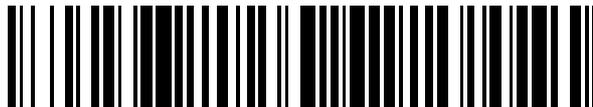


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 640 918**

51 Int. Cl.:

D01F 6/90 (2006.01)

D01F 6/60 (2006.01)

D01F 1/10 (2006.01)

D06P 3/24 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **08.04.2011 PCT/JP2011/058909**

87 Fecha y número de publicación internacional: **20.10.2011 WO11129279**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **08.04.2011 E 11768800 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **26.07.2017 EP 2559792**

54 Título: **Fibra de poliamida metatipo completamente aromática**

30 Prioridad:

06.04.2011 JP 2011084556

14.04.2010 JP 2010093289

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

07.11.2017

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**KIKUCHI, SATOSHI y
TAKIUE, KOTARO**

74 Agente/Representante:

IZQUIERDO BLANCO, María Alicia

Observaciones:

**Véase nota informativa (Remarks, Remarques o
Bemerkungen) en el folleto original publicado por
la Oficina Europea de Patentes**

ES 2 640 918 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 de poliamida metatipo completamente aromática**Descripción**

5 Campo Técnico

La presente invención está relacionada con una fibra de poliamida metatipo completamente aromática. Más específicamente, la invención está relacionada con una fibra de poliamida metatipo completamente aromática que tiene resistencia a la luz y en la que puede eliminarse el desprendimiento de un estabilizador de luz durante el proceso de teñido con un portador o vehículo.

Antecedentes

Las fibras de poliamida completamente aromáticas (de aquí en adelante, denominadas a veces simplemente 'aramidas') incluyen fibras de meta-aramidas como Conex® y Nomex® y fibras de para-aramidas como Technora®, Kevlar® y Twaron®.

Estas fibras de aramida(s) tienen una estructura molecular rígida y una alta cristalinidad. Por tanto, en comparación con las fibras de poliamidas alifáticas convencionales, ampliamente utilizadas, como Nylon 6 y Nylon 66, las fibras de aramidas tienen unas propiedades de seguridad excelentes teniendo en cuenta las propiedades térmicas como la resistencia al calor y la resistencia al fuego (retardancia de la llama), la resistencia química, la resistencia a radiaciones elevadas, las características eléctricas, etc. De este modo, se han utilizado ampliamente en aplicaciones textiles como trajes de protección que requieren resistencia al fuego (retardancia de la llama) y resistencia al calor, aplicaciones de materiales industriales como filtros de bolsa y aplicaciones de diseños interiores como cortinas.

Así, los métodos para obtener una fibra de colores para aplicaciones textiles y similares incluyen, generalmente, un método que usa un proceso de tintura o de teñido y un método que usa el 'teñido por hilado' ('spindyeing', en inglés) con tintes y pigmentos. Además, como método para teñir o colorear una fibra de poliamida completamente aromática, por ejemplo, se conoce ampliamente un método que tiñe o colorea una fibra usando un tinte básico y un ayudante de tintura (un portador o vehículo) como el alcohol bencílico o la acetofenona.

Sin embargo, existe un problema, pues cuando las fibras de poliamida completamente aromáticas se tiñen con tintes básicos como los que se usan para teñir fibras de poliamida alifáticas, las fibras de colores resultantes tienen una resistencia a la luz extremadamente baja y, por lo tanto, experimentan un deterioro o pérdida de color significativos debido a la luz.

Así, con el objetivo de mejorar la resistencia a la luz de una fibra de poliamida completamente aromática, JP-A-49-075824 (Documento de Patente nº 1) propone un método en el que una solución de poliamidas aromáticas se hilaba en húmedo o en seco; después, se lava la fibra obtenida y, antes de secarla, se impregna con una dispersión acuosa compuesta por una sustancia que protege contra los rayos UV (o rayos ultravioleta). Sin embargo, este método presenta un problema, ya que, durante el proceso de teñido con un portador, es probable que el portador provoque el desprendimiento de la sustancia que protege contra los rayos UV.

Además, como fibra de poliamida completamente aromática y resistente a la luz que puede teñirse sin un portador, JP-A-2003-239136 (Documento de Patente nº 2) desvela una fibra de poliamida metatipo completamente aromática que contiene una sal de onio de ácido sulfónico de alquilbenceno que funciona como ayudante de tintura y unas aminas estéricamente impedidas estabilizadoras de luz. Esta fibra puede teñirse sin un portador y, por lo tanto, es improbable que haya un desprendimiento de un estabilizador de luz durante el proceso de teñido. Sin embargo, la adición de la sal de onio aumenta el coste de la producción de las fibras. Además, disminuye la retardancia de llama de la fibra resultante, lo que hace necesario añadir un retardante de llama o similares.

Además, se ha propuesto una fibra de poliamida metatipo completamente aromática, resistente a la luz y coloreada, que contiene un pigmento específico que no decae debido a la luz (JP-A-50-59522; Documento de Patente nº 3). Sin embargo, en dicho método el pigmento se añade durante el proceso de producción de las fibras. Por lo tanto, surgen problemas puesto que la pérdida de producción es elevada, resulta difícil tratar con una producción de pequeños lotes, resulta difícil obtener fibras con diferentes tonalidades según sea necesario, etc.

Documentos de Métodos y Técnicas Anteriores

60

Documentos de Patentes

Documento de Patente nº 1: JP-A-49-075824

Documento de Patente nº 2: JP-A-2003-239136

65

Documento de Patente nº 3: JP-A-50-59522

Resumen de la Invención

Problemas que la Invención Debe Resolver

5 La invención se ha obtenido teniendo en cuenta los antecedentes previamente mencionados. Un objetivo de la invención es proporcionar una fibra de poliamida metatipo completamente aromática que es resistente a la luz, que puede teñirse en diversas tonalidades mediante un proceso de teñido con un portador y en la que puede eliminarse el desprendimiento de un estabilizador de luz durante el proceso de teñido.

10 Medios para Resolver los Problemas

Los autores de la presente invención realizaron extensas investigaciones para resolver los problemas previamente mencionados. Como resultado de ello, descubrieron que los problemas previamente mencionados pueden resolverse creando una fibra de poliamida metatipo completamente aromática que utiliza un absorbente UV (o absorbente de rayos ultravioleta) altamente hidrofóbico y tiene propiedades físicas específicas. De este modo, desarrollaron la invención.

Es decir, la invención es una fibra de poliamida completamente aromática que contiene un absorbente UV seleccionado de un grupo que comprende:
 20 2-(2H-benzotriazol-2-il)-4,6-di-tert-pentilfenol,
 2-[5-cloro(2H)-benzotriazol-2-il]-4-metil-6-(tert-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,
 y que tiene un índice de orientación Raman de entre 1,3 y 2,2 y una cristalinidad de entre un 5 y un 20%, un nivel de agotamiento del colorante (o agotamiento de la tintura) de un 90% o más en una fibra teñida y una conservación de la resistencia a la luz de un 80% o más después de un proceso de teñido con un portador;
 25 de manera que el nivel de agotamiento del tinte o colorante es un valor que se calcula mediante la siguiente ecuación:

30 nivel de agotamiento del colorante = $[(Co - C) / Co] \times 100$

donde 'Co' es el promedio de la concentración de tinte o colorante del líquido de tintura residual antes del proceso de teñido y 'C' es el promedio de la concentración de tinte o colorante del líquido de tintura residual después del proceso de teñido, lo cual se determina midiendo la absorbancia de un extracto en el mismo volumen de diclorometano y a longitudes de onda de 670 nm, 540 nm y 530 nm, y calculando el promedio de la concentración de tinte o colorante del extracto a estas tres longitudes de onda,
 35 y de manera que la retención o conservación de resistencia a la luz es un valor que se calcula mediante la siguiente ecuación:

