

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 621 358**

51 Int. Cl.:

D03D 15/00 (2006.01)
D01F 6/80 (2006.01)
D01F 6/90 (2006.01)
D03D 1/00 (2006.01)
D03D 15/12 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **27.12.2013 PCT/JP2013/085353**
87 Fecha y número de publicación internacional: **03.07.2014 WO14104411**
96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **27.12.2013 E 13869555 (6)**
97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **01.02.2017 EP 2940202**

54 Título: **Tejido resistente al calor**

30 Prioridad:

28.12.2012 JP 2012287423

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
03.07.2017

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**SHIMADA, HIROKI y
IZAWA, HAJIME**

74 Agente/Representante:

IZQUIERDO BLANCO, María Alicia

ES 2 621 358 T3

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

Descripción**Tejido resistente al calor**

5

Campo de la técnica

La presente invención se refiere a un tejido resistente al calor fabricado de una fibra de poliamida aromática de tipo meta de acuerdo con la reivindicación 1.

10

Técnica anterior

Con respecto a las prendas de protección convencionales, tales como prendas para bomberos, utilizando un tejido fabricado principalmente con una fibra de poliamida completamente aromática de tipo meta, etc., cuando se usan repetidamente, se lavan con un tensioactivo tal como un detergente, etc., o limpian en seco, por ejemplo, muestran una disminución de la resistencia inicial a la abrasión superficial. Además, debido a que se utiliza un tejido hecho principalmente de una fibra de poliamida completamente aromática de tipo meta, la abrasión superficial mínima es de más de 200 frotaciones. En el pasado ha habido problemas de que aunque la abrasión superficial inicial es alta, la resistencia a la abrasión disminuye debido al lavado, lo que da lugar a la pérdida de una durabilidad elevada del lavado, lo que da lugar a agujeros notorios después del lavado. Se han realizado varios estudios para resolver tales problemas.

En el documento de patente 1 (JP-A-2009-249758) se divulga método en el que una fibra de resistencia alta y alta resistencia al calor está dispuesta como un hilo de núcleo, otra fibra teñible o hilo teñido por hilado está dispuesta a su alrededor en un estado sustancialmente no torcido y además están cubiertas con una fibra teñible o hilo teñido por hilado de una forma espiral, manteniendo así la estética.

En el documento de patente 2 (JP-A-2009-209488) se divulga un hilo hilado compuesto que incluye un componente de núcleo hecho de una fibra de para-aramida y una fibra de meta-aramida y un componente de la vaina hecho de una fibra de celulosa, estando la relación compuesta del componente del núcleo/componente de la vaina dentro de un intervalo de 25/75 a 55/45, así como un tejido tejido o tricotado que utiliza el hilo hilado compuesto.

En el documento de patente 3 (JP-A-2003-147651) se divulga un hilo hilado compuesto de tipo núcleo-vaina que incluye un componente de núcleo hecho de una fibra resistente al calor, de alto rendimiento y un componente de vaina hecho de fibras cortadas de una fibra sintética, una fibra química o una fibra natural, caracterizada por que la fibra resistente al calor de alto rendimiento es un hilo rizado de un hilo de filamento de fibra resistente al calor y de alto rendimiento.

De acuerdo con la invención anterior, se utiliza una fibra que es probable que afecte negativamente a la durabilidad del lavado como la parte de núcleo de un hilo de estructura de vaina-núcleo, ocultando así la propia fibra para resolver los problemas. En estas invenciones, es indispensable utilizar un hilo de estructura de vaina-núcleo. Por lo tanto, existe un problema de que su producción lleva inevitablemente más tiempo y coste en comparación con hilos hilados ordinarios.

45 Documento de patente 1: JP-A-2009-249758
Documento de patente 2: JP-A-2009-209488
Documento de patente 3: JP-A-2003-147651

Sumario de la invención

50

Problema que ha de resolver la invención

La invención se ha realizado a la vista de los problemas mencionados anteriormente y está dirigida a proporcionar un tejido resistente al calor que se puede teñir con un color seleccionado entre una amplia gama de opciones de color, es capaz de mantener altas características mecánicas sin degradación en el tiempo/edad incluso después de usos o lavados repetidos, etc., y tiene una excelente resistencia a la formación de bolitas.

Medios para resolver los problemas

60 Como resultado de una extensa investigación, el presente inventor ha descubierto que los problemas mencionados anteriormente se pueden resolver mediante el siguiente tejido resistente al calor.

El tejido resistente al calor de la invención es un tejido resistente al calor que contiene una fibra de poliamida totalmente aromática de tipo meta, caracterizado por que la resistencia a la abrasión del tejido resistente al calor de acuerdo con el método de la norma JIS L1096 8,19,1 A-1 (método de tipo universal (método en plano), carga de prensa de ensayo de la abrasión: 4,45 N (0,454 kf), papel: n.º 600) es 200 frotaciones o más, la resistencia al

65

ES 2 621 358 T3

desgarro del tejido resistente al calor de acuerdo con el método de la norma JIS L1096 8,17,4 D (método del péndulo) es de 20 N o más y la retención de la resistencia a la abrasión y la retención de la resistencia al desgarro después de 100 lavados de acuerdo con la norma JIS L0844 N.º A-1 son cada uno del 90 % o más con respecto a antes del lavado, en la que el tejido resistente al calor contiene al menos un rayón, una fibra de parafenilentereftalamida o una fibra de co-parafenileno/3,4'-oxidifenilentereftalamida.

5 En el tejido resistente al calor de la invención, es preferible que la fibra de poliamida totalmente aromática de tipo meta tenga una cristalinidad de 15 a 27.

10 En el tejido resistente al calor de la invención, es preferible que la desviación estándar de la resistencia a la tracción de una sola fibra de la fibra de poliamida totalmente aromática del tipo meta es de 0,60 o menos.

En el tejido resistente al calor de la invención, es preferente que la fibra de poliamida totalmente aromática del tipo meta tenga una resistencia a la tracción promedio de una sola fibra de 4,0 cN/dtex o menos.

15 En el tejido resistente al calor de la invención, es preferible que la fibra de poliamida totalmente aromática del tipo meta tenga una elongación promedio de una sola fibra del 35 % o menos.

20 En el tejido resistente al calor de la invención, es preferente que la fibra de poliamida totalmente aromática del tipo meta tenga una tenacidad de una sola fibra de 130 o menos.

En el tejido resistente al calor de la invención, es preferible que el tejido resistente al calor se tiña y la diferencia de color E del tejido antes y después de una prueba de resistencia a la luz de acuerdo con la norma JIS L0842 y la prueba del brillo L de la resistencia a la luz del tejido satisface la ecuación siguiente (1):

$$25 \quad E = 0,46 L - 11,3 \dots (1).$$

En el tejido resistente al calor de la invención, es preferible que la fibra de poliamida totalmente aromática de tipo meta contiene un colorante orgánico.

30 En el tejido resistente al calor de la invención, es preferible que el tejido resistente al calor contenga al menos un miembro seleccionado entre una fibra de celulosa, una fibra de poliéster, una fibra acrílica y una fibra de poliamida en una cantidad de 2 a 50 % en masa según la masa del tejido resistente al calor.

35 En el tejido resistente al calor de la invención, es preferible que la fibra de celulosa sea rayón.

En el tejido resistente al calor de la invención, es preferible que la fibra de celulosa, la fibra de poliéster, la fibra acrílica o la fibra de poliamida contengan un retardante de llama.

40 En el tejido resistente al calor de la invención, es preferible que la resistencia a la formación de bolitas del tejido resistente al calor de acuerdo con la norma 11. JIS L1096 A método de nivel 4 o superior.

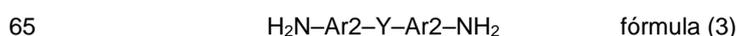
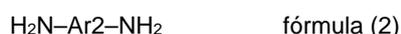
En el tejido resistente al calor de la invención, es preferible que el tejido resistente al calor contenga celulosa y se tiña con un colorante fluorescente.

