI (máquina de hacer hojas cuadradas fabricada por Kumagai Riki Kogyo), y a continuación se sometieron a secado en secador Yankee (120°C x 2 minutos) y calandrado (160°C x 1.176 N/cm (120 kg/cm), rodillo de metal/papel) para dar una estructura de fibra de tereftalato de polietileno tipo lámina.

El contenido de componente de origen vegetal en la estructura de fibra obtenida fue del 20% en peso. En el momento de la fusión, la hilatura y el procesamiento de las virutas de ácido poliláctico, no se detectó olor a isocianato. Además, tras la fusión a 300°C durante 5 minutos, el resultado de la evaluación del olor a isocianato fue aceptable.

La concentración de grupos terminales carboxilo de un filamento de ácido poliláctico analizado inmediatamente después de la hilatura fue 0 eq/ton.

Ejemplo Comparativo 25

Se realizó el mismo procedimiento que en el Ejemplo 42, salvo que en lugar del compuesto de carbodiimida cíclico (2) se utilizó un compuesto de policarbodiimida lineal [fabricado por Nisshinbo Chemical; "CARBODILITE" HMV-8CA]. El contenido de componente de origen vegetal en la estructura de fibra obtenida fue del 20% en peso. La concentración de grupos terminales carboxilo de un filamento de ácido poliláctico analizado inmediatamente después de la hilatura fue 1 eq/ton. Sin embargo, se detectó olor a isocianato, especialmente en el momento de la hilatura. Además, tras la fusión a 300°C durante 5 minutos, el resultado de la evaluación del olor a isocianato fue inaceptable.

Ejemplo 43

Las virutas de poli(ácido L-láctico) obtenidas mediante el procedimiento del Ejemplo de Referencia 9 y el compuesto de carbodiimida cíclico (1) se secaron por separado y a continuación se mezclaron por fusión en una relación ponderal de 99:1. Los gránulos resultantes se alimentaron a una extrusora de masa fundida de doble tornillo (utilizando una abertura), y se obtuvo un multifilamento de 84 dtex/72 filamentos de la manera habitual. La resistencia de la fibra obtenida fue 3,8 cN/dtex.

En el momento del amasado en fusión y la fabricación del hilo de la fibra de ácido poliláctico, no se detectó olor a isocianato. Además, cuando la fibra obtenida se fundió a 300°C durante 5 minutos, el resultado de la evaluación del olor a isocianato fue aceptable.

La concentración de grupos terminales carboxilo de los gránulos de resina de ácido poliláctico obtenidos mediante mezcla en estado fundido del compuesto de carbodiimida cíclico (1) fue 1 eq/ton, y la concentración de grupos terminales carboxilo en una fibra de ácido poliláctico fue 2 eq/ton.

Además, utilizando como urdimbre un hilo de seda de 23 dtex/2 cabos (equivalente a 46 dtex) (primera torsión Z: 1.200 veces/m, segunda torsión S: 1.100 veces/m) y como trama un hilo obtenido retorciendo de manera similar la anterior fibra de ácido poliláctico (multifilamento), se tejieron los hilos para formar una sarga quebrada mediante tejeduría jacquard utilizando un telar Ravier (densidad de la urdimbre: 248 hilos/pulgada, densidad de la trama: 131 hilos/pulgada).

En una solución acuosa que tenía disueltos en ella "SCOUROL" (fabricado por Kao) en una cantidad de 0,5 g/l y carbonato de sodio en una cantidad de 0,5 g/l, el textil tejido obtenido se sometió a lavado industrial a 80°C durante 30 minutos de la forma habitual para los tejidos mixtos de fibra de seda/ácido poliláctico. Se obtuvo así una estructura de fibra. Se extrajeron al azar de la estructura de fibra diez hilos individuales (filamentos) a ensayar. En condiciones en las que la longitud de la muestra de hilo era 50 mm (longitud entre mandriles) y la velocidad de elongación era 500 mm/min, se midió una curva de esfuerzo-deformación a una temperatura ambiente de 20°C y una humedad relativa del 65% utilizando "TENSILON" fabricado por Orientec. La resistencia (cN/hilo) se determinó a partir del esfuerzo y la tensión en el punto de rotura, y a continuación se dividió la resistencia por la finura para determinar la resistencia de la fibra (cN/dtex). Como resultado de la medición de la resistencia, la resistencia de la fibra fue 3,8 cN/dtex, lo que demuestra que no había disminución de la resistencia de la fibra de ácido poliláctico debido al lavado industrial.

Ejemplo 44

El ejemplo se realizó de la misma manera que en el Ejemplo 43, salvo que en lugar de las virutas de poli(ácido L-láctico) se utilizaron las virutas de estereocomplejo de ácido poliláctico obtenidas mediante el procedimiento del Ejemplo de Referencia 9, y que en lugar del compuesto de carbodiimida cíclico (1) se utilizó el compuesto de carbodiimida cíclico (2). La resistencia de la fibra obtenida fue 3,9 cN/dtex. En el momento del amasado en fusión y la fabricación del hilo de la fibra de ácido poliláctico, no se detectó olor a isocianato. Además, cuando la fibra obtenida se fundió a 300°C durante 5 minutos, el resultado de la evaluación del olor a isocianato fue aceptable.

La concentración de grupos terminales carboxilo de los gránulos de resina de ácido poliláctico obtenidos mediante mezcla por fusión del compuesto de carbodiimida cíclico fue 1 eq/ton, y la concentración de grupos terminales carboxilo en una fibra de ácido poliláctico fue 1 eq/ton.

El textil tejido obtenido se sometió a lavado industrial de la misma manera que en el Ejemplo 43 para dar una estructura de fibra.

De la misma manera que en el Ejemplo 43, se extrajeron de la estructura de fibra fibras de ácido poliláctico, y se midió la resistencia de las mismas. Como resultado, la resistencia fue 3,9 cN/dtex, lo que demuestra que no había disminución de la resistencia de la fibra de ácido poliláctico debido al lavado industrial.

Ejemplo Comparativo 26

Se realizó el mismo procedimiento que en el Ejemplo 43, salvo que en lugar del compuesto de carbodiimida cíclico (1) se utilizó un compuesto de policarbodiimida lineal [fabricado por Nisshinbo Chemical; "CARBODILITE" HMV-8CA].

La concentración de grupos terminales carboxilo de los gránulos de resina de ácido poliláctico obtenidos mediante mezcla por fusión de ácido poliláctico y el compuesto de carbodiimida lineal fue 2 eq/ton, y la concentración de grupos terminales carboxilo en una fibra de ácido poliláctico fue 3 eq/ton. Sin embargo, se detectó olor a isocianato, especialmente en el momento de la hilatura. Además, cuando la fibra de ácido poliláctico obtenida se fundió a 300°C durante 5 minutos, el resultado de la evaluación del olor a isocianato fue inaceptable.

El textil tejido obtenido se sometió a lavado industrial de la misma manera que en el Ejemplo 43 para dar una estructura de fibra. De la misma manera que en el Ejemplo 43, se extrajeron de la estructura de fibra fibras de ácido poliláctico, y se midió la resistencia de las mismas. Como resultado, la resistencia fue 3,7 cN/dtex, lo que demuestra que no había prácticamente disminución de la resistencia de la fibra de ácido poliláctico debido al lavado industrial.

Ejemplo Comparativo 27

Se realizó el mismo procedimiento que en el Ejemplo 43, salvo que no se utilizó el compuesto de carbodiimida cíclico (1). En el momento del amasado en fusión y la hilatura, no se detectó olor a isocianato. Además, tras la fusión a 300°C durante 5 minutos, el resultado de la evaluación del olor a isocianato fue aceptable. Sin embargo, en el momento de la hilatura, la concentración de grupos terminales carboxilo en una fibra de ácido poliláctico fue 38 eq/ton, lo que indicaba escasa resistencia a la hidrólisis.

Además, a partir de una estructura de fibra obtenida mediante lavado industrial del textil tejido obtenido de la misma manera que en el Ejemplo 43, se extrajeron fibras de ácido poliláctico para medir la resistencia de la misma manera que en el Ejemplo 43. Como resultado, la resistencia fue 3,3 cN/dtex, lo que demuestra una disminución de la resistencia de la fibra de ácido poliláctico debido al lavado industrial.

5

Ejemplo 45

Las virutas de poli(ácido L-láctico) obtenidas mediante el procedimiento del Ejemplo de Referencia 9 y el compuesto de carbodiimida cíclico (1) se secaron por separado y a continuación se mezclaron en una relación ponderal de 99:1. La mezcla se fundió en una máquina de hilatura de tipo extrusora a una temperatura de 220°C, se descargó desde una hilera con 30 orificios de descarga, y a continuación se enfrió en una cámara de hilatura. Después de ello, se aplicó a la misma un aceite, y el hilo no estirado se enrolló a una velocidad de 500 m/min. El hilo no estirado se estiró hasta 4,9 veces su longitud original a una temperatura de precalentamiento de 80°C, posteriormente se trató térmicamente a 120°C, y se enrolló como una fibra de 56 dtex/20 filamentos. Mediante el mismo procedimiento anterior, también se obtuvo una fibra con una finura de 84 dtex/36 filamentos.