40 conservación de resistencia a la luz (%) = $100 - [(\Delta E^* \text{ después del proceso de teñido} - \Delta E^* \text{ antes del proceso de teñido}) / \Delta E^* \text{ antes del proceso de teñido}] \times 100$

usando la resistencia a la decoloración o pérdida de color provocadas por la luz (ΔE^*) de una fibra básica antes y después del proceso de teñido, lo cual se determina usando una fibra básica irradiada con luz que ha sido irradiada en un 'fade-meter' (o medidor de desvanecimiento o decoloración) con un arco de carbono a 63° C durante 24 horas y una fibra básica no irradiada, midiendo la reflectancia difusa y usando un iluminante D65, un observador de -10°, y calculando un valor L* del índice de luminosidad y unos valores a* y b* de los índices de cromaticidad y realizando un cálculo por medio de la siguiente ecuación:

50 $\Delta E^* = ((\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2)^{1/2}$.

Ventajas de la Invención

La fibra de poliamida metatipo completamente aromática de la presente invención es una fibra que tiene resistencia a la luz, que puede teñirse en diversos tonos o tonalidades mediante un proceso de teñido con un portador y en la que puede eliminarse el desprendimiento de un estabilizador de luz durante el proceso de teñido.

Además, incluso en el caso de que la fibra de poliamida metatipo completamente aromática de la presente invención se someta a una irradiación lumínica prolongada, como una exposición prolongada a la luz solar, puede impedirse el deterioro, de manera que puede conservarse su fortaleza.

Por lo tanto, su valor industrial es extremadamente elevado en los campos en los que se requiere afinidad de tintura y resistencia a la luz. La invención puede utilizarse convenientemente en los campos de las camas y la ropa de cama, de las prendas y vestidos, del diseño interior y similares, en los que los aspectos estéticos y la apariencia son importantes, por ejemplo.

Modos de Realizar la Invención

<Fibra de poliamida metatipo completamente aromática>

5 La fibra de poliamida metatipo completamente aromática de la invención tiene las siguientes propiedades físicas específicas. Las propiedades físicas, la configuración, el método de producción y aspectos similares de la fibra de poliamida metatipo completamente aromática de la presente invención se describirán a continuación.

[Propiedades físicas de la fibra de poliamida metatipo completamente aromática]

10

{Contenido del solvente residual}

15 Normalmente, una fibra de poliamida metatipo completamente aromática se produce a partir de un fluido de hilado que se obtiene disolviendo un polímero en un solvente de amidas. Por lo tanto, el solvente permanece inevitablemente en la fibra. Sin embargo, en la fibra de poliamida metatipo completamente aromática de la presente invención, es preferible que la cantidad de solvente residual presente en la fibra sea un 0,1% o menos de la masa, tomando en cuenta la masa de la fibra. Preferiblemente, la cantidad es de un 0,1% en masa o menos y, más preferiblemente, de un 0,08% en masa o menos.

20 En caso de que la cantidad de solvente residual presente en la fibra sea de más de un 0,1% de la masa, basándose en la masa de la fibra, el solvente residual se volatiliza durante el tratamiento o procesamiento o el uso en un ambiente a altas temperaturas -más de 200° C-, lo que conlleva una escasa seguridad ambiental. Además, se rompe su estructura molecular, lo que provoca una reducción significativa de su fortaleza o solidez. Por lo tanto, esto es algo que no resulta deseable.

25

En la presente invención, a fin de proporcionar una fibra anterior al teñido (fibra pura o sin tratar) con un contenido de solvente residual de un 0,1% en masa -o menos-, en el proceso de producción de fibras los componentes o las condiciones del baño de coagulación se ajustan para obtener una forma coagulada que no tiene un núcleo de revestimiento y también se realiza un estiramiento plástico en unas proporciones específicas.

30

En este sentido, 'el contenido de solvente residual de una fibra anterior al teñido (fibra pura o sin tratar)' en la presente invención es un valor que se obtiene por medio del siguiente método.

(Método para medir el contenido de solvente residual)

35

Se recogen alrededor de 8,0 g de fibra anterior al teñido (fibra pura), se secan a 105° C durante 120 minutos y, posteriormente, se deja que se enfríen en un desecador y se mide la masa de la fibra (M1). Después, la fibra se somete a una extracción de reflujo en metanol durante 1,5 horas utilizando un extractor Soxhlet para extraer el solvente de amidas contenido en la fibra. Tras la extracción, se retira la fibra, se seca al vacío a 150° C durante 60 minutos y después se enfría en un desecador y se mide la masa de la fibra (M2). Utilizando los valores M1 y M2 obtenidos, se calcula la cantidad de solvente residual presente en la fibra (la masa del solvente de amidas) N (%) mediante la siguiente ecuación.

40

[Ecuación 1]

45

$$N (\%) = [(M1 - M2) / M1] \times 100$$

{Resistencia a la rotura de la fibra anterior al teñido (Fibra pura)}

50 Es preferible que, antes del proceso de teñido (fibra pura), la fibra de poliamida metatipo completamente aromática de la presente invención tenga una resistencia a la rotura (o fuerza de rotura) de 2,5 cN/dtex o más. Más preferiblemente, la resistencia a la rotura es de 2,7 cN/dtex o más y, más preferiblemente, de 3,0 cN/dtex o más. En caso de que la resistencia a la rotura sea menor que 2,5 cN/dtex, la fibra se romperá en una etapa del procesamiento o tratamiento posterior, como el hilado, lo que da como resultado un rendimiento de procesamiento menor; por lo tanto, esto no es algo deseable.

55

En la invención, la resistencia a la rotura de la fibra de poliamida metatipo completamente aromática anterior al teñido (fibra pura) puede controlarse mediante el coeficiente o ratio de estiramiento en el paso o etapa de estiramiento 'plástico-estiramiento-baño' y la temperatura del tratamiento térmico en el paso del 'tratamiento térmico en seco' del método de producción que se describe más adelante. Para obtener una resistencia a la rotura de 2,5 cN/dtex o más, es necesario que el coeficiente de estiramiento sea de entre 3,5 y 5,0, y también que la temperatura del tratamiento térmico en seco se encuentre en un intervalo de entre 260 y 330° C.

60

En este sentido, en la presente invención la 'resistencia a la rotura' (o 'fuerza de rotura') es un valor que se obtiene realizando mediciones de acuerdo con JIS L1015 utilizando un probador de tracción (fabricado por Instron, Modelo 5565) en las siguientes condiciones.

65

(Condiciones de medición)

- 5 Distancia de agarre: 20 mm
 Carga inicial: 0,044 cN (1/20 g) / dtex
 Velocidad o índice de tracción: 20 mm/min

{Extensión o estiramiento en el momento de rotura de la fibra anterior al teñido (Fibra pura)}

- 10 Es preferible que la fibra de poliamida metatipo completamente aromática anterior al teñido (fibra pura) de la presente invención tenga un estiramiento de un 30% o más en el momento de rotura. Preferiblemente, el estiramiento en el momento de rotura es de un 35% o más y, más preferiblemente, el estiramiento en el momento de rotura es de un 40% o más. Un estiramiento de un 30% o menos en el momento de rotura conlleva peores propiedades de paso en una etapa de procesamiento posterior, como el hilado, y, por lo tanto, no resulta deseable.