45 El tejido resistente al calor de la invención es, preferiblemente, el tejido resistente al calor de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12, en el que la poliamida totalmente aromática de tipo meta que forma la fibra de poliamida totalmente aromática de tipo meta es una poliamida aromática obtenida copolimerizando, en un esqueleto de poliamida aromática que tiene una unidad estructural repetitiva representada por la siguiente fórmula (1), un componente de diamina aromática o un componente de haluro de ácido dicarboxílico aromático que es diferente de una unidad principal de la estructura repetitiva como un tercer componente de manera que la proporción del tercer componente es de 1 a 10 % molar basado en las unidades estructurales repetitivas totales de la poliamida aromática:



en la que Ar1 es un grupo aromático divalente que tiene un grupo enlazador en una posición distinta de la posición meta o una dirección axialmente paralela.

60 En el tejido resistente al calor de la invención, es preferible que el tercer componente sea una diamina aromática de fórmula (2) o (3) o un haluro de ácido dicarboxílico aromático de fórmula (4) o (5);



XOC–Ar3–COX fórmula (4)

XOC–Ar3–Y–Ar3–COX fórmula (5)

5 en la que Ar2 es un grupo aromático divalente diferente de Ar1, Ar3 es un grupo aromático divalente diferente de Ar1, Y es al menos un átomo o grupo funcional seleccionado del grupo que consiste en un átomo de oxígeno, un átomo de azufre y un grupo alquileo, y X es un átomo de halógeno.

10 En el tejido resistente al calor de la invención, es preferente que la fibra de poliamida aromática de tipo meta tenga un contenido en disolvente del 0,1 % en masa o menos.

15 En el tejido resistente al calor de la invención, es preferible que el tejido resistente al calor contenga al menos un miembro seleccionado entre un miembro seleccionado de entre una fibra de poliamida totalmente aromática de tipo para, una fibra de polibenzobisoxazol y una fibra de poliéster totalmente aromática en una cantidad de 1 a 20 % en masa según la masa del tejido resistente al calor.

20 En el tejido resistente al calor de la invención, es preferente que la fibra de poliamida totalmente aromática del tipo para es una fibra de parafenilentereftalamida o una fibra de co-parafenilen/3,4'-oxidifenilentereftalamida.

25 En el tejido resistente al calor de la invención, es preferible que una fibra que forma el tejido resistente al calor contenga un absorbente de UV y/o un reflector de UV.

30 En el tejido resistente al calor de la invención, es preferible que la fibra resistente al calor tenga un absorbente de UV y/o un reflector de UV fijados a la superficie del mismo.

Ventaja de la invención

35 De acuerdo con la invención, se puede proporcionar un tejido resistente al calor que se puede teñir de un color elegido entre una amplia gama de opciones y es altamente capaz de retener la abrasión superficial y la resistencia al desgarramiento a lo largo del tiempo/edad incluso después de usos, lavados repetidos, etc. De este modo, el tejido puede utilizarse adecuadamente para prendas protectoras, tales como prendas para bomberos o para materiales industriales, tales como materiales termoaislantes flexibles.

Modos para llevar a cabo la invención

40 El tejido resistente al calor de la invención es un tejido resistente al calor que contiene una fibra de poliamida completamente aromática de tipo meta. El tejido contiene esencialmente una fibra de poliamida totalmente aromática de tipo meta, pero también se permite la presencia de otros tipos de fibras, tal como se define en la reivindicación 1, incluyendo fibras retardantes de la llama, tales como fibras de poliamida totalmente aromáticas de tipo para, fibras sintéticas tales como fibras de poliéster, fibras regeneradas tales como rayón, y fibras naturales tales como algodón. Sin embargo, para que se ejerza la alta resistencia al calor y la retardación de la llama, que son características ventajosas de una fibra de poliamida totalmente aromática de tipo meta, es preferible que el contenido de fibra de poliamida totalmente aromática de tipo meta sea del 50 % en masa o más según la masa total de la fibra resistente al calor.

45 La fibra de poliamida totalmente aromática de tipo meta para su uso en la invención está hecha de un polímero, en el que el 85 % molar o más de la unidad repetitiva es m-fenilenisofaltalamida. La poliamida totalmente aromática de tipo meta puede ser también un copolímero que contiene un tercer componente en una cantidad dentro de un intervalo de menos del 15 % molar.

50 En la invención, es importante que la resistencia a la abrasión del tejido resistente al calor de acuerdo con el método JIS L1096 8.19.1 A-1 (método de tipo universal (método en plano), carga de la prensa de ensayo de abrasión: 4,45 N (0,454 kf), papel: n.º 600) es 200 frotaciones o más, la resistencia al desgarramiento del tejido resistente al calor de acuerdo con el método de la norma JIS L1096 8,17,4 D (método del péndulo) es de 20 N o más y la retención de la resistencia a la abrasión y la retención de la resistencia al desgarramiento después de 100 lavados de acuerdo con la norma JIS L0844 N.º A-1 son cada uno del 90 % o más con respecto a antes del lavado. Como resultado, incluso después de usos repetidos, lavados, etc., se puede mantener una alta durabilidad mientras se suprime la degradación con el tiempo/edad, y se ejerce un excelente rendimiento práctico. En el caso de que exista una diferencia en la resistencia al desgarramiento entre una dirección del tejido y la dirección perpendicular al mismo (por ejemplo, dirección longitudinal y dirección transversal), la resistencia al desgarramiento anterior y la retención de la misma deben satisfacerse en al menos una dirección, pero es preferente que se satisfagan en ambas direcciones. De forma imprevista, la dirección longitudinal y la dirección transversal en el presente documento pueden determinarse arbitrariamente. Por ejemplo, la dirección longitudinal del tejido original puede ser la dirección longitudinal y la dirección perpendicular al mismo puede ser la dirección transversal.

En la invención, el objeto anterior se puede conseguir utilizando la fibra mencionada a continuación que tiene una afinidad de tinte y una resistencia a la decoloración/desvanecimiento mejoradas como una fibra de poliamida totalmente aromática de tipo meta para formar el tejido resistente al calor. Además, es preferente que se seleccionen materiales apropiados para el tejido resistente al calor y se mezclen en proporciones apropiadas.

5 En primer lugar, se describirá una fibra de poliamida totalmente aromática de tipo meta que puede alcanzar excelentes resistencia a la abrasión, resistencia al desgarro y durabilidad de lavado de la misma.

10 Con respecto al grado de polimerización de la poliamida totalmente aromática de tipo meta que forma la fibra, es preferente utilizar una que tiene una viscosidad intrínseca (V.I.) dentro de un intervalo de 1,3 a 1,9 dl/g, medida con una solución de 0,5 g/100 ml de N-metil-2-pirrolidona.

15 La poliamida totalmente aromática de tipo meta puede contener una sal de onio de ácido alquilbencenosulfónico. Ejemplos preferentes de sales de onio de ácido alquilbencenosulfónico incluyen compuestos tales como una sal de tetrabutilfosfonio de ácido hexilbencenosulfónico, una sal de tributilbencilfosfonio de ácido hexilbencenosulfónico, una sal de tetrafenilfosfonio de ácido dodecilbencenosulfónico, una sal de tributiltetradecilfosfonio de ácido dodecilbencenosulfónico, una sal de tetrabutilfosfonio de ácido dodecilbencenosulfónico y una sal de tributilbencilamonio de ácido dodecilbencenosulfónico. Entre ellos, una sal de tetrabutilfosfonio de ácido dodecilbencenosulfónico y una sal de tributilbencilamonio de ácido dodecilbencenosulfónico son particularmente preferentes porque están fácilmente disponibles, tienen una excelente estabilidad térmica y también tienen una solubilidad alta en N-metil-2-pirrolidona.

20 Con el fin de obtener un efecto de mejora de la afinidad del colorante suficiente, el contenido de la sal onio de ácido alquilbencenosulfónico es, preferentemente, 2,5 % molar o más, más preferentemente, 3,0 a 7,0 % molar, con respecto a la poli-m-fenilenoisftalamida.

25 Como método para mezclar poli-m-fenilenoisftalamida y una sal de onio de ácido alquilbencenosulfónico, es posible emplear un método en el que la poli-m-fenilenoisftalamida se mezcla y disuelve en un disolvente, después se disuelve una sal de onio de ácido alquilbencenosulfónico en el disolvente y al dopado obtenido se da forma en de fibra mediante un método conocido, por ejemplo.