10

15

A continuación, utilizando como urdimbre la fibra con una finura total de 56 dtex/20 filamentos y como trama el multifilamento con una finura total de 84 dtex/36 filamentos, se obtuvo un tejido tafetán con una densidad de la urdimbre de 76 hilos/2,54 cm y una densidad de la trama de 90 hilos/2,54 cm. De la manera habitual, el tejido tafetán se lavó industrialmente, se relajó, se tiñó, a continuación se secó, y se fijó para dar un tejido de base.

20

Con el fin de conferir propiedades de conservación del calor, se preparó la siguiente composición de mezcla.

[Composición de la composición de mezcla]

25

- Aglutinante acrílico: 60,0% en peso (contenido de sólidos: 40% en peso)
- Dispersión acuosa de óxido de estaño dopado con antimonio (ATO): 5,0% en peso (contenido de sólidos: 15% en peso, conductividad térmica del ATO: 50 W/(m·K), tamaño de las partículas finas de ATO: 50 nm o menos)
- Agua: 35,0% en peso

30

A continuación, utilizando un rodillo de huecograbado de malla 105, se aplicó la composición de mezcla a un lado del tejido tafetán (contenido de ATO: 0,8 g/m², contenido de sólidos de la resina aglutinante: 24,2 g/m²), y a continuación se secó a 140°C para dar una tela conservadora del calor (estructura de fibra de ácido poliláctico que conserva el calor). Como patrón de transferencia del rodillo de huecograbado, se empleó uno que tenía el patrón cuadrículado hecho de líneas horizontales y verticales que se muestra en la Fig. 3 sobre toda su superficie (porcentaje del área de la zona de aplicación: 50%, espaciado reticular: 10 mm).

35

Con el fin de confirmar el efecto de conservación del calor, utilizando como fuente de energía una fuente luminosa de lámpara réflex de 200-W, se irradió la tela conservadora del calor obtenida desde una altura de 50 cm en un ambiente de temperatura constante y humedad constante de 20°C y 60% de humedad relativa. Se midió la temperatura de la parte frontal de la tela en 30 segundos utilizando un visor térmico (sensor IR: fabricado por JEOL), mientras que la temperatura de la parte posterior de la tela se midió utilizando un termopar. Además, la suavidad fue evaluada por tres expertos en evaluación sensorial en una escala de cuatro niveles. "Realmente excelente" se expresó como A, "excelente" se expresó como B, "pasable" se expresó como C, y "malo" se expresó como D.

40

45

Con respecto a las propiedades de conservación del calor, la temperatura de la parte frontal de la tela fue de 38,0°C, y la temperatura de la parte posterior de la tela fue de 39,5°C. La suavidad fue B, la resistencia de la fibra de la urdimbre fue 3,7 cN/dtex, y resistencia de la fibra de la trama fue 3,7 cN/dtex. Por lo tanto, la tela era excelente en términos de resistencia de fibra de las fibras de ácido poliláctico, y además tenía excelentes propiedades de conservación del calor.

50

Incidentalmente, en el momento del amasado en fusión y la fabricación del hilo, no se detectó olor a isocianato. Además, cuando la estructura obtenida se fundió a 300°C durante 5 minutos, el resultado de la evaluación del olor a isocianato fue aceptable. La concentración de grupos terminales carboxilo de un filamento de ácido poliláctico analizado inmediatamente después de la hilatura fue 1 eq/ton, y la concentración de grupos terminales carboxilo de la tela conservadora del calor fue 2 eq/ton.

55

Ejemplo 46

60

El ejemplo se realizó de la misma manera que en el Ejemplo 45, salvo que se utilizaron las virutas de estereocomplejo de ácido poliláctico obtenidas mediante el procedimiento del Ejemplo de Referencia 9 y el compuesto de carbodiimida cíclico (2). La tela conservadora del calor obtenida se evaluó de la misma manera que en el Ejemplo 45. Con respecto a las propiedades de conservación del calor, la temperatura de la parte frontal de la tela fue de 38,1°C, y la temperatura de la parte posterior de la tela fue de 39,6°C. La suavidad fue B, la resistencia

65

de la fibra de la urdimbre fue 3,8 cN/dtex y la resistencia de la fibra de la trama fue 3,7 cN/dtex. Por lo tanto, la tela era excelente en términos de resistencia de fibra de las fibras de ácido poliláctico, y además tenía excelentes propiedades de conservación del calor.

5 Incidentalmente, en el momento del amasado en fusión y la fabricación del hilo, no se detectó olor a isocianato. Además, cuando la estructura obtenida se fundió a 300°C durante 5 minutos, el resultado de la evaluación del olor a isocianato fue aceptable. La concentración de grupos terminales carboxilo de un filamento de ácido poliláctico analizado inmediatamente después de la hilatura fue 1 eq/ton, y la concentración de grupos terminales carboxilo de la tela conservadora del calor fue 1 eq/ton.

10

Ejemplo 47

15 El ejemplo se realizó de la misma manera que en el Ejemplo 2, salvo que el patrón de transferencia del rodillo de huecogrado en el Ejemplo 46 se cambió al patrón completo que se muestra en la Fig. 4, en el que el porcentaje del área de la zona de aplicación es el 100% (contenido de ATO: 1,6 g/m², sólido de la resina aglutinante: 48,4 g/m²). La tela conservadora del calor obtenida se evaluó de la misma manera que en el Ejemplo 45. Con respecto a las propiedades de conservación del calor, la temperatura de la parte frontal de la tela fue de 38,6°C, y la temperatura de la parte posterior de la tela fue de 39,7°C. La suavidad fue C, pero las propiedades de conservación del calor fueron excelentes. Incidentalmente, en el momento del amasado en fusión y la fabricación del hilo, no se detectó olor a isocianato. Además, cuando la estructura obtenida se fundió a 300°C durante 5 minutos, el resultado de la evaluación del olor a isocianato fue aceptable. La concentración de grupos terminales carboxilo de un filamento de ácido poliláctico analizado inmediatamente después de la hilatura fue 2 eq/ton, y la concentración de grupos terminales carboxilo de la tela conservadora del calor fue 2 eq/ton.

25

Ejemplo Comparativo 28

30 Se realizó el mismo procedimiento que en el Ejemplo 46, salvo que en lugar del compuesto de carbodiimida cíclico (2) se utilizó un compuesto de policarbodiimida lineal [fabricado por Nisshinbo Chemical; "CARBODILITE" HMV-8CA]. La tela conservadora del calor obtenida se evaluó de la misma manera que en el Ejemplo 45. Con respecto a las propiedades de conservación del calor, la temperatura de la parte frontal de la tela fue de 38,7°C, y la temperatura de la parte posterior de la tela fue de 39,8°C. La suavidad fue B, y las propiedades de conservación del calor también fueron excelentes.

35 La concentración de grupos terminales carboxilo de un filamento de ácido poliláctico analizado inmediatamente después de la hilatura fue 2 eq/ton, y la concentración de grupos terminales carboxilo de la tela conservadora del calor fue 2 eq/ton. Sin embargo, se detectó olor a isocianato, especialmente en el momento de la hilatura. Además, cuando la estructura obtenida se fundió a 300°C durante 5 minutos, el resultado de la evaluación del olor a isocianato fue inaceptable.

40

Ejemplo Comparativo 29

45 Se realizó el mismo procedimiento que en el Ejemplo 46, salvo que no se utilizó el compuesto de carbodiimida cíclico (2). La tela conservadora del calor obtenida se evaluó de la misma manera que en el Ejemplo 45. Con respecto a las propiedades de conservación del calor, la temperatura de la parte frontal de la tela fue de 38,5°C, y la temperatura de la parte posterior de la tela fue de 39,9°C. La suavidad fue B, y las propiedades de conservación del calor también fueron excelentes.

50 Incidentalmente, en el momento del amasado en fusión y la hilatura, no se detectó olor a isocianato. Además, tras la fusión a 300°C durante 5 minutos, el resultado de la evaluación del olor a isocianato fue aceptable. Sin embargo, la concentración de grupos terminales carboxilo de un filamento de ácido poliláctico analizado inmediatamente después de la hilatura fue 29 eq/ton, y la concentración de grupos terminales carboxilo de la tela conservadora del calor fue 38 eq/ton, lo que indicaba escasa resistencia a la hidrólisis.