- 15 En la presente invención, el estiramiento en el momento de rotura de la fibra de poliamida metatipo completamente aromática anterior al teñido (fibra pura) puede controlarse mediante las condiciones del baño de coagulación en el paso o etapa de coagulación en el método de producción que se describe más adelante. Para obtener un estiramiento en el momento de rotura de un 30% o más, es necesario que el líquido de coagulación sea una solución acuosa de un solvente de amidas como N-metil-2-pirrolidona (NMP) con una concentración de entre un 45 y un 60% de masa, y que la temperatura del líquido de baño sea de entre 10 y 35° C.

- 20 En este sentido, en la presente invención el 'estiramiento en el momento de rotura' es un valor que se obtiene realizando mediciones de acuerdo con JIS L1015 y utilizando un probador de tracción (fabricado por Instron, Modelo 5565) en las mismas condiciones que las utilizadas para realizar las mediciones de la 'resistencia a la rotura', previamente mencionada.

{Índice de orientación Raman de la fibra anterior al proceso de teñido (Fibra pura)}

- 30 La fibra de poliamida metatipo completamente aromática anterior al -proceso de- teñido (fibra pura) de la presente invención tiene un índice de orientación Raman que se encuentra en un intervalo de entre 1,3 y 2,2. Más preferiblemente, el índice de orientación Raman se encuentra en un intervalo de entre 1,5 y 2,0, y, más preferiblemente, en un intervalo de entre 1,7 y 2,0. En caso de que el índice Raman sea menor que 1,3, la fortaleza o solidez de una fibra teñida que se ha sometido a un tratamiento de tinción no puede demostrarse de manera suficiente; por lo tanto, esto no es deseable. Por otra parte, en caso de que el índice de orientación sea superior a 2,2, la afinidad de tinción se reduce de forma significativa; por lo tanto, esto no es deseable. Además, en caso de que el índice de orientación Raman de la fibra anterior al teñido (fibra pura) esté fuera del rango o intervalo previamente mencionado, puede ser difícil proporcionar la fibra de poliamida metatipo completamente aromática (fibra pura) de la presente invención con un grado de agotamiento del colorante o tinción de un 90% o más.

- 40 En la presente invención, el índice de orientación Raman de la fibra de poliamida metatipo completamente aromática anterior al -proceso de- teñido (fibra pura) puede controlarse por medio del coeficiente de estiramiento en la etapa de estiramiento del proceso 'plástico-estiramiento-baño' del método de producción que se describe más adelante. Más específicamente, es necesario que el coeficiente de estiramiento sea de entre 3,5 y 5,0.

- 45 En este sentido, en la presente invención el 'Índice de orientación Raman' es un valor que se obtiene mediante el siguiente método.

(Método para calcular el índice de orientación Raman)

- 50 Una fibra anterior al proceso de teñido (fibra pura) se coloca en un portamuestras y se realizan las mediciones utilizando un único microespectrómetro láser de Raman (fabricado por Jobin-Yvon, modelo T64000) con las siguientes condiciones: un láser de estado sólido ($\lambda = 785 \text{ nm}$), potencia de salida: 76 mW. El 'índice de orientación Raman' se calcula mediante la siguiente ecuación utilizando la anisotropía de polarización máxima cerca de un número de onda de desplazamiento de Raman de $1\ 000 \text{ cm}^{-1}$, que es el valor propio o valor característico de la poliamida metatipo completamente aromática.

[Ecuación 2]

- 60 Índice de orientación Raman = [XX Intensidad Raman / YY Intensidad Raman]

(En la ecuación, XX indica que el plano de polarización del suceso y el plano de polarización de detección son paralelos al eje de la fibra; YY indica que el plano de polarización del suceso y el plano de polarización de detección son perpendiculares al eje de la fibra).

- 65 {Cristalinidad de la fibra anterior al teñido (Fibra pura)}

La fibra de poliamida metatipo completamente aromática anterior al teñido (fibra pura) de la presente invención tiene una cristalinidad de entre un 5 y un 20%. Más preferiblemente, la cristalinidad es de entre un 5 y un 15%, y, más preferiblemente, la cristalinidad es de entre un 5 y un 10%. En caso de que la cristalinidad sea superior a un 20%, la afinidad de tintura se reduce de forma significativa; por lo tanto, esto no es deseable. Por otra parte, en caso de que sea inferior a un 5%, la fibra tendrá un alto grado de reducción o 'contraimiento' y, por lo tanto, será difícil manejarla en la etapa de tintura; por ello, esto no es deseable. Además, en caso de que la cristalinidad de la fibra anterior al teñido (fibra pura) esté fuera del rango previamente mencionado, puede ser difícil proporcionar la fibra de poliamida metatipo completamente aromática de la presente invención (fibra pura) con un grado de agotamiento de la tintura de un 90% o más.

En la invención, la cristalinidad de la fibra de poliamida metatipo completamente aromática anterior al proceso de teñido (fibra pura) puede controlarse mediante el coeficiente o ratio de estiramiento en el paso o etapa de estiramiento 'plástico-estiramiento-baño' y la temperatura del tratamiento térmico en el paso del 'tratamiento térmico en seco' del método de producción que se describe más adelante. Más específicamente, es necesario que el coeficiente de estiramiento sea de entre 3,5 y 5,0, y también que la temperatura del tratamiento térmico en seco se encuentre en un intervalo de entre 260 y 330° C.

En este sentido, en la presente invención la 'cristalinidad' se convierte a partir del perfil de una fibra anterior al proceso de teñido (fibra pura), en forma de un haz con un diámetro de alrededor de 1 mm, lo cual se mide utilizando un equipo de difracción de rayos X (nombre comercial: RIKAGU RINT TTR III) con las siguientes condiciones.

(Condiciones de medición)

Fuente de rayos X: línea de Cu-K α
 Tabla de muestras de fibra: rotación a 50 r.p.m.
 Escaneo 2 θ : entre 5 y 50°
 Medición continua: 0,1°
 Medición de anchura: escaneo a 1°/min

Más específicamente, la dispersión del aire y la dispersión incoherente del perfil de difracción medido se corrigen mediante aproximación lineal para obtener el perfil total de intensidad de dispersión. El perfil del hilo sin secar de una fibra amorfa de poliamida metatipo completamente aromática se ajusta mediante una estimación visual a la intensidad total de dispersión obtenida, y se interpreta que la diferencia es la intensidad de dispersión cristalina. La cristalinidad se calcula mediante la siguiente ecuación utilizando las áreas de la intensidad de dispersión cristalina y la intensidad de dispersión total (valor integrado).

[Ecuación 3]

Cristalinidad (%) = [área de la intensidad de dispersión cristalina / área de la intensidad de dispersión total] x 100

{Grado de agotamiento de tintura de una fibra teñida}

La fibra de poliamida metatipo completamente aromática de la presente invención tiene un grado de agotamiento de la tintura o colorante de un 90% o más, preferiblemente un 92% o más, en la forma de una fibra tras el proceso de teñido (fibra teñida). En caso de que el grado de agotamiento de tintura de una fibra teñida sea inferior a un 90%, esto no resulta deseable en relación con los aspectos estéticos que se requieren en el campo textil, y una fibra así no puede teñirse en el tono o tonalidad deseados.