30 Con el fin de mejorar la afinidad de tinte y la resistencia a la decoloración/deterioro, etc., el polímero para formar la fibra de poliamida totalmente aromática de tipo meta puede obtenerse también copolimerizando, en una estructura principal de poliamida aromática que tiene una unidad estructural repetitiva representada por la siguiente fórmula (1), un componente de diamina aromática o un componente de haluro de ácido dicarboxílico aromático que es diferente de una unidad principal de la estructura repetitiva como un tercer componente, de manera que la proporción del tercer componente es de 1 a 10 % molar basado en las unidades estructurales repetitivas totales de la poliamida aromática.

40 $-(NH-Ar1-NH-CO-Ar1-CO)$ fórmula (1)

en la que Ar1 es un grupo aromático divalente que tiene un grupo enlazador en una posición distinta de la posición meta o una dirección axialmente paralela.

45 Entre los ejemplos específicos de diaminas aromáticas representadas por las fórmulas (2) y (3) copolimerizables como un tercer componente incluyen p-fenilendiamina, clorofenilendiamina, metilfenilendiamina, acetilfenilendiamina, aminoanisidina, benzidina, bis(aminofenil)éter, bis(aminofenil)sulfona, diaminobenzanilida y diaminoazobenceno. Entre los ejemplos específicos de dicloruros de ácido dicarboxílico aromático representados por las fórmulas (4) y (5) se incluyen cloruro de tereftaloilo, cloruro de 1,4-naftalendicarbonilo, cloruro de 2,6-naftalendicarbonilo, cloruro de 4,4'-bifenildicarbonilo, cloruro de 5-cloroisoftaloilo, cloruro de 5-metoxisoftaloilo y bis(clorocarbonilfenil)éter.

$H_2N-Ar2-NH_2$ fórmula (2)

$H_2N-Ar2-Y-Ar2-NH_2$ fórmula (3)

55 $XOC-Ar3-COX$ fórmula (4)

$XOC-Ar3-Y-Ar3-COX$ fórmula (5)

60 En las fórmulas, Ar2 es un grupo aromático divalente diferente de Ar1, Ar3 es un grupo aromático divalente diferente de Ar1, Y es al menos un átomo o grupo funcional seleccionado del grupo que consiste en un átomo de oxígeno, un átomo de azufre y un grupo alquileo, y X es un átomo de halógeno.

65 Además, es preferente que la cristalinidad de la fibra de poliamida aromática de tipo meta para su uso en la invención sea del 5 al 27 %, más preferiblemente del 15 al 25 %. Se ha descubierto que cuando la cristalinidad está dentro de un intervalo tal, la resistencia inicial a la abrasión y la retención citadas anteriormente después del lavado

y también la resistencia inicial al desgarro y la retención citados anteriormente después del lavado pueden lograrse al mismo tiempo. Tal cristalinidad también conduce a excelentes propiedades de agotamiento del colorante. De acuerdo con esto, incluso cuando el teñido se realiza con una pequeña cantidad de colorante o en condiciones de teñido débiles, el color puede ajustarse fácilmente como se pretende. Adicionalmente, es menos probable que el teñido esté distribuido de forma irregular sobre la superficie, se mejore la resistencia a la decoloración/deterioro y también se puede asegurar la estabilidad dimensional necesaria en la práctica.

En la invención, es preferente que la desviación estándar de la resistencia a la tracción de una sola fibra de la fibra de poliamida totalmente aromática de tipo meta de acuerdo con el método JIS L 1015-99 sea 0,60 o menos, más preferiblemente 0,55 o menos.

En la invención, es preferente que la resistencia promedio a la tracción de una sola fibra de la fibra de poliamida totalmente aromática de tipo meta de acuerdo con el método JIS L 1015-99 sea 4,0 cN/dtex o menos, más preferiblemente 3,8 cN/dtex o menos.

En la invención, es preferente que la elongación promedio a la tracción de una sola fibra de la fibra de poliamida totalmente aromática de tipo meta de acuerdo con el método JIS L 1015-99 sea 35 % o menos, más preferiblemente 30 % o menos y, todavía más preferentemente, 28 % o menos.

En la invención, es preferente que la tenacidad de una sola fibra promedio de la fibra de poliamida totalmente aromática de tipo meta es 130 o menos, más preferiblemente 110 o menos y, todavía más preferentemente, 100 o menos.

También satisfaciendo la resistencia promedio anterior, la desviación estándar de la resistencia, la elongación promedio, la desviación estándar de la elongación y la tenacidad de las fibras individuales, la resistencia inicial a la abrasión y la retención después del lavado y también la resistencia inicial al desgarro anterior y la retención después del lavado al mismo tiempo se pueden conseguir al mismo tiempo. Generalmente, se cree que la resistencia al desgarro mejora con un aumento en la resistencia de la fibra. Sin embargo, sorprendentemente, se ha encontrado que satisfaciendo las propiedades anteriores, incluyendo la desviación estándar de la resistencia de una manera equilibrada, las propiedades en cuanto a la resistencia a la abrasión y la resistencia al desgarro se pueden lograr al mismo tiempo.

Además, en la invención, es preferente que el contenido de disolvente residual de la fibra de poliamida aromática de tipo meta sea del 0,1 % en masa o menos, más preferiblemente del 0,08 % en masa o menos, todavía más preferiblemente del 0,07 % en masa o menos, y aún más preferentemente del 0,05 % en masa o menos. Se ha descubierto que también controlando el contenido del disolvente residual como este, la resistencia inicial a la abrasión y la retención citadas anteriormente y también la resistencia inicial al desgarro y la retención citados anteriormente pueden lograrse al mismo tiempo. Además, la excelente retardancia de la llama de la fibra de poliamida aromática de tipo meta no se ve afectada. Además, es menos probable que el colorante esté distribuido irregularmente sobre la superficie y se puede mejorar la resistencia a la decoloración/deterioro.

Cuando la fibra de poliamida totalmente aromática de tipo meta es una fibra teñida por hilado que contiene un pigmento que tiene una alta resistencia a la luz con el tiempo como agente colorante, el color del propio tejido puede retenerse fácilmente. Sin embargo, en la invención, la fibra de poliamida totalmente aromática de tipo meta no tiene que ser una fibra teñida por hilado. Es posible realizar el teñido del hilo o el teñido del tejido con un colorante orgánico, es decir, el tejido puede ser un tejido denominado teñido por piezas. Es preferente que la fibra de poliamida totalmente aromática de tipo meta pueda teñirse en piezas por las siguientes razones: el tejido puede teñirse de varios colores para satisfacer una amplia variedad de necesidades de los usuarios, la tela puede ser colorearse con más brillo, se puede cambiar el color, es posible la producción en lotes pequeños etc.

Además de la fibra de poliamida totalmente aromática de tipo meta, el tejido resistente al calor de la invención puede contener también otros tipos de fibras, incluyendo fibras retardantes de la llama, fibras sintéticas tales como fibras de poliéster, fibras regeneradas y fibras naturales.

Las fibras retardantes de la llama son fibras que tienen un índice de oxígeno limitante de 20 o más excluyendo las fibras de poliamida totalmente aromática de tipo meta.. Ejemplos preferentes de los mismos incluyen fibras de poliamida totalmente aromáticas de tipo para, fibras de polibenzobisazol, fibras de poliéster totalmente aromáticas, fibras de polisulfona amida, fibras de poliimida y fibras de polieteramida. Entre los ejemplos preferidos de fibras de poliamida totalmente aromáticas de tipo para se incluyen fibras de parafenilentereftalamida y fibras de co-parafenilen/3,4'-oxidifenilentereftalamida.

Las fibras sintéticas, tales como fibras de poliéster, son fibras sintéticas conocidas. Además de las fibras de poliéster, tales como fibras de tereftalato de polietileno, fibras de tereftalato de polibutileno, fibras de naftalato de polietileno y fibras de ácido poliláctico, ejemplos preferidos de las mismas incluyen fibras de poliamida, fibras acrílicas, fibras de poliolefina y fibras de policarbonato. Las fibras regeneradas son fibras regeneradas conocidas. Ejemplos preferidos de las mismas incluyen fibras de celulosa, particularmente rayón. Las fibras naturales son fibras

naturales conocidas. Entre los ejemplos preferentes de las mismas se incluyen algodón.