55

Ejemplo 48

60 Las virutas de poli(ácido L-láctico) obtenidas mediante el procedimiento del Ejemplo de Referencia 9 y el compuesto de carbodiimida cíclico (1) se secaron por separado y a continuación se mezclaron en una relación ponderal de 99:1. La mezcla se fundió en una máquina de hilatura de tipo extrusora a una temperatura de 220°C, se descargó desde una hilera con 30 orificios de descarga, y a continuación se enfrió en una cámara de hilatura. Después de ello, se aplicó a la misma un aceite, y el hilo no estirado se enrolló a una velocidad de 500 m/min. El hilo no estirado enrollado se estiró hasta 4,9 veces su longitud original en una máquina de estirado a una temperatura de precalentamiento de 80°C. Se enrolló el hilo estirado, a continuación se trató térmicamente a 120°C, y se sometió adicionalmente a rizado por falsa torsión. Las propiedades de pase de proceso fueron excelentes en el proceso de hilatura y el proceso de estiramiento. El hilo rizado por falsa torsión obtenido era un multifilamento con una finura de 65 190 dtex/48 filamentos (forma en sección transversal de la fibra individual: sección transversal redonda).

A continuación, utilizando como urdimbre el hilo rizado por falsa torsión y como trama el hilo rizado por falsa torsión (utilizado en 1:1), se formó un textil tejido de trama reforzada (densidad de la urdimbre del tejido crudo: 100 hilos/2,54 cm, densidad de la trama del tejido crudo: 160 hilos/2,54 cm), a continuación se sometió a lavado industrial a 80°C, y se tiñó de la manera habitual a 110°C durante 30 minutos. En el momento de la tintura, se realizó el procesamiento hidrófugo en el mismo baño (5% owf) utilizando un agente hidrofizante que contenía un copolímero de tereftalato de polietileno-polietilenglicol (SR-1000 fabricado por Takamatsu Oil & Fat), seguido de secado (a una temperatura de 110°C, 3 minutos) y fijación (a una temperatura de 150°C, 1 minuto).

A continuación, se aplicó sobre un lado del textil tejido, un líquido de tratamiento de la siguiente formulación en una cantidad de aproximadamente 15 g/m² mediante estampado por transferencia por huecogrado en el patrón cuadrado de tablero de ajedrez que se muestra en la Fig. 2 (tamaño de cuadrado: 1 mm x 1 mm, porcentaje del área de la zona de aplicación: 50%), a continuación se secó a 110°C, y se sometió a un tratamiento térmico en seco a 130°C durante 45 segundos para dar un textil tejido.

[Composición del líquido de tratamiento]

- Agua: 91,6% en peso
- Agente hidrófugo a base de fluoruro: 8% en peso ("AsahiGuard AG710" fabricado por Asahi Glass)
- Resina aglutinante a base de melamina: 0,3% en peso ("SUMITEX Resin M-3" fabricado por Sumitomo Chemical, ángulo de contacto: 67,5°)
- Catalizador: 0,1% en peso ("SUMITEX Accelerator ACX")

El textil tejido obtenido fue el siguiente: densidad de la urdimbre: 140 hilos/2,54 cm, densidad de la trama del tejido crudo: 180 hilos/2,54 cm, espesor: 0,5 mm, humedad: media a baja, capacidad de absorción de agua: 1,4 segundos, sequedad : 72%, durabilidad al lavado: 30 veces, textura: ligeramente áspera. La resistencia de fibra de las fibras de ácido poliláctico contenidas en el textil tejido fue 3,5 cN/dtex.

En el punto anterior, se extrajeron al azar del textil tejido diez hilos individuales (filamentos) a ensayar. A continuación, en condiciones en las que la longitud de la muestra de hilo era 50 mm (longitud entre mandriles) y la velocidad de elongación era 500 mm/min, se midió una curva de esfuerzo-deformación a una temperatura ambiente de 20°C y una humedad relativa del 65% utilizando "TENSILON" (nombre del producto) fabricado por Orientec. La resistencia (cN/hilo) se determinó a partir del esfuerzo y la tensión en el punto de rotura, y a continuación se dividió la resistencia por la finura para determinar la resistencia de la fibra (cN/dtex).

Además, con respecto a la humedad, en primer lugar, se colocaron 0,3 cc de agua en una placa acrílica. Se colocó sobre la misma un textil tejido o de punto cortado en un cuadrado de 10 cm, y, mientras se aplicaba una carga de 2,9 mN/cm² (0,3 gf/cm²), se dejó que el textil tejido o de punto absorbiera suficiente agua durante 30 segundos. Después de ello, el tejido o tejido de punto empapado en agua se colocó en los brazos de diez expertos, entre ellos cinco hombres y cinco mujeres, y se realizó la evaluación sensorial de la humedad. En la evaluación, la humedad se evaluó en una escala de cuatro niveles: muy baja (la mejor), baja, media, alta. Incidentalmente, la cantidad de agua, 0,3 ml, colocada en la placa acrílica fue suficiente para desbordar la tela cuadrada de 10 cm.

Con respecto a la sequedad, en primer lugar, se midió la masa inicial (A) de un textil tejido o de punto cortado en un cuadrado de 10 cm. A continuación, se colocó el textil tejido o de punto en una placa a temperatura constante colocada en horizontal controlada a 32°C, y se suministró agua a la misma desde la parte posterior del textil tejido o de punto mediante una bomba dosificadora a una velocidad de 0,2 cc/min durante 10 minutos para proporcionar a la tela un exceso de humedad. El suministro de agua se detuvo a los 10 minutos, y se midió la masa (B) del textil tejido o de punto en este momento. A continuación, se dejó que el tejido reposara en una cámara a temperatura constante controlada a 32°C. Después de reposar durante 10 minutos, se midió de nuevo la masa (C) del textil tejido o de punto. Se evaluó la sequedad mediante la siguiente ecuación.

$$\text{Sequedad (\%)} = ((B - C) / (B - A)) \times 100$$

Incidentalmente, la sequedad así definida es un valor de 0 a 100, y un valor mayor indica mayor sequedad. El método de evaluación de la sequedad mostrado en el presente documento es un método de evaluación experimental suponiendo que la sudoración comienza con el inicio del ejercicio y se detiene después del ejercicio, simulando el caso en el que un ejercicio en el que la cantidad de sudor absorbido por el textil tejido o de punto es de aproximadamente 200 g/m²/h se realiza durante 1 hora, seguido de un descanso de 10 minutos. Como ejercicio en el que la cantidad de sudor absorbido por una tela es de aproximadamente 200 g/m²/h, puede mencionarse el caso en el que se practica en serio baloncesto, tenis, correr, o similares, durante aproximadamente 1 hora. Normalmente, en caso de utilizar como ropa de calle una camiseta de algodón disponible en el mercado, la camiseta de algodón queda completamente empapada de sudor.

Con respecto a la capacidad de absorción de agua, la medición se realizó según el método de ensayo de JIS L-1018:1998 A (método de caída de gota), relacionado con la velocidad de absorción de agua. Se mostró el tiempo para que fuese absorbida una gota de agua sobre una superficie de la muestra horizontal.

5 Con respecto al durabilidad al lavado, el lavado se realizó en una lavadora doméstica corriente, y se evaluó el número de lavados en el momento en el que el rendimiento inicial se reducía a la mitad.

10 Con respecto a la textura de un textil tejido o de punto, se sometió un tejido o tejido de punto cuadrado de 30 cm a evaluación sensorial por diez expertos con los ojos vendados, que incluían cinco hombres y cinco mujeres. En términos de suavidad, el tejido se evaluó en una escala de cuatro niveles: suave (la mejor), ligeramente suave, ligeramente áspero, áspero.

15 Con respecto al espesor, en el caso de un textil tejido, el espesor se midió según el método de medición de espesores de JIS L-1096:1998, 6,5, mientras que en el caso de un tejido de punto, el espesor se midió según el método de medición de espesores de JIS L-1018:1998, 6,5.

20 Con respecto al ángulo de contacto, mediante un aparato de medición del ángulo de contacto (fabricado por Erma), se midió el ángulo de contacto entre la resina aglutinante y una fibra de tereftalato de polietileno corriente.

20 Incidentalmente, en el momento del amasado en fusión y la fabricación del hilo, no se detectó olor a isocianato. Además, cuando la estructura obtenida se fundió a 300°C durante 5 minutos, el resultado de la evaluación del olor a isocianato fue aceptable.

25 La concentración de grupos terminales carboxilo de un filamento de ácido poliláctico analizado inmediatamente después de la hilatura fue 1 eq/ton, y la concentración de grupos terminales carboxilo de la tela fue 2 eq/ton.

Ejemplo 49

30 El ejemplo se realizó de la misma manera que en el Ejemplo 48, salvo que se utilizaron las virutas de estereocomplejo de ácido poliláctico obtenidas mediante el procedimiento del Ejemplo de Referencia 9 y el compuesto de carbodiimida cíclico (2). El textil tejido obtenido fue el siguiente: densidad de la urdimbre: 140 hilos/2,54 cm, densidad de la trama del tejido crudo: 180 hilos/2,54 cm, espesor: 0,5 mm, humedad: media a baja, capacidad de absorción de agua: 1,3 segundos, sequedad: 71%, durabilidad al lavado: 31 veces, textura: ligeramente áspera. La resistencia de fibra de las fibras de ácido poliláctico contenidas en el textil tejido fue 3,6 cN/dtex. (Cada valor se calculó de la misma manera que la descrita en el Ejemplo 48.)