En la invención, el grado de agotamiento de tintura de la fibra de poliamida metatipo completamente aromática tras el proceso de teñido (fibra teñida) puede obtenerse cuando, durante el método de producción que se describe más adelante, las condiciones del baño de coagulación en el paso de coagulación se ajustan o regulan para obtener una forma coagulada que no tiene un núcleo de revestimiento y, además, el tratamiento de secado en seco en el paso o etapa del tratamiento de secado en seco se realiza a una temperatura específica para obtener fibras con una orientación y una cristalinidad específicas. A fin de proporcionar una fibra teñida que tenga un grado de agotamiento de tintura de un 90% o más, es necesario que el líquido de coagulación sea una solución acuosa de un solvente de amidas como N-metil-2-pirrolidona (NMP) con una concentración de entre un 45 y un 60% de masa, que la temperatura del líquido de baño sea de entre 10 y 35° C y que la temperatura del tratamiento térmico en seco esté en un rango de entre 260° y 330° C, que es igual o superior a la temperatura de transición del vidrio ('T v ' o 'T g ', por sus siglas en inglés) de la fibra. Además, es más preferible que la fibra anterior al proceso de teñido (fibra pura) tenga un índice de orientación Raman que esté en un rango o intervalo de entre 1,3 y 2,2 y una cristalinidad que esté en un rango de entre un 5 y un 20%.

En este sentido, 'teñir' o 'el proceso de teñido' para calcular 'el grado de agotamiento de tintura' es teñir o realizar un proceso de teñido siguiendo el siguiente método de teñido (o método de tintura).

(Método de teñido)

5 Se prepara un líquido de tintura (o líquido de teñido) que contiene un 6% 'owf' ('en peso de tejido', equivalente a 'on weight of fabric', en inglés) de un tinte, tintura o colorante catiónico (fabricado por Nippon Kayaku; nombre comercial: Kayacril Blue (Azul) GSL-ED (B-54)), 0,3 mL/L de ácido acético, 20 g/L de nitrato de sodio, 70 g/L de alcohol bencílico como agente portador y 0,5 g/L de ayudante de tintura (fabricado por Meisei Chemical Works; nombre comercial: DISPER TL) como dispersante.

10 Posteriormente, se realiza un tratamiento de teñido (o tratamiento de tintura) a 120° C durante 60 minutos con una proporción o ratio de baño de 1:40 entre una fibra y el líquido de tintura. Tras el tratamiento de teñido, se realiza una limpieza de reducción a 80° C durante 20 minutos con una proporción de baño de 1:20 usando un líquido de tratamiento que contiene 2,0 g/L de hidrosulfito, 2,0 g/L de AMILADIN D (fabricado por Dai-ichi Kogyo Seiyaku; nombre comercial: AMILADIN D) y 1,0 g/L de hidróxido de sodio. Después, la fibra se lava con agua y se seca para obtener una fibra teñida.

15 En este sentido, en la invención el 'grado o nivel de agotamiento de tintura' es un valor que se obtiene mediante el siguiente método.

20 (Método para medir el grado de agotamiento de tintura)

25 Al líquido de tintura residual que se ha utilizado para teñir la fibra sin teñir (fibra pura) se le añade su mismo volumen de diclorometano para extraer el tinte residual. Posteriormente, se mide la absorbancia del extracto en unas longitudes de onda de 670 nm, 540 nm y 530 nm, y se calcula la concentración de tinte del extracto en cada longitud de onda a partir de curvas de calibración para cada una de las tres longitudes de onda previamente mencionadas y que se han preparado previamente utilizando una solución de diclorometano que tiene una concentración de tinte conocida. El promedio de las concentraciones en las tres longitudes de onda previamente mencionadas se toma como la concentración de tinte del extracto (C). Un valor obtenido mediante la siguiente ecuación utilizando la concentración de tinte antes del proceso de teñido (Co) se define como el grado o nivel de agotamiento de tintura (U).

30 [Ecuación 4]

35 Grado de agotamiento de tintura (U) = $[(Co - C) / Co] \times 100$

{Conservación de solidez de la fibra teñida después de la inmersión en una solución acuosa de ácido sulfúrico (Resistencia al ácido)}

40 Es preferible que la fibra de poliamida metatipo completamente aromática de la presente invención tenga una conservación de solidez (o retención de la fortaleza) de un 65% o más en su forma de fibra teñida después de la inmersión en una solución acuosa de ácido sulfúrico de un 20% en masa a 50° C durante 150 horas. Preferiblemente, la conservación de solidez después de la inmersión en una solución acuosa de ácido sulfúrico es de un 65% o más, más preferiblemente de un 70% o más y, más preferiblemente, de un 75% o más.

45 La conservación de solidez de una fibra teñida después de su inmersión en una solución acuosa de ácido sulfúrico sirve como índice de la resistencia al ácido (o resistencia a los ácidos). Una conservación de solidez de menos de un 65% conlleva una resistencia al ácido insuficiente y una disminución de la seguridad y, por lo tanto, no es deseable.

50 En la invención, para proporcionar una fibra teñida que tenga una conservación de solidez de un 65% o más, durante el proceso de producción de las fibras se ajustan los componentes o las condiciones del baño de coagulación para obtener una forma coagulada que no tiene núcleo de revestimiento.

55 En este sentido, una fibra teñida que se usa para la evaluación de la 'conservación de la solidez' (o 'conservación de la fortaleza') es una fibra que se ha teñido utilizando el mismo método que para calcular el 'grado de agotamiento de tintura' mencionado previamente. Además, en la presente invención la 'conservación de solidez de una fibra teñida tras su inmersión en una solución acuosa de ácido sulfúrico' es un valor que se obtiene mediante el siguiente método.

60 (Método para calcular la conservación de solidez después de la inmersión en una solución acuosa de ácido sulfúrico (Prueba de resistencia al ácido))

65 Se coloca una solución acuosa de ácido sulfúrico de un 20% en masa en un matraz separable y se sumerge en ella una fibra teñida que mide 51 mm. Después, el matraz separable se sumerge en un baño de agua con una temperatura constante, y la temperatura se mantiene a 50° C. La inmersión continúa durante 150 horas. La resistencia a la rotura de la fibra teñida se mide antes y después de la inmersión para determinar la conservación de

solidez de la fibra teñida después de la inmersión.

En este sentido, la 'resistencia a la rotura' que se utiliza para calcular la 'conservación de solidez de una fibra teñida después de la inmersión en una solución acuosa de ácido sulfúrico (resistencia al ácido)' es un valor que se obtiene utilizando el mismo método que para medir la resistencia a la rotura de una fibra anterior al proceso de teñido (fibra pura) y que se ha mencionado previamente.

{Conservación de resistencia a la luz después de un proceso de teñido con un portador}

La fibra de poliamida metatipo completamente aromática de la presente invención tiene una conservación o retención de resistencia a la luz de un 80% o más después de un proceso de teñido con un portador. Preferiblemente, la conservación de resistencia a la luz es de un 85% o más y, preferiblemente, es de un 90% o más. Cuando la conservación de resistencia a la luz después de un proceso de teñido con un portador es baja, esto indica el desprendimiento de una gran cantidad de estabilizador de luz durante el proceso de teñido con un portador. En caso de que la conservación de resistencia a la luz después de un proceso de teñido con un portador sea inferior a un 80%, el efecto de resistencia a la luz del producto después del proceso de teñido no puede demostrarse o comprobarse de manera suficiente y, por lo tanto, esto no es deseable.

En este sentido, en la presente invención la 'conservación de resistencia a la luz' es un valor que se obtiene mediante el siguiente método.