En la invención, con el fin de mejorar la durabilidad del lavado de la resistencia a la abrasión y la resistencia al desgarramiento, es preferente que el tejido resistente al calor contenga al menos un miembro seleccionado entre una fibra de celulosa, una fibra de poliéster, una fibra acrílica y una fibra de poliamida en una cantidad de 2 a 50 % en masa, más preferiblemente de 2 a 48 % en masa según la masa del tejido resistente al calor.

En la invención, con el fin de mejorar la durabilidad del lavado de la resistencia a la abrasión y la resistencia al desgarramiento, es preferente que el tejido resistente al calor contenga al menos un miembro seleccionado entre una fibra de poliamida totalmente aromática de tipo para, una fibra de polibenzobisoxazol y una fibra de poliéster totalmente aromático en una cantidad de 1 a 20 % en masa, más preferiblemente de 2 a 10 % en masa según la masa del tejido resistente al calor.

De acuerdo con los requisitos para el uso final, también es posible realizar previamente un tratamiento retardante de la llama o añadir un retardante de llama a las fibras anteriores. En particular, con respecto a la fibra de celulosa, fibra de poliéster, fibra acrílica y fibra de poliamida, es preferente emplear aquellas que contengan un retardante de la llama.

Las proporciones de mezcla de estas fibras son las siguientes. En primer lugar, para que se pueda ejercer una excelente resistencia al calor y retardancia de la llama, es preferente que la proporción de la fibra de poliamida totalmente aromática de tipo meta sea del 50 % en masa o más. Además, de acuerdo con el uso pretendido o las necesidades de uso, las fibras retardantes de la llama, fibras sintéticas, fibras regeneradas y fibras naturales anteriores pueden mezclarse arbitrariamente. Por ejemplo, para combinar la afinidad del tinte y la comodidad, las proporciones de mezcla pueden ser las siguientes: fibra de poliamida totalmente aromática de tipo meta: 50 al 98 % en masa, fibra de poliéster: 2 al 50 % en masa, fibra de celulosa: 0 al 48 % en masa. Las proporciones pueden ajustarse de acuerdo con el rendimiento que se quiere destacar.

En la invención, es preferente que el tejido sea capaz de retener una estética excelente a lo largo del tiempo/edad incluso después de usos, lavados repetidos etc. En el presente documento, "estética excelente" significa que se evita que la estética se pierda debido a cualquier suciedad restante o depositada; es decir, no sucede que debido a la suciedad, el color/patrón se ve diferente en algunas partes o el tejido tiene suciedad visible.

Como índices para mostrar de forma objetiva esto, las características de resistencia a la suciedad y de ocultamiento de la suciedad son eficaces. Como método específico y criterios de evaluación, el valor de la diferencia de color E^* del estado donde se deposita la suciedad se utiliza como índice. Cualitativamente, se puede decir que cuanto menor es el valor de E^* , mayores son las características de ocultamiento de la suciedad, es decir, la suciedad es menos perceptible, lo cual es más deseable.

Para conseguir tal estética excelente, en la invención, es preferente que la diferencia de color E entre un tejido después de un ensayo de resistencia a la luz de acuerdo con JIS L0842 y un tejido antes del ensayo de resistencia a la luz y el brillo L del tejido antes del ensayo de resistencia a la luz satisfacen la siguiente ecuación (1):

$$E \leq 0,46 L - 11,3 \quad \text{ecuación (1)}.$$

Es decir, en la invención, se ha descubierto que cuando un tejido satisface el valor de E de la ecuación (1) anterior dependiendo del valor L de brillo del tejido original antes del ensayo de resistencia a la luz, incluso en el caso en que el tejido se usa de forma repetida, se lava con un tensoactivo, tal como un detergente etc., o se limpia en seco, por ejemplo, el tejido no parece sucio debido al componente de suciedad ligeramente restante o el componente de suciedad recién depositada o que, debido a dichos componentes de suciedad, el color/patrón parece diferente en algunas partes o el tejido tiene suciedad evidente; como resultado, se puede lograr una estética excelente. El límite superior del valor de E puede ajustarse en proporción directa al valor del brillo L del tejido original.

Cuando la fibra de poliamida totalmente aromática de tipo meta utilizada para el tejido resistente al calor de la invención es una fibra teñida por hilado que contiene un pigmento que tiene una alta resistencia a la luz con el tiempo como agente colorante, el color del propio tejido puede retenerse fácilmente. Sin embargo, en la invención, la fibra de poliamida totalmente aromática de tipo meta no tiene que ser una fibra teñida por hilado. Siempre que se satisfaga la ecuación anterior (1) es posible realizar el tinte del hilo o el tinte del tejido con un colorante orgánico, es decir, el tejido puede ser un tejido denominado tinte por piezas. No obstante, es preferente que la fibra de poliamida totalmente aromática de tipo meta pueda teñirse en piezas:

Una fibra de poliamida aromática de tipo meta que sea adecuada para su uso en la invención puede producirse mediante el siguiente método. En particular, mediante el método siguiente, la cristalinidad y el contenido de disolvente residual pueden hacerse dentro de los intervalos anteriores.

El método de polimerización para un polímero de poliamida aromática de tipo meta no tiene que estar particularmente limitado, y es posible utilizar, por ejemplo, el método de polimerización en solución o el método de

polimerización interfacial descrito en el documento JP-B-35-14399, la patente de Estados Unidos nº 3360595, el documento JP-B-47-10863, etc.

5 La solución de hilado no tiene que estar particularmente limitada. Es posible utilizar una disolución de disolvente de amida que contiene un polímero de copoliámida aromática obtenido mediante la polimerización en solución anterior o polimerización interfacial, etc., o también es posible aislar el polímero de la solución de polimerización, disolverlo en un disolvente de amida y usarlo.

10 Entre los ejemplos de disolventes de amida usados en el presente documento se incluyen N, N-dimetilformamida, N, N-dimetilacetamida, N-metil-2-pirrolidona y dimetilsulfóxido, y es particularmente preferente la N, N-dimetilacetamida.

15 Es preferente que la solución de poliamida totalmente aromática obtenida como se ha indicado anteriormente contenga además una sal de metal alcalino o una sal de metal alcalinotérreo, por lo que la solución se vuelve más estable y, por lo tanto, puede utilizarse a concentraciones más altas y temperaturas más bajas. Es preferente que la proporción de sal de metal alcalino o sal de metal alcalinotérreo sea 1 % en masa o menos, más preferentemente 0,1 % en masa o menos, en base a la masa total de la solución de polímero.

20 En una etapa de hilatura/coagulación, la solución de hilado obtenida anteriormente (solución de polímero de poliamida totalmente aromática de tipo meta) se extruye en un líquido de coagulación y se coagula.

25 El aparato de hilatura no está particularmente limitado y puede ser un aparato de hilatura en húmedo conocido convencionalmente. Además, siempre y cuando se pueda realizar un hilado en húmedo estable, no hay necesidad de limitar particularmente el número de orificios de hilado de una hilera, su disposición, la forma del orificio, etc. Por ejemplo, es posible utilizar una hilera de múltiples orificios para fibras cortadas, en la que el número de orificios es de 1.000 a 30.000 y el diámetro del orificio de hilatura es de 0,05 a 0,2 mm, etc.

Además, es adecuado que la temperatura de la solución de hilatura (solución de polímero de poliamida totalmente aromática de tipo meta) tras la extrusión desde la hilera esté dentro del intervalo de 20 a 90 °C.

30 Como baño de coagulación utilizado para obtener una fibra para su uso en la invención, se utiliza una solución acuosa que no contiene sustancialmente ninguna sal inorgánica y que tiene una concentración de disolvente de amida, preferentemente NMP, de 45 a 60 % en masa a una temperatura del líquido de baño dentro de un intervalo de 10 a 50 °C. Una concentración de disolvente de amida (preferentemente NMP) de menos de 45 % en masa conduce a una estructura con una piel gruesa. Como resultado, la eficiencia de lavado en una etapa de lavado disminuye, lo que hace difícil reducir el contenido de disolvente residual de la fibra. Mientras tanto, en el caso en que la concentración de disolvente de amida (preferentemente NMP) es más de 60 % en masa, no se puede lograr una coagulación uniforme dentro de la fibra, lo que hace difícil reducir el contenido de disolvente residual de la fibra. De forma accidental. Es adecuado que el tiempo de inmersión de la fibra en el baño de coagulación esté dentro de un intervalo de 0,1 a 30 segundos.