40 Incidentalmente, en el momento del amasado en fusión y la fabricación del hilo, no se detectó olor a isocianato. Además, cuando la estructura obtenida se fundió a 300°C durante 5 minutos, el resultado de la evaluación del olor a isocianato fue aceptable. La concentración de grupos terminales carboxilo de un filamento de ácido poliláctico analizado inmediatamente después de la hilatura fue 1 eq/ton, y la concentración de grupos terminales carboxilo de la tela fue 1 eq/ton.

Ejemplo 50

45 El ejemplo se realizó de la misma manera que en el Ejemplo 49, salvo que la trama se cambió a un hilo rizado por falsa torsión (utilizado en 1:1) con una finura total de 190 dtex/48 filamentos y hecho de tereftalato de polietileno que contenía 3-carbometoxi bencenosulfonato de sodio-5-carboxilato de sodio (1,3% en moles con respecto al tereftalato de dimetilo) como agente de formación de microporos, y que inmediatamente antes de la tintura, se realizó la reducción de peso con álcali en una solución de hidróxido sódico acuoso de 35 g/l (temperatura: 95°C) con lo cual se formaron irregularidades con una profundidad de aproximadamente 0,01 µm a 10 µm en la superficie de la fibra del hilo individual.

55 El textil tejido obtenido fue el siguiente: densidad de la urdimbre: 140 hilos/2,54 cm, densidad de la trama del tejido crudo: 180 hilos/2,54 cm, espesor: 0,5 mm, humedad: extremadamente baja, capacidad de absorción de agua: 0,4 segundos, sequedad: 88%, durabilidad al lavado: 49 veces, textura: suave (cada valor se calculó de la misma manera que la descrita en el Ejemplo 48).

60 Incidentalmente, en el momento del amasado en fusión y la fabricación del hilo, no se detectó olor a isocianato. Además, cuando la estructura obtenida se fundió a 300°C durante 5 minutos, el resultado de la evaluación del olor a isocianato fue aceptable. La concentración de grupos terminales carboxilo de un filamento de ácido poliláctico analizado inmediatamente después de la hilatura fue 2 eq/ton, y la concentración de grupos terminales carboxilo de la tela fue 2 eq/ton.

Ejemplo 51

65

El ejemplo se realizó de la misma manera que en el Ejemplo 49, salvo que la forma en sección transversal de la fibra individual del hilo rizado por falsa torsión utilizado como trama se cambió a la forma plana con cuatro picos como se muestra en la Fig. 1.

5 El textil tejido obtenido fue el siguiente: densidad de la urdimbre: 140 hilos/2,54 cm, densidad de la trama del tejido crudo: 180 hilos/2,54 cm, espesor: 0,5 mm, humedad: extremadamente baja, capacidad de absorción de agua: 0,3 segundos, sequedad: 89%, durabilidad al lavado: 42 veces, textura: suave (cada valor se calculó de la misma manera que la descrita en el Ejemplo 48).

10 Incidentalmente, en el momento del amasado en fusión y la fabricación del hilo, no se detectó olor a isocianato. Además, cuando la estructura obtenida se fundió a 300°C durante 5 minutos, el resultado de la evaluación del olor a isocianato fue aceptable. La concentración de grupos terminales carboxilo de un filamento de ácido poliláctico analizado inmediatamente después de la hilatura fue 2 eq/ton, y la concentración de grupos terminales carboxilo de la tela fue 2 eq/ton.

15 Ejemplo 52

El ejemplo se realizó de la misma manera que en el Ejemplo 49, salvo que el tamaño de cuadrado del patrón cuadrículado de tablero de ajedrez se cambió a 0,4 mm x 0,4 mm.

20 El textil tejido obtenido fue el siguiente: densidad de la urdimbre: 140 hilos/2,54 cm, densidad de la trama del tejido crudo: 180 hilos/2,54 cm, espesor: 0,5 mm, humedad: media, capacidad de absorción de agua: 1,8 segundos, sequedad: 44%, durabilidad al lavado: 8 veces, textura: ligeramente áspera (cada valor se calculó de la misma manera que la descrita en el Ejemplo 48).

25 Incidentalmente, en el momento del amasado en fusión y la fabricación del hilo, no se detectó olor a isocianato. Además, cuando la estructura obtenida se fundió a 300°C durante 5 minutos, el resultado de la evaluación del olor a isocianato fue aceptable. La concentración de grupos terminales carboxilo de un filamento de ácido poliláctico analizado inmediatamente después de la hilatura fue 2 eq/ton, y la concentración de grupos terminales carboxilo de la tela fue 3 eq/ton.

30 Ejemplo 53

35 El ejemplo se realizó de la misma manera que en el Ejemplo 49, salvo que el tamaño de cuadrado del patrón cuadrículado de tablero de ajedrez se cambió a 3 mm x 3 mm (porcentaje del área de la parte de aplicación: 50%).

40 El textil tejido obtenido fue el siguiente: densidad de la urdimbre: 140 hilos/2,54 cm, densidad de la trama del tejido crudo: 180 hilos/2,54 cm, espesor: 0,5 mm, humedad: media, capacidad de absorción de agua: 1,9 segundos, sequedad: 40%, durabilidad al lavado: 9 veces, textura: ligeramente áspera (cada valor se calculó de la misma manera que la descrita en el Ejemplo 48).

45 Incidentalmente, en el momento del amasado en fusión y la fabricación del hilo, no se detectó olor a isocianato. Además, cuando la estructura obtenida se fundió a 300°C durante 5 minutos, el resultado de la evaluación del olor a isocianato fue aceptable. La concentración de grupos terminales carboxilo de un filamento de ácido poliláctico analizado inmediatamente después de la hilatura fue 2 eq/ton, y la concentración de grupos terminales carboxilo de la tela fue 2 eq/ton.

50 Ejemplo Comparativo 30

Se realizó el mismo procedimiento que en el Ejemplo 48, salvo que en lugar del compuesto de carbodiimida cíclico (1) se utilizó un compuesto de policarbodiimida lineal [fabricado por Nisshinbo Chemical; "CARBODILITE" HMV-8CA].

55 El textil tejido obtenido fue el siguiente: densidad de la urdimbre: 140 hilos/2,54 cm, densidad de la trama del tejido crudo: 180 hilos/2,54 cm, espesor: 0,5 mm, humedad: media, capacidad de absorción de agua: 2,0 segundos, sequedad: 44%, durabilidad al lavado: 8 veces, textura: ligeramente áspera (cada valor se calculó de la misma manera que la descrita en el Ejemplo 48).

60 La concentración de grupos terminales carboxilo de un filamento de ácido poliláctico analizado inmediatamente después de la hilatura fue 2 eq/ton, y la concentración de grupos terminales carboxilo de la tela hidroabsorbente fue 2 eq/ton. Sin embargo, se detectó olor a isocianato, especialmente en el momento de la hilatura. Además, cuando la estructura obtenida se fundió a 300°C durante 5 minutos, el resultado de la evaluación del olor a isocianato fue inaceptable.

65 Ejemplo Comparativo 31

Se realizó el mismo procedimiento que en el Ejemplo 48, salvo que no se utilizó el compuesto de carbodiimida cíclico (1).

5 El textil tejido obtenido fue el siguiente: densidad de la urdimbre: 140 hilos/2,54 cm, densidad de la trama del tejido crudo: 180 hilos/2,54 cm, espesor: 0,5 mm, humedad: media, capacidad de absorción de agua: 1,9 segundos, sequedad: 40%, durabilidad al lavado: 7 veces, textura: ligeramente áspera (cada valor se calculó de la misma manera que la descrita en el Ejemplo 48).

10 Incidentalmente, en el momento del amasado en fusión y la hilatura, no se detectó olor a isocianato. Además, tras la fusión a 300°C durante 5 minutos, el resultado de la evaluación del olor a isocianato fue aceptable. Sin embargo, la concentración de grupos terminales carboxilo de un filamento de ácido poliláctico analizado inmediatamente después de la hilatura fue 29 eq/ton, y la concentración de grupos terminales carboxilo de la tela hidroabsorbente fue 38 eq/ton, lo que indicaba escasa resistencia a la hidrólisis.