(Método para calcular la conservación de resistencia a la luz)

Para evaluar la resistencia a la luz, se determina la resistencia a la decoloración y a la pérdida de color (ΔE^*) provocadas por la luz utilizando una fibra básica irradiada con luz que ha sido irradiada en un 'fade-meter' (o medidor de desvanecimiento o decoloración) con un arco de carbono a 63° C durante 24 horas y una fibra básica no irradiada. La resistencia a la decoloración y a la pérdida de color (ΔE^*) provocadas por la luz se calcula del siguiente modo: primero, se mide la reflectancia difusa usando un iluminante D65 y un observador a -10°, y, después, se calcula un valor L^* del índice de luminosidad y unos valores a^* y b^* de los índices de cromaticidad usando los procedimientos habituales. Usando los valores obtenidos, se realiza un cálculo de acuerdo con JIS Z-8730 por medio de la siguiente ecuación.

[Ecuación 5]

$$\Delta E^* = ((\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2)^{1/2}$$

La 'conservación de la resistencia a la luz' es un valor que se calcula mediante la siguiente ecuación usando la resistencia a la decoloración y la pérdida de color (ΔE^*), provocadas por la luz, de una fibra básica antes y después del proceso de teñido.

[Ecuación 6]

Conservación de resistencia a la luz (%) = $100 - [(\Delta E^* \text{ después del proceso de teñido} - \Delta E^* \text{ antes del proceso de teñido}) / \Delta E^* \text{ antes del proceso de teñido}] \times 100$

En este sentido, en la evaluación de la 'conservación de la resistencia a la luz', el 'teñido' o 'proceso de teñido' hace referencia a un -proceso de- teñido que se realiza usando el siguiente método sin usar un tinte o colorante.

(Método para teñir una fibra a fin de realizar mediciones sobre la conservación de la resistencia a la luz)

Sin usar ningún tinte, tintura o colorante, se prepara un líquido de tintura que contiene 0,3 mL/L de ácido acético, 20 g/L de nitrato de sodio, 70 g/L de alcohol bencílico como agente portador y 0,5 g/L de ayudante de tintura (fabricado por Meisei Chemical Works; nombre comercial: DISPER TL) como dispersante.

Posteriormente, se realiza un tratamiento de teñido (o tratamiento de tintura) a 120° C durante 60 minutos con una proporción o ratio de baño de 1:40 entre una fibra y el líquido de tintura. Tras el tratamiento de teñido, se realiza una limpieza de reducción a 80° C durante 20 minutos con una proporción de baño de 1:20 usando un líquido de tratamiento que contiene 2,0 g/L de hidrosulfito, 2,0 g/L de AMILADIN D (fabricado por Dai-ichi Kogyo Seiyaku; nombre comercial: AMILADIN D) y 1,0 g/L de hidróxido de sodio. Después, la fibra se lava con agua y se seca para obtener una fibra teñida.

{Conservación de la solidez de una fibra teñida después de la prueba de resistencia a la luz (Resistencia a la luz)}

Es preferible que la fibra de poliamida metatipo completamente aromática de la presente invención tenga una conservación de solidez (resistencia a la luz) de un 80% o más después de la irradiación en un 'fade-meter' con

un arco de xenón a 63° C durante 40 horas. Más preferiblemente, la conservación de la solidez es de un 85% o más y, más preferiblemente, de un 90% o más. En caso de que la conservación de solidez después de la irradiación sea inferior a un 80%, la solidez o fortaleza de una fibra así no puede mantenerse o conservarse durante una exposición prolongada a la luz del sol y, por lo tanto, esto no es deseable.

En la invención, para proporcionar una fibra teñida que tenga una conservación de solidez (resistencia a la luz) de un 80% o más tras la prueba de resistencia a la luz, durante el proceso de producción de fibras que se describe más adelante se ajustan los componentes o las condiciones del baño de coagulación para obtener una forma coagulada que no tiene núcleo de revestimiento.

En este sentido, una fibra teñida que se usa para la evaluación de la 'conservación de la solidez de una fibra teñida después de una prueba de resistencia a la luz (resistencia a la luz)' es una fibra que se ha teñido utilizando el mismo método de teñido que para calcular el 'grado de agotamiento de tintura' mencionado previamente. Además, en la presente invención la 'conservación de la solidez de una fibra teñida después de una prueba de resistencia a la luz (resistencia a la luz)' es un valor que se obtiene mediante el siguiente método.

(Método para calcular la conservación de solidez de una fibra teñida después de una prueba de resistencia a la luz (Resistencia a la luz))

Se enrolla una fibra alrededor de un portador o recipiente y se irradia en un 'fade-meter' con un arco de xenón a 63° C durante 40 horas. La resistencia a la rotura de la fibra irradiada con luz y la de la fibra sin irradiar se miden para determinar la conservación de solidez de la fibra teñida después de la irradiación luminica.

En este sentido, la 'resistencia a la rotura' que se utiliza para calcular la 'conservación de solidez de una fibra teñida después de una prueba de resistencia a la luz (resistencia a la luz)' es un valor que se obtiene utilizando el mismo método que para medir la resistencia a la rotura de una fibra anterior al proceso de teñido (fibra pura) y que se ha mencionado previamente.

<Poliamida metatipo completamente aromática>

[Configuración de una poliamida metatipo completamente aromática]

Una poliamida metatipo completamente aromática que forma la fibra de poliamida metatipo completamente aromática de la presente invención incluye un componente de diamina metatipo aromática y un componente de ácido dicarboxílico metatipo aromático. Siempre y cuando no se perjudique al objetivo de la presente invención, también pueden copolimerizarse los paratipos y otros componentes de copolímeros.

En la presente invención, en relación con las características dinámicas, la resistencia al calor y la retardancia de llama, es particularmente preferible usar una poliamida metatipo completamente aromática que tiene una unidad de metafenileno isoftalamida como componente principal.

En el caso de una poliamida metatipo completamente aromática que tiene una unidad de metafenileno isoftalamida, es preferible que la unidad de metafenileno isoftalamida ocupe un 90% molar (un 90% de porcentaje molar) o más de todas las unidades repetitivas; es aun más preferible que ocupe un 95% molar o más y es aun más preferible un 100% de porcentaje molar.

{Materias primas para una poliamida metatipo completamente aromática}
(Componente de diamina metatipo aromática)

Los ejemplos de componentes de diamina metatipo aromática que sirven como materias primas para la poliamida metatipo completamente aromática incluyen metafenileno diamina, 3,4'-diaminodifenil éter y 3,4'-diaminodifenilsulfona, así como derivados que tienen en estos anillos aromáticos sustituyentes como halógenos y grupos alquilo C₁₋₃, incluyendo 2,4-toluilendiamina, 2,6-toluilendiamina, 2,4-diaminoclorobenceno, 2,6-diaminoclorobenceno, etc. Entre todos ellos, es preferible usar solo metafenileno diamina o una mezcla de diaminas que contenga metafenileno diamina en una cantidad de un 90% molar o más, preferiblemente un 95% molar o más.

(Componente de ácido dicarboxílico metatipo aromático)

El componente de ácido dicarboxílico metatipo aromático, como materia prima para formar la poliamida metatipo completamente aromática, puede ser un haluro de ácido dicarboxílico metatipo aromático, por ejemplo. Los ejemplos de haluros de ácido dicarboxílico metatipo aromático incluyen los haluros de isoftaloílo como el cloruro de isoftaloílo y el bromuro de isoftaloílo, así como derivados que tienen en estos anillos aromáticos sustituyentes como halógenos y grupos alcoxi C₁₋₃, incluyendo 3-cloroisoftaloílo cloruro, etc. Entre todos ellos, es preferible usar solo cloruro de isoftaloílo o una mezcla de haluros de ácido carboxílico que contenga cloruro de isoftaloílo en una cantidad de un 90% molar o más, preferiblemente un 95% molar o más.