40 Posteriormente, la fibra se estira a una relación de estirado de 3 a 4 en un baño de estirado de plástico que contiene una solución acuosa que tiene una concentración del disolvente de amida, preferentemente NMP, de 45 a 60 % en masa a una temperatura del líquido de baño dentro de un intervalo de 10 a 50 °C. Después de estirar, la fibra se lava a fondo con una solución acuosa a de 10 a 30 °C con una concentración de NMP de 20 a 40 % en masa y, a continuación, a través de un baño de agua caliente a de 50 a 70 °C.

50 La fibra después del lavado se somete a un tratamiento térmico en seco a una temperatura de 270 a 290 °C, por lo que se puede obtener una fibra de aramida totalmente aromática de tipo meta que satisface los intervalos de cristalinidad y contenido de disolvente residual anteriores.

55 La fibra de aramida totalmente aromática de tipo meta obtenida se corta mediante un método conocido en fibras cortadas, se hila en mezcla para obtener un hilo hilado con las fibras retardantes de la llama anteriores, tales como fibras de aramida totalmente aromáticas de tipo meta, fibras sintéticas tales como fibras de poliéster y fibras de poliamida, fibras regeneradas, fibras naturales, etc., y tejidas o tricotadas, por lo que puede obtenerse un tejido resistente al calor de la invención.

60 El método para preparar el tejido resistente al calor de la invención no está particularmente limitado y se puede emplear cualquier método conocido. Por ejemplo, es posible que el hilo hilado anterior se prepare y, después, como un hilo simple o un hilo de 2 hebras, tejido en sarga, tejido en rejilla o estructura similar usando un telar de pinzas, etc., dando de este modo el tejido resistente al calor.

65 Además, en la invención, un absorbente de UV y/o un reflector UV pueden estar contenidos en cualquier fibra que forme el tejido resistente al calor. Es preferente que el absorbente de UV sea altamente hidrofóbico y tenga una solubilidad inferior a 0,04 mg/l en agua. Cuando la solubilidad es de 0,04 mg/l o más, es probable que dicho absorbente de UV y/o reflector de UV eluyan durante el teñido del vehículo y la resistencia a la luz después del teñido tiende a disminuir fácilmente; por lo tanto, esto es indeseable.

Es preferente que el absorbente de UV y/o reflector de UV utilizados en la invención sea un compuesto que proteja eficazmente de la luz cerca de 360 nm, que es la longitud de onda característica de la fotodegradación de una poliamida totalmente aromática de tipo meta utilizada principalmente en el tejido resistente al calor del Invención y casi no tiene absorción en la región visible.

Como absorbente de UV para uso en la invención, es preferente un benzotriazol sustituido específico. Entre los ejemplos específicos de los mismos se incluyen 2-(2H-benzotriazol-2-il)-4,6-di-terc-pentilfenol, 2-[5-chloro(2H)-benzotriazol-2-il]-4-metil-6-(terc-butil)fenol, 2-[2H-benzotriazol-2-il]-4-6-bis(1-metil-1-feniletil)fenol y 2-[2H-benzotriazol-2-il]-4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol. Entre estos, el 2-[2H-benzotriazol-2-il]-4-6-bis(1-metil-1-feniletil)fenol es particularmente preferente debido a su alta hidrofobicidad y baja absorción en la región visible.

Entre los ejemplos de reflectores de UV se incluyen partículas finas de óxidos metálicos, tales como óxido de titanio, óxido de cinc, óxido de selenio, alúmina y sílice, y carbonato de calcio que tienen, preferentemente, un tamaño de partícula de 0,001 a 0,2 µm, más preferentemente de 0,005 a 0,02 µm.

En el tejido resistente al calor de la invención, la fibra que contenga tal absorbente de UV y/o reflector de UV no está limitada. Por ejemplo, en el caso de que esté contenido en la fibra de poliamida totalmente aromática de tipo meta, en términos de estabilidad de la producción y para uso real como tejido o prenda, es preferente que el contenido sea de 3,0 a 6,5 % en masa, más preferentemente de 4,5 a 6,5 % en masa, basado en la masa total de la fibra de poliamida totalmente aromática de tipo meta.

Además, en el tejido resistente al calor de la invención, el absorbente de UV y/o el reflector de UV también pueden fijarse a la superficie del tejido. El método de fijación no está particularmente limitado. Por ejemplo, se aplica una dispersión acuosa del absorbente de UV y/o reflector de UV al tejido mediante inmersión/compresión o pulverización, y después se seca y se cura. También es posible usar un aglutinante, tal como resina o látex, para aumentar la durabilidad de la fijación. Por ejemplo, en el método anterior, antes de tratar el tejido con una dispersión acuosa, resina o látex, que es un componente aglutinante, se puede mezclar previamente con la dispersión acuosa como un producto acuoso.

Con el tejido resistente al calor obtenido por el método anterior, que está hecho de una fibra de aramida totalmente aromática de tipo meta y contiene, preferentemente, los materiales anteriores mezclados con los mismos en las proporciones de mezcla anteriores, es posible conseguir el excelente rendimiento, es decir, una resistencia a la abrasión de 200 frotaciones o más y una resistencia al desgarro de 20 N o más, siendo la retención de la resistencia a la abrasión y la retención de la resistencia al desgarro tras 100 lavados del 90 % o más respecto a antes de lavar. Además, se puede lograr fácilmente la resistencia, elongación, desviaciones estándar de las mismas, tenacidad etc. anteriores.

Ejemplos

En lo sucesivo en el presente documento, la invención se describirá con más detalle con referencia a los ejemplos siguientes, pero la invención no está limitada a los mismos. De forma accidental, en los ejemplos, las propiedades se midieron mediante los siguientes métodos.

(1) El promedio y la desviación estándar de la resistencia, el promedio y la desviación estándar de la elongación y tenacidad de las fibras individuales

La resistencia y la elongación de una sola fibra se midieron a partir de diez fibras individuales de acuerdo con el método JIS L1015-99 y se calcularon el promedio y la desviación estándar de cada una. Además, se calculó la tenacidad mediante la siguiente ecuación.

$$\text{Tenacidad} = \text{resistencia promedio} \times \text{elongación promedio}$$

(2) Resistencia a la abrasión del tejido

La medición se realizó de acuerdo con el método JIS L1096 8.19.1 A-1 (método de tipo universal (método en plano), carga de la prensa de ensayo de abrasión: 4,45 N (0,454 kf), papel: #600). La resistencia a la abrasión de un tejido se midió antes del lavado (L0) y después de 100 lavados de acuerdo con JIS L0844 N° A-1 (L100) y se calculó la retención de la resistencia a la abrasión antes y después del lavado ($L100/L0 \times 100$).

(2) Resistencia al desgarro del tejido

La medición se realizó de acuerdo con el método JIS L1096 8.17.4 D (método del péndulo). La resistencia al desgarro de un tejido se midió antes del lavado (L0) y después de 100 lavados de acuerdo con JIS L0844 N° A-1 (L100) y se calculó la retención de la resistencia al desgarro antes y después del lavado ($L100/L0 \times 100$).

(3) Resistencia a la formación de bolitas del tejido

La medición se realizó de acuerdo con el método JIS L1076 A.

5 (4) Retardancia de la llama del tejido (Índice de oxígeno limitante)

De acuerdo con el método JIS L1091 E, la concentración de oxígeno necesaria para mantener la combustión de 50 mm o más se definió como un índice de oxígeno limitante (IOL).