15 Ejemplo de Referencia 10

20 Se mezclaron 25 partes de un pigmento orgánico rojo azoico (C.I. Pigment Red 150), 25 partes de un dispersante polimérico con un peso molecular medio ponderado de 8.500 y que contenía un grupo carboxilo como grupo iónico y un grupo fenilo como grupo hidrófobo ("JONCRYL 62": fabricado por BASF Japón), 5 partes de propilenglicol y 45 partes de agua, y se dispersaron en un molino Attritor (perlas de vidrio de 0,6 mm de diámetro, máquina de dispersión por lotes) durante 48 horas para dar una dispersión de pigmento rojo de 0,285 µm.

25 A continuación, se agitaron uniformemente 95 partes de agua y 2,5 partes de un espesante poliacrílico ("Alcoprint PTF": fabricado por Ciba Specialty Chemical) y se mezclaron para dar un reductor sin trementina (reductor).

30 Además, se incorporaron 5 partes de la dispersión de pigmento rojo, 95 partes del reductor y 3 partes de un agente de reticulación de isocianato bloqueado ("FIXER N": fabricado por Matsui Shikiso Chemical) para dar una tinta de color para serigrafía (rojo).

Ejemplo 54

35 Las virutas de poli(ácido L-láctico) obtenidas mediante el procedimiento del Ejemplo de Referencia 9 y el compuesto de carbodiimida cíclico (1) se secaron por separado y a continuación se mezclaron en una relación ponderal de 99:1. La mezcla se fundió en una máquina de hilatura de tipo extrusora a una temperatura de 220°C, se descargó desde una hilera con 30 orificios de descarga, y a continuación se enfrió en una cámara de hilatura. Después de ello, se aplicó a la misma un aceite, y el hilo no estirado se enrolló a una velocidad de 500 m/min. El hilo no estirado se estiró hasta 4,9 veces su longitud original a una temperatura de precalentamiento de 80°C, posteriormente se trató térmicamente a 130°C, y se enrolló como una fibra de 56 dtex/20 filamentos.

Mediante el mismo procedimiento anterior, también se obtuvo una fibra con una finura de 84 dtex/36 filamentos.

45 A continuación, utilizando como urdimbre la fibra con una finura total de 56 dtex/20 filamentos y como trama el multifilamento con una finura total de 84 dtex/36 filamentos, se obtuvo un tejido tafetán con una densidad de la urdimbre de 76 hilos/2,54 cm y una densidad de la trama de 90 hilos/cm 2,54. Además, la tinta de color para serigrafía obtenida en el Ejemplo de Referencia 10 se estampó manualmente sobre el tejido tafetán utilizando un stencil de serigrafía de malla 100 con un diseño de lunares, se secó a 100°C en un secador, y se trató térmicamente a 130°C durante 3 minutos para dar una tela coloreada con lunares rojos.

50 La estructura de fibra procesada de este modo tenía una solidez al lavado de Clase 4. Después del tratamiento a 70°C x 90% de humedad relativa durante una semana, la resistencia de fibra de las fibras de ácido poliláctico contenidas en el textil tejido fue 1,8 cN/dtex (300 g/hilo). A continuación, utilizando el textil tejido, se obtuvieron un uniforme, un material para interiores de automóviles (material de piel de asiento de automóvil) y un material de tapicería (funda para sillas). Tenían una excelente solidez al lavado, junto con una excelente durabilidad. Incidentalmente, en el momento del amasado en fusión y la fabricación del hilo, no se detectó olor a isocianato. Además, cuando la estructura obtenida se fundió a 300°C durante 5 minutos, el resultado de la evaluación del olor a isocianato fue aceptable.

60 La concentración de grupos terminales carboxilo de un filamento de ácido poliláctico analizado inmediatamente después de la hilatura fue 1 eq/ton, y la concentración de grupos terminales carboxilo de la tela antes del estampado fue 2 eq/ton.

65 Incidentalmente, en este ejemplo, la solidez al lavado se determinó en base al siguiente método AATCC II-A.

A) Aparatos y material:

- 5 1. Launderómetro: 40 rpm a 44 rpm
 2. Frasco de ensayo (hecho de acero inoxidable): 450 ml a 550 ml
 3. Bola de acero inoxidable: 0,4 mm de diámetro, 50 bolas por frasco
 4. Jabón: jabón para ropa sólido (JIS K 3302:1985), sin aditivos (un tipo)
 5. Metasilicato de sodio ($\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)
 6. Ácido acético glacial
 10 7. Plancha
 8. Deshidratador centrífugo o escurridor

B) Tejido adyacente convencional:

- 15 AATCC Multifiber N°1
 Trama: Acetato, algodón, nailon, seda, rayón, lana
 Urdimbre: Poliéster (hilado)

C) Preparación de la muestra:

- 20 Se toma una muestra que mide 15 cm de longitud x 5 cm de anchura. Se pone en contacto con el centro de la muestra un tejido adyacente convencional (Multifiber N°1) que mide 5 cm x 5 cm, y los cuatro lados de la tela se cosen al mismo sin apretar utilizando un hilo de algodón blanco. En el caso de un tejido de punto, se utiliza una muselina blanqueada del mismo tamaño que la muestra y una densidad de 80 (hilos/2,54 cm) x 80 (hilos/2,54 cm), y se cosen los cuatro lados a la muestra para evitar que sus extremos queden atrapados durante el ensayo.
 25

D) Funcionamiento de ensayo:

- 30 Se colocan en un frasco de ensayo 150 ml de una solución que contiene jabón al 0,2% y metasilicato de sodio al 0,2%, y se colocan en el mismo 50 bolas de acero inoxidable duras. Después de precalentar a una temperatura de 49°C, se coloca en el mismo una muestra de compuesto. El frasco se cierra herméticamente, se fija a un eje rotatorio y se hace girar a una temperatura de 49°C durante 45 minutos. A continuación, sin enfriar, la muestra de compuesto se saca inmediatamente del frasco de ensayo, se lava dos veces con 100 ml de agua caliente (40°C) durante 1 minuto, y se lava adicionalmente con 100 ml de agua (27°C) durante 1 minuto. Posteriormente, la muestra de compuesto se deshidrata en un deshidratador centrífugo o escurridor y a continuación se seca por presión con una plancha a una temperatura de 135°C a 150°C, mientras la muestra y el tejido adyacente normal permanecen juntos.
 35

E) Determinación:

- 40 La tinción del Multifiber N°1 se determina en base a la tinción de una parte de nailon utilizando la escala de grises según la norma JIS L-0801:2004.

45 Ejemplo 55

- El ejemplo se realizó de la misma manera que en el Ejemplo 54, salvo que se utilizaron las virutas de estereocomplejo de ácido poliláctico obtenidas mediante el procedimiento del Ejemplo de Referencia 9 y el compuesto de carbodiimida cíclico (2). La estructura de fibra estampada tenía una solidez al lavado de Clase 4. Después del tratamiento a 70°C x 90% de humedad relativa durante una semana, la resistencia de fibra de las fibras de ácido poliláctico contenidas en el textil tejido fue 1,9 cN/dtex (300 g/hilo).
 50

- A continuación, utilizando el textil tejido, se obtuvieron un uniforme, un material para interiores de automóviles (material de piel de asiento de automóvil) y un material de tapicería (funda para sillas). Tenían una excelente solidez al lavado, junto con una excelente durabilidad (la solidez al lavado se midió de la misma manera que en el Ejemplo 54). Incidentalmente, en el momento del amasado en fusión y la fabricación del hilo, no se detectó olor a isocianato. Además, cuando la estructura obtenida se fundió a 300°C durante 5 minutos, el resultado de la evaluación del olor a isocianato fue aceptable. La concentración de grupos terminales carboxilo de un filamento de ácido poliláctico analizado inmediatamente después de la hilatura fue 1 eq/ton, y la concentración de grupos terminales carboxilo de la tela antes del estampado fue 1 eq/ton.
 55
 60

Ejemplo Comparativo 32

- Se realizó el mismo procedimiento que en el Ejemplo 54, salvo que en lugar del compuesto de carbodiimida cíclico (1) se utilizó un compuesto de policarbodiimida lineal [fabricado por Nisshinbo Chemical; "CARBODILITE" HMV-8CA]. La estructura de fibra estampada tenía una solidez al lavado de Clase 4. Después del tratamiento a 70°C
 65

5 x 90% de humedad relativa durante una semana, la resistencia de fibra de las fibras de ácido poliláctico contenidas en el textil tejido fue 1,8 cN/dtex (300 g/hilo). A continuación, utilizando el textil tejido, se obtuvieron un uniforme, un material para interiores de automóviles (material de piel de asiento de automóvil) y un material de tapicería (funda para sillas). Tenían una excelente solidez al lavado, junto con una excelente durabilidad (la solidez al lavado se midió de la misma manera que en el Ejemplo 54).

10 La concentración de grupos terminales carboxilo de un filamento de ácido poliláctico analizado inmediatamente después de la hilatura fue 2 eq/ton, y la concentración de grupos terminales carboxilo de la tela fue 2 eq/ton. Sin embargo, se detectó olor a isocianato, especialmente en el momento de la hilatura. Además, cuando la estructura obtenida se fundió a 300°C durante 5 minutos, el resultado de la evaluación del olor a isocianato fue inaceptable.