(Componentes de copolímeros)

Los ejemplos de componentes de copolímeros que pueden usarse además del componente de diamina metatipo aromática y el componente de ácido dicarboxílico metatipo aromático previamente mencionados son los siguientes. Los ejemplos de diaminas aromáticas incluyen derivados del benceno como parafenilendiamina, 2,5-diaminoclorobenceno, 2,5-diaminobromobenceno y amino anisidina, 1,5-naftilendiamina, 4,4'-diaminodifenil éter, 4,4'-diaminodifenil cetona, 4,4'-diaminodifenilamina y 4,4'-diaminodifenilmetano. Por otra parte, los ejemplos de componentes de ácido dicarboxílico aromático incluyen cloruro de tereftaloilo, cloruro de ácido 1,4-naftalenodicarboxílico, cloruro de ácido 2,6-naftalenodicarboxílico, cloruro de ácido 4,4'-bifenildicarboxílico y cloruro de ácido 4,4'-difenil éter dicarboxílico.

Cuando las proporciones de copolimerización de estos componentes de copolímeros son demasiado elevadas, es probable que esto provoque una pérdida de las características de la poliamida metatipo completamente aromática. Por lo tanto, es preferible que las proporciones sean cada una de un 10% molar o menos, basándose en los componentes totales de diamina y ácido de la poliamida. Como se ha mencionado previamente, es particularmente preferible usar poliamidas metatipo completamente aromáticas en las que una unidad de metafenileno isoftalamida ocupa un 90% molar (un 90% de porcentaje molar) o más de todas las unidades repetitivas. Entre todas ellas, se prefiere particularmente la polimetafenileno isoftalamida.

[Método para producir poliamida metatipo completamente aromática]

El método para producir una poliamida metatipo completamente aromática no está particularmente limitado. Por ejemplo, puede producirse mediante una polimerización en solución, una polimerización interfacial o similares utilizando un componente de diamina metatipo aromática y un componente de cloruro de ácido dicarboxílico metatipo aromático como materias primas.

Así, el peso molecular de la poliamida metatipo completamente aromática que se usa en la invención no está particularmente limitado siempre y cuando permita que las fibras se formen. Normalmente, a fin de obtener fibras que tengan unas propiedades físicas suficientes, es adecuado un polímero que tiene una viscosidad intrínseca ('VI' o 'IV', por sus siglas en inglés) que se encuentra en un rango o intervalo de entre 1,0 y 3,0, medida en ácido sulfúrico concentrado a una concentración polimérica de 100 mg/100 mL de ácido sulfúrico y a 30° C, y se prefiere particularmente un polímero que tenga una viscosidad intrínseca que se encuentra en un rango o intervalo de entre 1,2 y 2,0.

<Método para producir una fibra de poliamida metatipo completamente aromática>

Usando una poliamida metatipo completamente aromática por medio del método de producción mencionado previamente, se produce la fibra de poliamida metatipo completamente aromática de la presente invención por medio de, por ejemplo, el paso o etapa de preparación de la solución de hilado, el paso de hilado/coagulación, el paso de estiramiento plástico-baño-estiramiento, el paso de lavado, el paso de tratamiento de relajación y el paso de tratamiento térmico que se describen más adelante.

[Paso de preparación de la solución de hilado]

En el paso o etapa de preparación de la solución de hilado, la poliamida metatipo completamente aromática se disuelve en un solvente de amidas, y se añade un absorbente UV para preparar una solución de hilado (solución de polímeros de poliamida metatipo completamente aromática). En la presente invención, es importante añadir un absorbente UV específico a una solución de hilado en el paso de preparación de la solución de hilado. Cuando se forma una fibra a partir de una solución de hilado que contiene el absorbente UV específico, puede eliminarse la elución del absorbente UV durante el proceso de teñido con un portador.

[0078] Normalmente, en la preparación de la solución de hilado se utiliza un solvente de amidas. Los ejemplos de solventes de amidas utilizados incluyen N-metil-2-pirrolidona (NMP), dimetilformamida (DMF) y dimetilacetamida (DMAc). Entre todos ellos, es preferible utilizar NMP o DMAc por cuestiones de solubilidad y seguridad en el manejo.

Como concentración de la solución, puede escogerse una concentración adecuada teniendo en cuenta el ritmo o tasa de coagulación en el posterior paso de hilado/coagulación y la solubilidad del polímero. Por ejemplo, en caso de que el polímero sea polimetafenileno isoftalamida y el solvente sea NMP, normalmente es preferible que la concentración se encuentre en un intervalo de entre un 10 y un 30% en masa.

(Absorbente UV)

El absorbente UV (o absorbente de rayos ultravioleta) que se usa en la presente invención es altamente hidrofóbico y tiene una solubilidad en agua de menos de 0,04 mg/L. Cuando su solubilidad en agua es de 0,04 mg/L o más, el absorbente UV se eluye durante el proceso de teñido con un portador, lo que da como resultado una menor resistencia a la luz después del proceso de teñido; por lo tanto, esto no es deseable.

Además, es preferible que el absorbente UV que se usa en la presente invención sea un compuesto que protege eficazmente contra la luz de cerca de 360 nm, que es la longitud de onda característica de la

fotodegradación de las poliamidas metatipo completamente aromáticas, y casi no tiene ninguna absorción en la región visible.

Por lo tanto, el absorbente UV que se usa en la presente invención es un benzotriazol específico sustituido que se selecciona de un grupo que consiste de:

2-(2H-benzotriazol-2-il)-4,6-di-tert-pentilfenol,
2-[5-cloro(2H)-benzotriazol-2-il]-4-metil-6-(tert-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, se prefiere particularmente el 2-[2H-benzotriazol-2-il]-4-6-bis(1-metil-1-feniletil)fenol debido a su alta hidrofobia y a su baja absorción en la región visible.

Preferiblemente, la cantidad de absorbente UV contenida en la fibra de poliamida metatipo completamente aromática se encuentra en un rango de entre un 3,0% en masa o más y un 6,5% en masa o menos, más preferiblemente, en un rango de entre un 4,5% en masa o más y un 6,5% en masa o menos, basándose en la masa total de la fibra de poliamida metatipo completamente aromática. En caso de que la cantidad sea inferior a un 3,0% en masa, el efecto de resistencia a la luz no es suficiente; por lo tanto, esto no es deseable. En caso de que la cantidad sea superior a un 6,5% en masa, las propiedades físicas de la fibra básica pura resultante van degenerando; por lo tanto, esto no es deseable.

El método para mezclar una poliamida metatipo completamente aromática y un absorbente UV no está particularmente limitado y puede ser un método en el que el absorbente UV se mezcla con un solvente y se disuelve en él y, después, se añade una solución de poliamida metatipo completamente aromática, o un método en el que el absorbente UV se disuelve en una solución de poliamida metatipo completamente aromática, o similares. La solución de hilado así obtenida se transforma en una fibra en el siguiente paso.

[Paso de hilado/coagulación]

En el paso o etapa de hilado/coagulación, la solución de hilado que se ha obtenido previamente (solución de polímeros de poliamida metatipo completamente aromática) se extrude en un líquido de coagulación y se coagula.