10 (5) Contenido de disolvente residual

Se recogen aproximadamente 8,0 g de una fibra bruta, se secan a 105 °C durante 120 minutos y después se dejan enfriar en un desecador, y se mide la masa de la fibra (M1). Posteriormente, la fibra se somete a extracción a reflujo en metanol durante 1,5 horas usando un extractor de Soxhlet para extraer el disolvente de amida contenido en la fibra. Después de la extracción, la fibra se retira, se seca a vacío a 150 °C durante 60 minutos y después se deja enfriar en un desecador y se mide la masa de la fibra (M2). Usando las M1 y M2 obtenidas, el contenido de disolvente residual en la fibra (masa de disolvente de amida) se calcula mediante la siguiente ecuación.

$$\text{Contenido de disolvente residual (\%)} = [(M1 - M2)/M1] \times 100$$

20 La fibra bruta obtenida se rizó y se cortó en fibras cortadas de 51 mm de longitud (materia prima).

(6) Cristalinidad

25 Utilizando un aparato de difracción de rayos X (RINT TTRIII, fabricado por Rigaku Corporation), las fibras sin procesar se empaquetaron en un haz de fibras de aproximadamente 1 mm de diámetro y se montaron sobre una mesa de muestras de fibras para medir el perfil de difracción. Las condiciones de medición fueron las siguientes: fuente de radiación Cu-K (50 kV, 300 mA), intervalo del ángulo de exploración: 10 a 35°, medición continua, anchura de la medición: 0,1°, escaneado a 1 °/min. A partir del perfil de difracción medido, la dispersión de aire y la dispersión incoherente se corrigieron por aproximación lineal para dar el perfil de dispersión total. A continuación, el perfil de dispersión amorfa se restó del perfil de dispersión total para dar el perfil de dispersión del cristal. La cristalinidad se determinó a partir de la intensidad integrada del perfil de dispersión del cristal (intensidad de dispersión de cristales) y la intensidad integrada del perfil de dispersión total (intensidad de dispersión total) mediante la siguiente ecuación.

$$35 \text{ Cristalinidad (\%)} = [\text{intensidad de dispersión del cristal}/\text{intensidad de dispersión total}] \times 100$$

(7) Brillo L y diferencia de color de resistencia a la luz E del tejido

40 Utilizando materiales textiles con una diferencia de color E de 0,1 o menos, se sometió a uno a una prueba de resistencia a la luz de acuerdo con JIS L 0842 (tiempo de exposición a la luz del arco de carbono UV: 10 horas). Utilizando los materiales textiles antes y después de la prueba de resistencia a la luz, respectivamente, los especímenes se sometieron a medición de color utilizando un colorímetro MacBeth Color-Eye 3100 y una fuente de luz de medición de color D65 para determinar el valor del brillo L y el valor del color E (el área de la medición del color: 0,2 cm², el promedio de las mediciones a diez puntos se definió como el valor E del tejido) y se calculó la diferencia de color E entre los dos materiales textiles.

(8) Diferencia de color con la resistencia a la suciedad E* del tejido

50 Tejido para frotar (tejido sucio): Duck de algodón estándar n.º 9 de JIS L3102
Componente de suciedad artificial: una mezcla del siguiente polvo de suciedad y sebo artificial en una proporción de 1:10

55 Polvo de suciedad: una mezcla estrecha de los siguientes polvos: JIS Z8901 Clase 12 de polvo de ensayo (negro de humo, tamaño de partícula: 0. 0,3 a 0,2 µm), 25 % en masa; y JIS Z8901 Clase 8 de polvo de ensayo (la capa de margo la llanura de Kanto, tamaño de partícula: 8 µm), 75 % en masa.
Sebo artificial: una mezcla de 70 % en masa de ácido oleico y 30 % en masa de ácido palmítico

Aparato usado: Procedimiento JIS L0849 probador de la abrasión, Tipo II (tipo JSPS):

- 60
1. En lugar del papel abrasivo impermeable de JIS L0849, el tejido de frotamiento (tejido sucio) se une al cargador con una cinta adhesiva de doble cara.
 2. Se aplican uniformemente 0,05 g del componente de suciedad artificial al tejido de frotamiento.
 3. Un espécimen del tejido se une a la parte establecida del tejido del probador de abrasión con una cinta adhesiva de doble cara.
 - 65 4. El tejido de frotamiento preparado en 2 se une a la parte fijada del cargador de la máquina de abrasión.

5. El cargador se mueve 50 veces hacia adelante y hacia atrás sobre la superficie del tejido del espécimen para dar una carga de suciedad.

6. El tejido del espécimen se retira del probador de abrasión de superficie.

7. Se mide la diferencia de color de resistencia a la suciedad E^* del espécimen del tejido entre la parte sucia y la parte no sucia.

Cuanto menor sea el E^* , menor es el cambio de tono de color debido a la suciedad, lo que indica una mayor resistencia a la suciedad. Se consideró que una especificación que daba como resultado un E^* de 20 o menos era eficaz para servir como producto que tendría una comercialización suficiente en el mercado incluso después de un lapso de aproximadamente tres años, mientras que se consideró que una especificación que daba como resultado un E^* de más de 20 no tenía tales efectos.

[Producción de fibra de aramida totalmente aromática de tipo meta]

15 Se preparó una fibra de aramida totalmente aromática de tipo meta mediante el siguiente método.

Se suspendieron 20,0 partes en masa de un polvo de polimetafenileno-isoftalamida que tiene una viscosidad intrínseca (V.I.) de 1,9 producida por polimerización interfacial de acuerdo con el método descrito en JP-B-47-10863 en 80,0 partes en masa de N-metil-2-pirrolidona (NMP) enfriada a -10 °C, formando de este modo una suspensión espesa. Posteriormente, la suspensión se calentó a 60 °C para disolución, para dar una solución de polímero transparente.

Se mezcló un polvo de 2-[2H-benzotriazol-2-il] -4-6-bis (1-metil-1-feniletil)fenol (solubilidad en agua: 0,01 mg/L) en una cantidad de 3,0 % en masa con respecto al polímero y se disolvió en la solución polimérica y la mezcla se desespumó a presión reducida para dar una solución de hilatura (solución de hilatura).

En el ejemplo 1, se añadió un absorbente de UV de 2-[2H-benzotriazol-2-il] -4-6-bis (1-metil-1-feniletil)fenol a la solución de hilatura.

30 [Etapa de hilatura/coagulación]

La solución de hilatura se descargó y se hiló desde una hilera (diámetro del orificio: 0,07 mm., el número de orificios: 500) en un baño de coagulación a una temperatura del baño de 30°C. La composición del líquido de coagulación era agua/NMP = 45/55 (partes en masa). La solución de hilatura se descargó y se hiló en el baño de coagulación a una velocidad de hilo de 7 m/min.

[Etapa de estirado en plástico-estirado en baño]

Posteriormente, se realizó el estirado a una relación de estirado de 3,7 en un baño de estirado de plástico a una temperatura de 40°C con la siguiente composición: agua/NMP = 45/55 (partes en masa).

40

[Etapa de lavado]

Después del estirado, se realizó el lavado en un baño a 20 °C y agua/NMP = 70/30 (longitud de inmersión: 1,8 m) y luego en un baño de agua a 20 °C (longitud de inmersión: 3,6 m), seguido de un lavado a fondo a través de un baño de agua caliente a 60 °C (longitud de inmersión: 5,4 m).

45

[Etapa de tratamiento térmico seco]

Después de lavar, la fibra se sometió a un tratamiento térmico en seco usando un rodillo caliente que tenía una temperatura de superficie de 283 °C, para dar una fibra de poliamida aromática de tipo meta.

50

[Propiedades de la fibra bruta]

La fibra de aramida totalmente aromática de tipo meta obtenida tenía las siguientes propiedades: finura: 1,6 dtex, contenido de disolvente residual: 0,08 % en masa, cristalinidad: 20 %, IOL: 30.

55

Como existencias brutas para otras fibras, se utilizaron las siguientes. Fibra de poliéster (fibra de tereftalato de polietileno); "Tetoron®" fabricada por Teijin

Fibra de rayón retardante de la llama; "LenzingFR®" fabricada por Lenzing

60

Fibra de poliamida totalmente aromática de tipo para; "Twaron®" fabricada por Teijin Aramid

[Método de teñido del tejido]

El brillo L se ajustó con un colorante para que los materiales, después del teñido, tuvieran un valor L de 49 (color neutro) independientemente de los materiales textiles base. En caso necesario, se repitió el teñido para controlar con precisión el valor L. Las condiciones para el teñido y las condiciones para lavar un producto teñido en un baño

65

reductor (pH 5,5) fueron las siguientes.