Ejemplo Comparativo 33

15 Se realizó el mismo procedimiento que en el Ejemplo 54, salvo que no se utilizó el compuesto de carbodiimida cíclico (1).

20 La estructura de fibra estampada tenía una solidez al lavado de Clase 2. Después del tratamiento a 70°C x 90% de humedad relativa durante una semana, la resistencia de fibra de las fibras de ácido poliláctico contenidas en el textil tejido fue 0,8 cN/dtex (300 g/hilo) (la solidez al lavado se midió de la misma manera que en el Ejemplo 54).

25 Incidentalmente, en el momento del amasado en fusión y la hilatura, no se detectó olor a isocianato. Además, tras la fusión a 300°C durante 5 minutos, el resultado de la evaluación del olor a isocianato fue aceptable. Sin embargo, la concentración de grupos terminales carboxilo de un filamento de ácido poliláctico analizado inmediatamente después de la hilatura fue 32 eq/ton, y la concentración de grupos terminales carboxilo de la tela antes del estampado fue 36 eq/ton, lo que indicaba escasa resistencia a la hidrólisis.

Ejemplo de Referencia 11

30 Se mezclaron 25 partes de un pigmento azul orgánico (C.I. Solvent Blue 45, fabricado por Clariant Japan), 25 partes de un dispersante polimérico con un peso molecular medio ponderado de 8.500 y que contenía un grupo carboxilo como grupo iónico y un grupo fenilo como grupo hidrófobo ("JONCRYL 62": fabricado por BASF Japón), 5 partes de propilenglicol y 45 partes de agua, y se dispersaron durante 48 horas en un molino Attritor (perlas de vidrio de 0,6 mm de diámetro, máquina de dispersión por lotes) para dar una dispersión de pigmento azul.

35 A continuación, se agitaron uniformemente 95 partes de agua y 2,5 partes de un espesante poliacrílico ("ALCOPRINT PTF": fabricado por Ciba Specialty Chemical) y se mezclaron para dar un reductor sin trementina (reductor).

40 Además, se incorporaron 5 partes de la dispersión de pigmento azul, 95 partes del reductor y 3 partes de un agente de reticulación de isocianato bloqueado ("FIXER N": fabricado por Matsui Shikiso Chemical) para dar una tinta de color para serigrafía (azul).

Ejemplo 56

45 Las virutas de poli(ácido L-láctico) obtenidas mediante el procedimiento del Ejemplo de Referencia 9 y el compuesto de carbodiimida cíclico (1) se secaron por separado y a continuación se mezclaron en una relación ponderal de 99:1. La mezcla se fundió en una máquina de hilatura de tipo extrusora a una temperatura de 220°C, se descargó desde una hilera con 30 orificios de descarga, y a continuación se enfrió en una cámara de hilatura. Después de ello, se aplicó a la misma un aceite, y el hilo no estirado se enrolló a una velocidad de 500 m/min.

50 El hilo no estirado se estiró hasta 4,9 veces su longitud original a una temperatura de precalentamiento de 80°C, seguido de un tratamiento térmico a 130°C. Las propiedades de pase de proceso fueron excelentes en el proceso de hilatura y el proceso de estiramiento. El hilo estirado enrollado era un multifilamento con una finura de 167 dtex/36 filamentos, una resistencia de 3,6 cN/dtex y una elongación del 35%.

60 Se unieron dos de los filamentos de ácido poliláctico obtenidos, se retorcieron 160 veces/m, y se tejieron como urdimbre y trama para formar un textil tejido con una estructura de sarga. Después de ello, se sometió el textil tejido a termofijación en seco a una temperatura de 130°C durante 2 minutos y, a continuación se tiñó a una temperatura de 120°C durante 30 minutos utilizando una máquina de tintura a chorro. En ese momento, se utilizó el siguiente tinte disperso para realizar la tintura y el aclaramiento por reducción.

(Condiciones de tintura)

65 Tinte disperso: C.I. Disperse Blue 79: 1% owf.
El artículo de tintura obtenido se aclaró en el siguiente baño reductor (pH 5,5).

Relación de baño: 1:20
 Temperatura x Tiempo: 120°C x 30 minutos

Composición del baño reductor y condiciones de aclaramiento:

5

Dióxido de tiourea: 1 g/l
 Relación de baño: 1:20
 Temperatura x Tiempo: 70°C x 15 minutos

10

A continuación, se realizó el secado a una temperatura de 110°C durante 10 minutos, seguido de termofijación en seco a una temperatura de 130°C durante 2 minutos. Además, la tinta de color para serigrafía obtenida en el Ejemplo de Referencia 11 se estampó manualmente en un textil tejido, se secó a 100°C en un secador, y se trató térmicamente a 130°C durante 3 minutos para dar una tela coloreada azul.

15

La estructura de fibra procesada de este modo tenía un valor L de 39, una solidez al lavado de Clase 4, y una solidez al frote de Clase 3 (la solidez al lavado se midió de la misma manera que en el Ejemplo 54).

20

A continuación, utilizando el textil tejido, se obtuvieron un uniforme, un material para interiores de automóviles (material de piel de asiento de automóvil) y un material de tapicería (funda para sillas). Tenían una excelente solidez al lavado, junto con una excelente durabilidad.

25

Incidentalmente, en el momento del amasado en fusión y la fabricación del hilo, no se detectó olor a isocianato. Además, cuando la estructura obtenida se fundió a 300°C durante 5 minutos, el resultado de la evaluación del olor a isocianato fue aceptable.

30

La concentración de grupos terminales carboxilo de un filamento de ácido poliláctico analizado inmediatamente después de la hilatura fue 1 eq/ton, y la concentración de grupos terminales carboxilo de la tela antes de la tintura fue 2 eq/ton.

35

Incidentalmente, en este ejemplo, el valor L del color (valor L de la estructura después de la tintura) se midió desde la superficie de la tela utilizando un espectrofotómetro (Gretag MacBeth Color-Eye 7000A). El valor L muestra claridad, y un valor mayor indica una mayor claridad. Un valor cercano a 100 indica un color más blanco, más claro, mientras que un valor cercano a 0 indica un color más intenso. La solidez al frote (estructura teñida) se evaluó según JIS L-0849:2004, Rubbing Tester, Tipo II (tipo JSP), utilizando la escala de grises. Una solidez de Clase 3 o superior se calificó como aceptable.

Ejemplo 57

40

Las virutas de estereocomplejo de ácido poliláctico obtenidas mediante el procedimiento del Ejemplo de Referencia 9 y el compuesto de carbodiimida cíclico (2) se secaron por separado y a continuación se mezclaron en una relación ponderal de 99:1. La mezcla se fundió en una máquina de hilatura de tipo extrusora a una temperatura de 220°C, se descargó desde una hilera con 30 orificios de descarga, y a continuación se enfrió en una cámara de hilatura. Después de ello, se aplicó a la misma un aceite, y el hilo no estirado se enrolló a una velocidad de 500 m/min. Los siguientes procesos se realizaron de la misma manera que en el Ejemplo 56.

45

La estructura de fibra estampada procesada de este modo tenía un valor L de 36, una solidez al lavado de Clase 4, y una solidez al frote de Clase 3 a 4 (cada valor se calculó mediante el mismo método descrito en el Ejemplo 56). A continuación, utilizando el textil tejido, se obtuvieron un uniforme, un material para interiores de automóviles (material de piel de asiento de automóvil) y un material de tapicería (funda para sillas). Tenían una excelente solidez al lavado, junto con una excelente durabilidad. Incidentalmente, en el momento del amasado en fusión y la fabricación del hilo, no se detectó olor a isocianato. Además, cuando la estructura obtenida se fundió a 300°C durante 5 minutos, el resultado de la evaluación del olor a isocianato fue aceptable.

50

55

La concentración de grupos terminales carboxilo de un filamento de ácido poliláctico analizado inmediatamente después de la hilatura fue 1 eq/ton, y la concentración de grupos terminales carboxilo de la tela antes de la tintura fue 1 eq/ton.

Ejemplo Comparativo 34

60

Se realizó el mismo procedimiento que en el Ejemplo 56, salvo que en lugar del compuesto de carbodiimida cíclico (1) se utilizó un compuesto de policarbodiimida lineal [fabricado por Nisshinbo Chemical; "CARBODILITE" HMV-8CA].

65

La estructura de fibra estampada tenía una solidez al lavado de Clase 4 y una solidez a frote de Clase 3 (cada valor se calculó mediante el mismo método descrito en el Ejemplo 56). A continuación, utilizando el textil tejido, se obtuvieron un uniforme, un material para interiores de automóviles (material de piel de asiento de

automóvil) y un material de tapicería (funda para sillas). Tenían una excelente solidez al lavado, junto con una excelente durabilidad.