El equipo de hilado no está particularmente limitado y puede ser un equipo de hilado en húmedo conocido y convencional. Además, siempre y cuando se pueda llevar a cabo un proceso estable de hilado en húmedo, no es necesario limitar el número o la disposición de los orificios de hilado de una hilera, la forma de los orificios, etc. Por ejemplo, para las fibras básicas es posible usar una hilera con múltiples orificios en la que el número de orificios es de entre 500 y 30 000 y el diámetro del orificio de hilado es de entre 0,05 y 0,2 mm, etc.

Además, respecto a la temperatura de la solución de hilado (solución de polímeros de poliamida metatipo completamente aromática) cuando esta se extrude por una hilera, es adecuado un intervalo de entre 10 y 90° C.

En el caso de un baño de coagulación utilizado para obtener la fibra de la invención, se usa una solución acuosa -libre de sales inorgánicas- de un solvente de amidas, como N-metil-2-pirrolidona (NMP), con una concentración de entre un 45 y un 60% en masa, y de manera que la temperatura del líquido de baño es de entre 10 y 35° C. Una concentración del solvente de amidas que sea inferior a un 45% en masa da lugar a una estructura con una superficie gruesa. Como resultado de ello, disminuye la eficacia de lavado del paso de lavado, lo que hace difícil proporcionar una fibra anterior al proceso de teñido (fibra pura) con un contenido de solvente residual de un 0,1% en masa o menos. Además, en caso de que la concentración del solvente de amidas sea superior a un 60% en masa, no puede obtenerse una coagulación que sea uniforme incluso dentro de una fibra. Esto hace difícil proporcionar una fibra anterior al proceso de teñido (fibra pura) con un contenido de solvente residual de un 0,1% en masa o menos y también conlleva una resistencia al ácido insuficiente. En este sentido, respecto al tiempo de inmersión de la fibra en el baño de coagulación, es adecuado un rango o intervalo de entre 0,1 y 30 segundos.

En la presente invención, cuando los componentes o condiciones del baño de coagulación se seleccionan como se ha explicado previamente, la 'piel' o superficie que se forma en la superficie de la fibra es delgada y la estructura es uniforme incluso en el interior de la fibra. Como resultado de ello, la afinidad de tinción puede mejorarse aun más. Además, la fibra obtenida puede proporcionarse con una extensión en el momento de rotura mejorada, y también con una conservación de solidez o fortaleza mejorada, en su forma de fibra teñida después de una prueba de resistencia a la luz (resistencia a la luz).

(Paso de estiramiento 'plástico-estiramiento-baño']

En un paso o etapa de estiramiento 'plástico-estiramiento-baño', mientras la fibra obtenida mediante coagulación en el baño de coagulación es todavía de plástico, la fibra se somete a un tratamiento de estiramiento en un baño de estiramiento plástico.

El líquido del baño de estiramiento plástico no está particularmente limitado y puede ser un líquido

convencional y conocido.

Para obtener la fibra de la presente invención, es necesario que el coeficiente de estiramiento en el baño de estiramiento plástico sea de entre 3,5 y 5,0, y, más preferiblemente, de entre 3,7 y 4,5. En caso de que el coeficiente o ratio de estiramiento en el baño de estiramiento plástico sea inferior a 3,5, el hilo coagulado no está lo suficientemente desolvatado, lo que hace difícil proporcionar una fibra anterior al proceso de teñido (fibra pura) con un contenido de solvente residual de un 0,1% en masa o menos. Además, la fibra anterior al proceso de teñido (fibra pura) no está lo suficientemente orientada, lo que da como resultado una resistencia a la rotura insuficiente, de manera que resulta difícil manejar esta fibra en un paso o etapa de procesamiento como el paso del hilado. Por otra parte, en caso de que el coeficiente de estiramiento sea superior a 5,0, se produce la rotura o la quiebra de los hilos sencillos o individuales, lo que provoca una reducción de la estabilidad de producción. Además, aumenta el índice de orientación Raman de la fibra anterior al proceso de teñido (fibra pura), lo que provoca una menor afinidad de tintura.

Es preferible que la temperatura del baño de estiramiento plástico se encuentre en un rango de entre 10 y 90° C. Preferiblemente, una temperatura en un rango de entre 20 y 90° C propicia una condiciones adecuadas para el proceso.

[Paso de lavado]

En el paso o etapa de lavado, se lava a fondo la fibra que se ha estirado en el baño de estiramiento plástico. El proceso de lavado afecta a la calidad de la fibra resultante y, por ello, preferiblemente se realiza en diversas fases. Más particularmente, en el paso de lavado la temperatura del baño de lavado y la concentración del solvente de amidas del líquido del baño de lavado afectan a las condiciones para extraer el solvente de amidas de una fibra y también a las condiciones para introducir agua del baño de lavado en una fibra. Por lo tanto, también con el objetivo de optimizar estas condiciones, es preferible que el paso o etapa de lavado se realice en diversas fases a fin de controlar las condiciones de temperatura y las condiciones de la concentración del solvente de amidas.

Las condiciones de temperatura y las condiciones de la concentración del solvente de amidas no están particularmente limitadas siempre y cuando la fibra que se obtenga finalmente pueda proporcionarse con una calidad satisfactoria. Sin embargo, cuando la temperatura del primer baño de lavado es tan elevada como 60° C o más, el agua penetra rápidamente en la fibra, de manera que se forman grandes vacíos en la fibra, lo que provoca un empeoramiento de la calidad. Por lo tanto, es preferible que la temperatura del primer baño de lavado sea de 30° C o menos.

La presencia de solvente residual en la fibra no es deseable desde el punto de vista de la seguridad ambiental en el procesamiento o tratamiento de un producto en el que se usa dicha fibra o en el uso de un producto que se forma usando dicha fibra. Por lo tanto, la cantidad de solvente contenido en la fibra de la presente invención es de un 0,1% en masa o menos y, preferiblemente, es de un 0,08% en masa o menos.

[Paso de tratamiento térmico en seco]

En el paso o etapa del tratamiento térmico en seco, la fibra que ha sido sometida al paso de lavado se seca y se trata con calor. El método del tratamiento térmico en seco no está particularmente limitado y puede ser un método que utiliza un rodillo caliente, una placa caliente o similares, por ejemplo. Finalmente, mediante el tratamiento térmico en seco puede obtenerse la fibra de poliamida metatipo completamente aromática de la presente invención.

Para obtener la fibra de la presente invención, es necesario que la temperatura del tratamiento térmico en el paso o etapa del tratamiento térmico en seco se encuentre en un rango o intervalo de entre 260 y 330° C y, más preferiblemente, de entre 270 y 310° C. En caso de que la temperatura del tratamiento térmico sea inferior a 260° C, la cristalinidad de la fibra será insuficiente. Una fibra así tiene un alto grado de reducción o 'contraimiento' y, por lo tanto, será difícil manejarla en la etapa de tintura. Por otra parte, si la temperatura es superior a 330° C, la cristalinidad de la fibra es tan elevada que la afinidad de tintura disminuye de forma significativa, lo que hace difícil proporcionar una fibra teñida que tenga un grado de agotamiento de tintura de un 90% o más. Además, una temperatura de tratamiento térmico en seco que se encuentra en un intervalo de entre 260 y 330° C contribuye a mejorar la resistencia a la rotura de la fibra resultante.

<Tratamiento de Teñido>

Para el tratamiento de teñido de la fibra de poliamida metatipo completamente aromática de la presente invención se pueden utilizar instalaciones ya existentes para el teñido de fibras sintéticas. En este sentido, el tinte o colorante usado para el tratamiento de teñido no está particularmente limitado, pero es preferible usar un tinte catiónico que penetra fácilmente en la densa estructura y permite un alto grado de agotamiento de tintura.