(Condiciones de teñido)

- 5 Colorante catiónico: fabricado por Nippon Kayaku, nombre comercial: Kayacryl Red GL-ED, 1 % owf
 Proporción del baño; 1:20
 Temperatura x Tiempo; 120 °C x 30 minutos
 (Composición del baño reductor y condiciones de lavado)
 baño reductor; Dióxido de tiourea, 1 g/l
 10 Proporción del baño; 1:20
 Temperatura x Tiempo; 70 °C x 15 minutos

Posteriormente, se realizó el secado a una temperatura de 110 °C durante 10 minutos, seguido por un ajuste de calor en seco a una temperatura de 130 °C durante 2 minutos, dando de este modo un tejido coloreado.

15 [Ejemplo 1]

Las fibras cortadas de una fibra de poliamida totalmente aromática de tipo meta (MA), una fibra de poliamida totalmente aromática de tipo para (PA), una fibra de poliéster (PE) y una fibra de rayón (RY) retardante de la llama (cada una de 51 mm de longitud) se hilaron por mezclado en una relación de la masa MA/PA/PE/Ry de 55/5/15/25 en un hilo hilado (36 cuentas, hilo de 2 hebras) y se tejieron a una densidad de tejido de la urdimbre: 100 hilos/25,4 mm y trama: 56 hilos/25,4 mm, dando de este modo un tejido de sarga con un peso superficial de 230 g/m². La fibra de poliamida totalmente aromática de tipo meta (MA) tenía una resistencia promedio de 3,7 cN/dtex con una desviación estándar de 0,54, una elongación promedio del 25 % con una desviación estándar de 4,7, una tenacidad de 93, una cristalinidad del 20 % y un contenido de disolvente residual del 0,08 % en masa. El tejido se tiñó mediante el método anterior a un color neutro (valor L: 49).

Se midió la resistencia a la abrasión del tejido obtenido. Como resultado, la resistencia antes del lavado (L0) fue de 215 frotaciones, mientras que la resistencia después de 100 lavados (L100) fue de 200 frotaciones. Así, la retención de la resistencia a la abrasión (L100/L0 x 100) fue del 93 %. Además, se midió la resistencia al desgarramiento del tejido obtenido. Como resultado, la resistencia antes del lavado (L0) era de 35,3 N en la dirección longitudinal y de 24,1 N en la dirección transversal, mientras que la resistencia después de 100 lavados (L100) era de 31,9 N en la dirección longitudinal y de 23,2 N en la dirección transversal. Por lo tanto, la retención de la resistencia al desgarramiento (L100/L0 x 100) era del 90 % en la dirección longitudinal y del 96 % en la dirección transversal. Además, la formación de bolitas era de nivel 4 en la dirección longitudinal y de nivel 4 en la dirección transversal.

35 [Ejemplo 2]

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en el Ejemplo 1, excepto que la fibra de poliamida totalmente aromática de tipo meta (MA) se cambió a una fibra de aramida totalmente aromática de tipo meta que contenía 5 % en masa de un absorbente de UV 2- [2H-benzotriazol-2 -il] -4-6-bis (1-metil-1-feniletíl) fenol (51 mm de longitud), no se utilizó la fibra de poliamida totalmente aromática de tipo para (PA) y la relación de masa fue MA/PA/PE/Ry = 60/0/15/25. La fibra de poliamida totalmente aromática de tipo meta (MA) tenía una resistencia promedio de 3,6 cN/dtex con una desviación estándar de 0,55, una elongación promedio del 25 % con una desviación estándar de 4,8, una tenacidad de 90, una cristalinidad del 20 % y un contenido de disolvente residual de 0,05 % en masa.

Se midió la resistencia a la abrasión del tejido obtenido. Como resultado, la resistencia antes del lavado (L0) fue de 209 frotaciones, mientras que la resistencia después de 100 lavados (L100) fue de 200 frotaciones. Así, la retención de la resistencia a la abrasión (L100/L0 x 100) fue del 96 %. Además, se midió la resistencia al desgarramiento del tejido obtenido. Como resultado, la resistencia antes del lavado (L0) era de 32,4 N en la dirección longitudinal y de 23,2 N en la dirección transversal, mientras que la resistencia después de 100 lavados (L100) era de 29,8 N en la dirección longitudinal y de 22,5 N en la dirección transversal. Por lo tanto, la retención de la resistencia al desgarramiento (L100/L0 x 100) era del 92 % en la dirección longitudinal y del 97 % en la dirección transversal. Además, la formación de bolitas era de nivel 4 en la dirección longitudinal y de nivel 4 en la dirección transversal.

El tejido tenía un brillo L de 49, siendo 0,45 x L - 11,3 11,25, una diferencia de color de resistencia a la luz E de 10,73 y una diferencia de color de resistencia a la suciedad E* de 15.

60 [Ejemplo comparativo 1]

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en el Ejemplo 1, excepto que en la producción de una fibra de poliamida totalmente aromática de tipo meta (MA), la composición del líquido de coagulación en la etapa de coagulación se cambió a agua/NMP = 40/60 (partes en masa). Los resultados se muestran en la Tabla 1. La fibra de poliamida totalmente aromática de tipo meta (MA) tenía una resistencia promedio de 4,2 cN/dtex con una desviación estándar de 0,61, una elongación promedio del 29 % con una desviación estándar de 4,8, una tenacidad de 121, una cristalinidad del 20 % y un contenido de disolvente residual del 0,15 % en masa.

Se midió la resistencia a la abrasión del tejido obtenido. Como resultado, la resistencia antes del lavado (L0) fue de 211 frotaciones, mientras que la resistencia después de 100 lavados (L100) fue de 185 frotaciones. Así, la retención de la resistencia a la abrasión (L100/L0 x 100) fue del 88 %. Además, se midió la resistencia al desgarro del tejido obtenido. Como resultado, la resistencia antes del lavado (L0) era de 36,3 N en la dirección longitudinal y de 24,1 N en la dirección transversal, mientras que la resistencia después de 100 lavados (L100) era de 30,4 N en la dirección longitudinal y de 23,0 N en la dirección transversal. Por lo tanto, la retención de la resistencia al desgarro (L100/L0 x 100) era del 84 % en la dirección longitudinal y del 95 % en la dirección transversal. Además, la formación de bolitas era de nivel 3 en la dirección longitudinal y de nivel 3 en la dirección transversal.

[Ejemplo comparativo 2]

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en el Ejemplo 1, excepto que en la producción de una fibra de poliamida totalmente aromática de tipo meta (MA), la temperatura de la superficie del rodillo caliente en la etapa de tratamiento térmico en seco se cambió a 315 °C. La fibra de poliamida totalmente aromática de tipo meta (MA) tenía una cristalinidad de 28 % y un contenido de disolvente residual de 0,08 % en masa.

Se midió la resistencia a la abrasión del tejido obtenido. Como resultado, la resistencia antes del lavado (L0) fue de 250 frotaciones, mientras que la resistencia después de 100 lavados (L100) fue de 200 frotaciones. Así, la retención de la resistencia a la abrasión (L100/L0 x 100) fue del 80 %. Además, se midió la resistencia al desgarro del tejido obtenido. Como resultado, la resistencia antes del lavado (L0) era de 36,3 N en la dirección longitudinal y de 24,2 N en la dirección transversal, mientras que la resistencia después de 100 lavados (L100) era de 31,8 N en la dirección longitudinal y de 23,1 N en la dirección transversal. Por lo tanto, la retención de la resistencia al desgarro (L100/L0 x 100) era del 86 % en la dirección longitudinal y del 95 % en la dirección transversal. Además, la formación de bolitas era de nivel 3 en la dirección longitudinal y de nivel 3 en la dirección transversal.

[Ejemplo comparativo 3]

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en el Ejemplo 1, excepto que el hilo hilado se cambió a un hilo hilado hecho solamente de una fibra de rayón retardante de la llama (RY).