La concentración de grupos terminales carboxilo de un filamento de ácido poliláctico analizado inmediatamente después de la hilatura fue 2 eq/ton, y la concentración de grupos terminales carboxilo de la tela fue 2 eq/ton. Sin embargo, se detectó olor a isocianato en el momento de la hilatura. Además, cuando la tela obtenida se fundió a 300°C durante 5 minutos, el resultado de la evaluación del olor a isocianato fue inaceptable.

Susceptibilidad de aplicación industrial

Según la invención, es posible proporcionar una fibra y una estructura de fibra, con resistencia a la hidrólisis mejorada y de las que no se producen compuestos de isocianato libres.

Además, los grupos ácidos de un polímero pueden protegerse terminalmente con un compuesto de carbodiimida sin la liberación de un compuesto de isocianato. Como resultado, puede suprimirse la generación de un olor muy desagradable procedente de un compuesto de isocianato libre, con lo que puede mejorarse el entorno de trabajo.

Además, cuando los extremos de la cadena polimérica se protegen terminalmente con un compuesto de carbodiimida cíclico, se producen grupos isocianato en los extremos de la cadena polimérica. La reacción de tales grupos isocianato permite aumentar adicionalmente el peso molecular del polímero. Un compuesto de carbodiimida cíclico también tiene la función de capturar monómeros libres u otros compuestos que contienen grupos ácidos en el polímero. Además, según la invención, debido a su estructura de anillo, el compuesto de carbodiimida cíclico tiene la ventaja de que los extremos pueden protegerse terminalmente en condiciones más moderadas en comparación con los compuestos de carbodiimida lineales comúnmente utilizados.

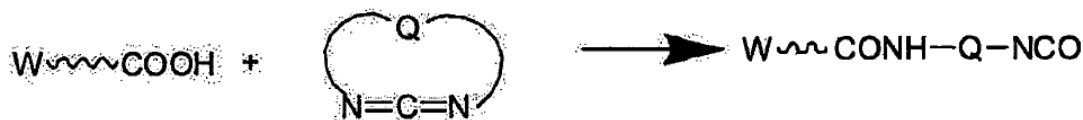
La diferencia en el mecanismo de la reacción de protección terminal entre un compuesto de carbodiimida lineal y un compuesto de carbodiimida cíclico es la siguiente.

Cuando se utiliza un compuesto de carbodiimida lineal ($R_1-N=C=N-R_2$) como agente de protección terminal de carboxilo para un polímero, por ejemplo, ácido poliláctico, la reacción es como se muestra en la siguiente fórmula. A través de una reacción de un compuesto de carbodiimida lineal con un grupo carboxilo, se forma un grupo amida en el extremo del ácido poliláctico, y se libera un compuesto de isocianato (R_1NCO).



(En la fórmula, W es la cadena principal del ácido poliláctico).

Mientras, cuando se utiliza un compuesto de carbodiimida cíclico como agente de protección terminal de carboxilo para un polímero, por ejemplo, ácido poliláctico, la reacción es como se muestra en la siguiente fórmula. A través de una reacción de un compuesto de carbodiimida cíclico con un grupo carboxilo, se forma un grupo isocianato ($-NCO$) en el extremo del ácido poliláctico a través de un grupo amida. Se entenderá que no se libera ningún compuesto de isocianato.



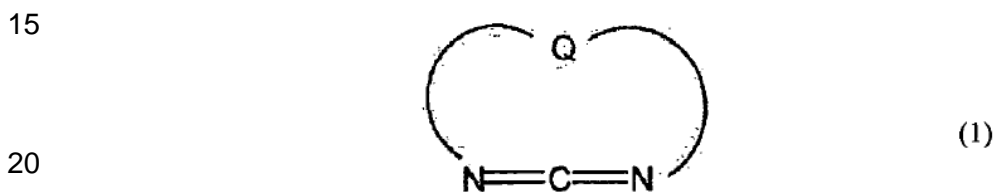
(En la fórmula, W es la cadena principal del ácido poliláctico, y Q es un grupo de unión divalente a tetravalente que es un grupo alifático, un grupo alicíclico, un grupo aromático, o una combinación de los mismos).

Reivindicaciones

1. Fibra que comprende una composición obtenida mezclando:

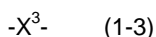
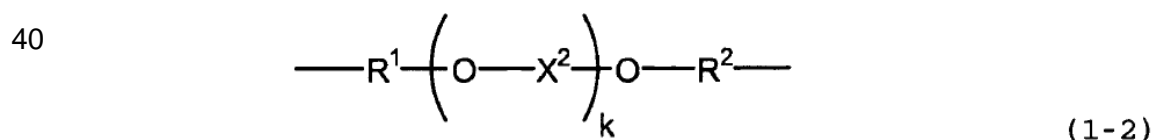
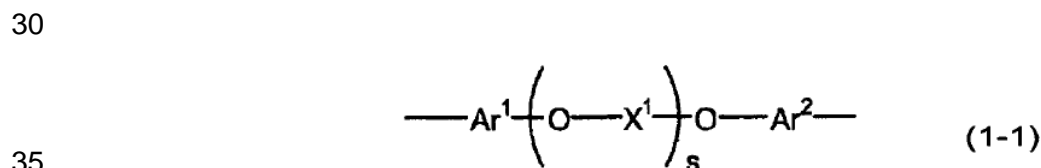
5 un compuesto que tiene al menos una estructura de anillo que contiene un grupo carbodiimida, estando unidos entre sí el primer nitrógeno y segundo nitrógeno del mismo a través de un grupo de unión; con un compuesto polimérico que tiene un grupo ácido, en la que el intervalo de finura de fibra individual es de 0,02 dtex a 10.000 dtex.

10 2. Fibra según la reivindicación 1, en la que la estructura de anillo está representada por la siguiente fórmula (1), y el número de átomos que forman la estructura de anillo es de 8 a 50:



25 en la que Q es un grupo de unión divalente a tetravalente que es un grupo alifático, un grupo alicíclico, un grupo aromático, o una combinación de los mismos, y, opcionalmente, contiene un heteroátomo.

3. Fibra según la reivindicación 2, en la que Q es un grupo de unión divalente a tetravalente representado por la siguiente fórmula (1-1), (1-2) o (1-3):



50 en las que

Ar¹ y Ar² son cada uno independientemente un grupo aromático divalente a tetravalente que tiene de 5 a 15 átomos de carbono,

55 R¹ y R² son cada uno independientemente un grupo alifático divalente a tetravalente que tiene de 1 a 20 átomos de carbono, un grupo alicíclico divalente a tetravalente que tiene de 3 a 20 átomos de carbono, una combinación de los mismos, o una combinación del grupo alifático o alicíclico con un grupo aromático divalente a tetravalente que tiene de 5 a 15 átomos de carbono,

60 X¹ y X² son cada uno independientemente un grupo alifático divalente a tetravalente que tiene de 1 a 20 átomos de carbono, un grupo alicíclico divalente a tetravalente que tiene de 3 a 20 átomos de carbono, un grupo aromático divalente a tetravalente que tiene de 5 a 15 átomos de carbono, o una combinación de los mismos,

s es un número entero de 0 a 10 y k es un número entero de 0 a 10, a condición de que cuando s o k sea 2 o más, X¹ o X² como unidad de repetición puede ser diferente del otro X¹ o X², y

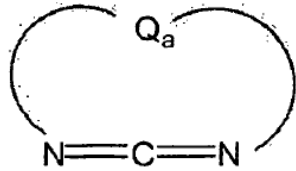
X³ es un grupo alifático divalente a tetravalente que tiene de 1 a 20 átomos de carbono, un grupo alicíclico divalente a tetravalente que tiene de 3 a 20 átomos de carbono, un divalente de

65

4. Fibra según la reivindicación 1, en la que el compuesto con una estructura de anillo está representado por la siguiente fórmula (2):

5

10



(2)

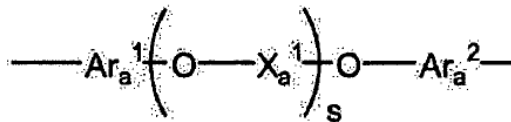
15 en la que Q_a es un grupo de unión divalente que es un grupo alifático, un grupo alicíclico, un grupo aromático, o una combinación de los mismos y, opcionalmente, contiene un heteroátomo. grupo aromático tetravalente que tiene de 5 a 15 átomos de carbono, o una combinación de los mismos, a condición de que

20 $Ar^1, Ar^2, R^1, R^2, X^1, X^2$ y X^3 contienen opcionalmente un heteroátomo, cuando Q es un grupo de unión divalente, $Ar^1, Ar^2, R^1, R^2, X^1, X^2$ y X^3 son todos grupos divalentes, cuando Q es un grupo de unión trivalente, uno de $Ar^1, Ar^2, R^1, R^2, X^1, X^2$ y X^3 es un grupo trivalente, y cuando Q es un grupo de unión tetravalente, uno de $Ar^1, Ar^2, R^1, R^2, X^1, X^2$ y X^3 es un grupo tetravalente o dos de $Ar^1, Ar^2, R^1, R^2, X^1, X^2$ y X^3 son grupos trivalentes.

25

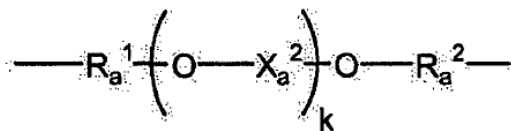
5. Fibra según la reivindicación 4, en la que Q_a es un grupo de unión divalente representado por la siguiente fórmula (2-1), (2-2) o (2-3):

30



(2-1)

35



(2-2)

45

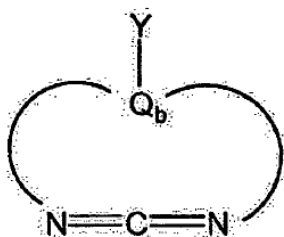


50 en las que $Ar_a^1, Ar_a^2, R_a^1, R_a^2, X_a^1, X_a^2, X_a^3, s,$ y k son como se ha definido para $Ar^1, Ar^2, R^1, R^2, X^1, X^2, X^3, s,$ y k de las fórmulas (1-1) a (1-3), respectivamente.

55

6. Fibra según la reivindicación 1, en la que el compuesto con una estructura de anillo está representado por la siguiente fórmula (3):

60



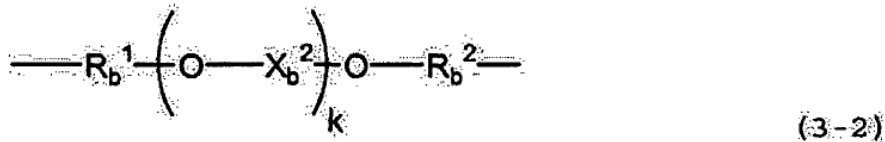
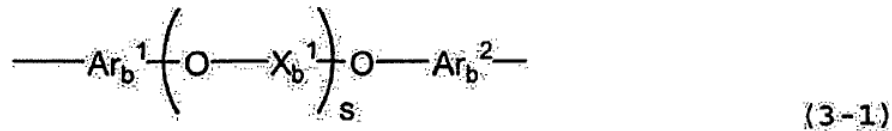
(3)

65

en la que

Q_b es un grupo de unión trivalente que es un grupo alifático, un grupo alicíclico, un grupo aromático, o una combinación de los mismos y, opcionalmente, contiene un heteroátomo, e Y es un transportador que da soporte a la estructura de anillo.

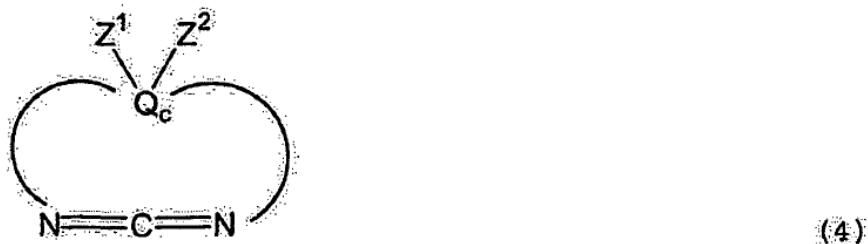
7. Fibra según la reivindicación 6, en la que, Q_b es un grupo de unión trivalente representado por la siguiente fórmula (3-1), (3-2) o (3-3):



en las que Ar_b¹, Ar_b², R_b¹, R_b², X_b¹, X_b², X_b³, s, y k son como se ha definido para Ar¹, Ar², R¹, R², X¹, X², X³, s y k de las fórmulas (1-1) a (1-3), respectivamente, a condición de que uno de los grupos sea un grupo trivalente.

8. Fibra según la reivindicación 6, en la que Y es un enlace sencillo, un doble enlace, un átomo, un grupo atómico o un polímero.

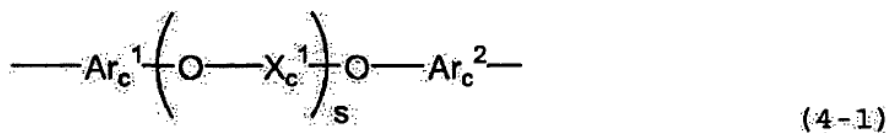
9. Fibra según la reivindicación 1, en la que el compuesto con una estructura de anillo está representado por la siguiente fórmula (4):



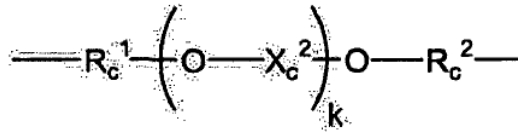
en la que

Q_c es un grupo de unión tetavalente que es un grupo alifático, un grupo aromático, un grupo alicíclico, o una combinación de los mismos y, opcionalmente, contiene un heteroátomo, y Z¹ y Z² son transportadores que dan soporte a la estructura de anillo.

10. Fibra según la reivindicación 9, en la que Q_c es un grupo de unión tetavalente representado por la siguiente fórmula (4-1), (4-2) o (4-3):



5



(4-2)

10

-X_c³- (4-3)

en las que Ar_c¹, Ar_c², R_c¹, R_c², X_c¹, X_c², X_c³, s y k son como se ha definido para Ar¹, Ar², R¹, R², X¹, X², X³, s y k de las fórmulas (1-1) a (1-3), respectivamente, a condición de que uno de los grupos sea un grupo tetravalente o dos de los grupos sean grupos trivalentes.

15

11. Fibra según la reivindicación 9, en la que Z¹ y Z² son cada uno independientemente un enlace sencillo, un doble enlace, un átomo, un grupo atómico o un polímero.

20

12. Fibra según la reivindicación 1, en la que el compuesto polimérico que tiene un grupo ácido es al menos un miembro seleccionado del grupo que consiste en poliésteres aromáticos, poliésteres alifáticos, poliamidas, poliamidaimida y amidas de poliéster.

25

13. Fibra según la reivindicación 12, en la que el poliéster aromático contiene como unidad de repetición principal al menos un miembro seleccionado del grupo que consiste en tereftalato de butileno, tereftalato de etileno, tereftalato de trimetileno, dicarboxilato de etileno naftaleno y dicarboxilato de butileno naftaleno.

14. Fibra según la reivindicación 12, en la que el poliéster alifático es el ácido poliláctico.

15. Fibra según la reivindicación 14, en la que el ácido poliláctico forma un cristal de estereocomplejo.

30

16. Estructura de fibra que utiliza al menos una fibra según la reivindicación 1.

17. Estructura de fibra según la reivindicación 16, en la que la estructura de fibra se encuentra en al menos una forma seleccionada de entre un hilo texturizado, un textil tejido, un tejido de punto y un textil no tejido.

35

40

45

50

55

60

65

Fig. 1

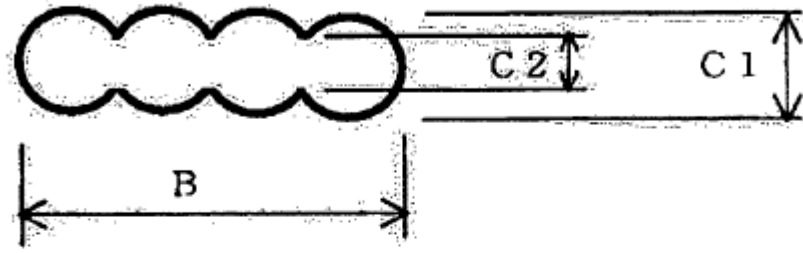
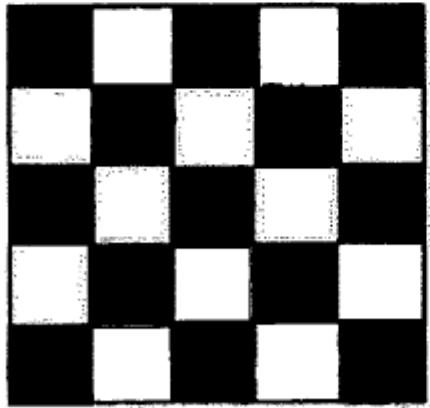
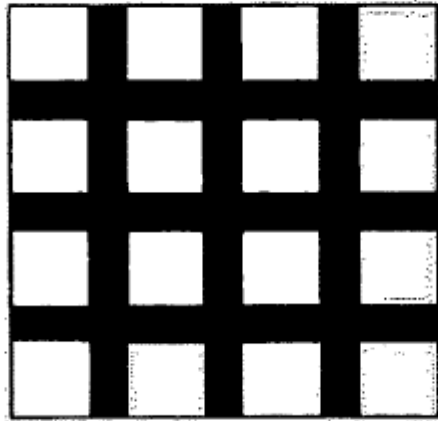


Fig. 2



F i g. 3



F i g. 4