Se midió la resistencia a la abrasión del tejido obtenido. Como resultado, la resistencia antes del lavado (L0) fue de 57 frotaciones, mientras que la resistencia después de 100 lavados (L100) fue de 40 frotaciones. Así, la retención de la resistencia a la abrasión (L100/L0 x 100) fue del 70 %. Además, se midió la resistencia al desgarro del tejido obtenido. Como resultado, la resistencia antes del lavado (L0) era de 20 N en la dirección longitudinal y de 12 N en la dirección transversal, mientras que la resistencia después de 100 lavados (L100) era de 10 N en la dirección longitudinal y de 7 N en la dirección transversal. Por lo tanto, la retención de la resistencia al desgarro (L100/L0 x 100) era del 50 % en la dirección longitudinal y del 58 % en la dirección transversal. Además, la formación de bolitas era de nivel 3 en la dirección longitudinal y de nivel 3 en la dirección transversal.

[Ejemplo comparativo 4]

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en el Ejemplo 1, excepto que el hilo hilado se cambió a un hilo hilado hecho solamente de una fibra de poliéster (PE). Los resultados se muestran en la Tabla 1.

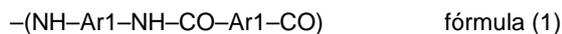
Se midió la resistencia a la abrasión del tejido obtenido. Como resultado, la resistencia antes del lavado (L0) fue de 67 frotaciones, mientras que la resistencia después de 100 lavados (L100) fue de 41 frotaciones. Así, la retención de la resistencia a la abrasión (L100/L0 x 100) fue del 61 %. Además, se midió la resistencia al desgarro del tejido obtenido. Como resultado, la resistencia antes del lavado (L0) era de 21 N en la dirección longitudinal y de 10 N en la dirección transversal, mientras que la resistencia después de 100 lavados (L100) era de 11 N en la dirección longitudinal y de 6 N en la dirección transversal. Por lo tanto, la retención de la resistencia al desgarro (L100/L0 x 100) era del 52 % en la dirección longitudinal y del 60 % en la dirección transversal. Además, la formación de bolitas era de nivel 3 en la dirección longitudinal y de nivel 3 en la dirección transversal.

Aplicabilidad industrial

El tejido resistente al calor de la invención es excelente en términos de características de abrasión superficial, características de desgarro y la durabilidad de lavado de estas características, y también tiene resistencia a la formación de bolitas, un tono de color que satisface las diversas necesidades del usuario y la resistencia al calor. Por lo tanto, el tejido resistente al calor de la invención es aplicable a prendas protectoras, tales como prendas para bomberos y materiales industriales, tales como materiales aislantes térmicos flexibles, y por lo tanto, es industrialmente extremadamente útil.

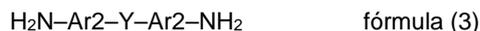
Reivindicaciones

1. Un tejido resistente al calor que comprende una fibra de poliamida totalmente aromática de tipo meta, **caracterizado por que**
- 5 la resistencia a la abrasión del tejido resistente al calor de acuerdo con el método JIS L1096 8.19.1 A-1 (método de tipo universal (método en plano), carga de la prensa de ensayo de abrasión: 4,45 N (0,454 kf), papel: #600) es 200 frotaciones o más,
- 10 la resistencia al desgarro del tejido resistente al calor de acuerdo con el método JIS L1096 8.17.4 D (método del péndulo) es de 20 N o más, y la retención de la resistencia a la abrasión y la retención de la resistencia al desgarro después de 100 lavados de acuerdo con JIS L0844 N° A-1 son cada uno 90 % o más con respecto a antes del lavado, en la que el tejido resistente al calor contiene al menos un rayón, una fibra de parafenilentereftalamida o una fibra de co-parafenilen/3,4'-oxidifenilentereftalamida.
- 15 2. El tejido resistente al calor de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la fibra de poliamida totalmente aromática de tipo meta tenga una cristalinidad de 15 a 27.
- 20 3. El tejido resistente al calor de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, en el que la desviación estándar de la resistencia a la tracción de una sola fibra de la fibra de poliamida totalmente aromática del tipo meta es de 0,60 o menos.
- 25 4. El tejido resistente al calor de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que la fibra de poliamida totalmente aromática del tipo meta tiene una resistencia a la tracción promedio de una sola fibra de 4,0 cN/dtex o menos.
5. El tejido resistente al calor de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que la fibra de poliamida totalmente aromática del tipo meta tiene una elongación promedio de una sola fibra del 35 % o menos.
- 30 6. El tejido resistente al calor de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que la fibra de poliamida totalmente aromática del tipo meta tiene una tenacidad promedio de una sola fibra de 130 o menos.
- 35 7. El tejido resistente al calor de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en el que el tejido resistente al calor se tiñe y la diferencia de color E del tejido antes y después de una prueba de resistencia a la luz de acuerdo con el método JIS L0842 y la prueba del brillo L de la resistencia a la luz del tejido satisface la ecuación siguiente (1):
- $$E = 0,46 L - 11,3... \quad (1).$$
- 40 8. El tejido resistente al calor de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en el que la fibra de poliamida totalmente aromática de tipo meta contiene un colorante orgánico.
- 45 9. El tejido resistente al calor de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en el que el tejido resistente al calor contiene al menos un miembro seleccionado entre una fibra de celulosa, una fibra de poliéster, una fibra acrílica y una fibra de poliamida en una cantidad de 2 a 50 % en masa según la masa del tejido resistente al calor.
- 50 10. El tejido resistente al calor de acuerdo con la reivindicación 9, en el que la fibra de celulosa es rayón.
11. El tejido resistente al calor de acuerdo con la reivindicación 9, en el que la fibra de celulosa, la fibra de poliéster, la fibra acrílica o la fibra de poliamida contiene un retardante de la llama.
- 55 12. El tejido resistente al calor de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, en el que la resistencia a la formación de bolitas del tejido resistente al calor de acuerdo con el método JIS L1096 A es de nivel 4 o superior.
13. El tejido resistente al calor de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12, en el que el tejido resistente al calor contiene celulosa y se tiñe con un colorante fluorescente.
- 60 14. El tejido resistente al calor de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 13, en el que la poliamida totalmente aromática de tipo meta que forma la fibra de poliamida totalmente aromática de tipo meta es una poliamida aromática obtenida copolimerizando, en un esqueleto de poliamida aromática que tiene una unidad estructural repetitiva representada por la siguiente fórmula (1), un componente de diamina aromática o un componente de haluro de ácido dicarboxílico aromático que es diferente de una unidad principal de la estructura repetitiva como un tercer componente de manera que la proporción del tercer componente es de 1 a 10 % molar basado en las unidades estructurales repetitivas totales de la poliamida aromática:
- 65



5 en la que Ar1 es un grupo aromático divalente que tiene un grupo enlazador en una posición distinta de la posición meta o una dirección axialmente paralela.

15. El tejido resistente al calor de acuerdo con la reivindicación 14, en el que el tercer componente es una diamina aromática de fórmula (2) o (3) o un haluro de ácido dicarboxílico aromático de fórmula (4) o (5):



20 en la que Ar2 es un grupo aromático divalente diferente de Ar1, Ar3 es un grupo aromático divalente diferente de Ar1, Y es al menos un átomo o grupo funcional seleccionado del grupo que consiste en un átomo de oxígeno, un átomo de azufre y un grupo alquileo, y X es un átomo de halógeno.

25 16. El tejido resistente al calor de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 15, en el que la fibra de poliamida aromática de tipo meta tiene un contenido de disolvente residual de 0,1 % en masa o menos.

30 17. El tejido resistente al calor de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 16, en el que el tejido resistente al calor contiene al menos un miembro seleccionado entre una fibra de poliamida totalmente aromática de tipo para, una fibra de polibenzobisoxazol y una fibra de poliéster totalmente aromática en una cantidad de 1 a 20 % en masa según la masa del tejido resistente al calor.

18. El tejido resistente al calor de acuerdo con la reivindicación 17, en el que la fibra de poliamida totalmente aromática de tipo para es una fibra de parafenilentereftalamida o una fibra de co-parafenilen/3,4'-oxidifenilentereftalamida.

35 19. El tejido resistente al calor de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 18, en el que una fibra que forma el tejido resistente al calor contiene un absorbente de UV y/o un reflector de UV.

40 20. El tejido resistente al calor de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 19, en el que el tejido resistente al calor tiene un absorbente de UV y/o un reflector de UV.

45

50

55

60

65