Además, para teñir la fibra de poliamida metatipo completamente aromática de la presente invención es necesario usar un vehículo o portador, que es un ayudante de tintura. En caso de que no se use el portador, el tinte

o colorante no puede penetrar por completo en la densa estructura de la fibra, lo que provoca un menor grado de agotamiento de tintura; por lo tanto, esto no es deseable.

[Ejemplos]

5 A continuación, la presente invención se describirá de forma más detallada mediante ejemplos, etc. Sin embargo, la presente invención no está limitada por estos ejemplos, etc.

<Método de medición>

10 Los valores de las propiedades físicas de los ejemplos y los ejemplos comparativos se midieron usando los siguientes métodos.

15 (1) Viscosidad intrínseca ('IV')

Un polímero de poliamida aromática se aisló de una solución de polímeros, se secó y después se sometió a un proceso de medición en ácido sulfúrico concentrado a una concentración polimérica de 100 mg/100 mL de ácido sulfúrico y a 30° C.

20 (2) Finura o delgadez

De acuerdo con JIS L1015, la finura o delgadez se midió mediante el Método A de finura basado en la masa corregida y se expresó por medio de la finura aparente.

25 (3) Resistencia a la rotura y extensión en el momento de rotura de la fibra anterior al proceso de teñido (Fibra pura)

La medición se realizó de acuerdo con JIS L1015 utilizando un Modelo 5565, fabricado por Instron, en las siguientes condiciones.

30 (Condiciones de medición)

Distancia de agarre: 20 mm
Carga inicial: 0,044 cN (1/20 g) / dtex
Velocidad o índice de tracción: 20 mm/min

35 (4) Contenido de solvente residual de una fibra anterior al teñido (Fibra pura o sin tratar)

40 Se recogieron alrededor de 8,0 g de fibra anterior al proceso de teñido (fibra pura), se secaron a 105° C durante 120 minutos y, posteriormente, se dejaron enfriar en un desecador y se midió la masa de la fibra (M1). Después, la fibra (fibra pura) se sometió a una extracción de reflujo en metanol durante 1,5 horas utilizando un extractor Soxhlet para extraer el solvente de amidas contenido en la fibra. Tras la extracción, se retiró la fibra, se secó al vacío a 150° C durante 60 minutos y después se enfrió en un desecador y se midió la masa de la fibra (M2). Utilizando los valores M1 y M2 obtenidos, se calculó la cantidad de solvente residual presente en la fibra (la masa del solvente de amidas) N (%) mediante la siguiente ecuación.

45 [Ecuación 7]

$$N (\%) = [(M1 - M2) / M1] \times 100$$

50 (5) Índice de orientación Raman

55 Una fibra anterior al proceso de teñido (fibra pura) se colocó en un portamuestras y se realizaron las mediciones utilizando un único microespectrómetro láser de Raman (fabricado por Jobin-Yvon, modelo T64000) con las siguientes condiciones: un láser de estado sólido ($\lambda = 785 \text{ nm}$), potencia de salida: 76 mW. El 'índice de orientación Raman' se calculó mediante la siguiente ecuación utilizando la anisotropía de polarización máxima cerca de un número de onda de desplazamiento de Raman de $1\,000 \text{ cm}^{-1}$, que es el valor propio o valor característico de la poliamida metatipo completamente aromática.

60 [Ecuación 8]

$$\text{Índice de orientación Raman} = [\text{XX Intensidad Raman} / \text{YY Intensidad Raman}]$$

65 (En la ecuación, XX indica que el plano de polarización del suceso y el plano de polarización de detección son paralelos al eje de la fibra; YY indica que el plano de polarización del suceso y el plano de polarización de detección son perpendiculares al eje de la fibra).

(6) Cristalinidad

La cristalinidad se convirtió a partir del perfil de una fibra anterior al proceso de teñido (fibra pura), en forma de un haz con un diámetro de alrededor de 1 mm, y se midió utilizando un equipo de difracción de rayos X (nombre comercial: RIKAGU RINT TTR III) con las siguientes condiciones.

(Condiciones de medición)

Fuente de rayos X: línea de Cu-K α
 Tabla de muestras de fibra: rotación a 50 r.p.m.
 Escaneo 2 θ : entre 5 y 50°
 Medición continua: 0,1°
 Medición de anchura: escaneo a 1°/min

Más específicamente, la dispersión del aire y la dispersión incoherente del perfil de difracción medido se corrigieron mediante aproximación lineal para obtener el perfil total de intensidad de dispersión. El perfil del hilo sin secar de una fibra amorfa de poliamida metatipo completamente aromática se ajustó mediante una estimación visual a la intensidad total de dispersión obtenida, y se interpretó que la diferencia era la intensidad de dispersión cristalina. La cristalinidad se calculó mediante la siguiente ecuación utilizando las áreas de la intensidad de dispersión cristalina y la intensidad de dispersión total (valor integrado).

[Ecuación 9]

Cristalinidad (%) = [área de la intensidad de dispersión cristalina / área de la intensidad de dispersión total] x 100

(7) Grado de agotamiento de tintura de una fibra teñida

Al líquido de tintura residual que se había utilizado para teñir la fibra básica sin teñir (fibra pura) se le añadió su mismo volumen de diclorometano para extraer el tinte residual. Posteriormente, se midió la absorbancia del extracto en unas longitudes de onda de 670 nm, 540 nm y 530 nm, y se calculó la concentración de tinte del extracto en cada longitud de onda a partir de curvas de calibración para cada una de las tres longitudes de onda previamente mencionadas y que se habían preparado previamente utilizando una solución de diclorometano que tenía una concentración de tinte conocida. El promedio de las concentraciones en las tres longitudes de onda previamente mencionadas se tomó como la concentración de tinte del extracto (C). Un valor obtenido mediante la siguiente ecuación utilizando la concentración del tinte antes del proceso de teñido (Co) se definió como el grado o nivel de agotamiento de tintura (U).

[Ecuación 10]

Grado de agotamiento de tintura (U) = [(Co - C) / Co] x 100

En este sentido, para calcular el 'grado de agotamiento de tintura' se realizó un 'proceso de teñido' mediante el siguiente método de teñido o método de tintura.

(Método de teñido)

Se preparó un líquido de tintura (o líquido de teñido) que contenía un 6% 'owf' ('en peso de tejido', equivalente a 'on weight of fabric', en inglés) de un tinte, tintura o colorante catiónico (fabricado por Nippon Kayaku; nombre comercial: Kayacril Blue (Azul) GSL-ED (B-54)), 0,3 mL/L de ácido acético, 20 g/L de nitrato de sodio, 70 g/L de alcohol bencílico como agente portador y 0,5 g/L de ayudante de tintura (fabricado por Meisei Chemical Works; nombre comercial: DISPER TL) como dispersante.

Posteriormente, se realizó un tratamiento de teñido (o tratamiento de tintura) a 120° C durante 60 minutos con una proporción o ratio de baño de 1:40 entre una fibra básica pura y el líquido de tintura. Tras el tratamiento de teñido, se realizó una limpieza de reducción a 80° C durante 20 minutos con una proporción de baño de 1:20 usando un líquido de tratamiento que contenía 2,0 g/L de hidrosulfito, 2,0 g/L de AMILADIN D (fabricado por Dai-ichi Kogyo Seiyaku; nombre comercial: AMILADIN D) y 1,0 g/L de hidróxido de sodio. Después, la fibra básica se lavó con agua y se secó para obtener una fibra básica pura teñida.

(8) Conservación de solidez de una fibra teñida después de su inmersión en una solución acuosa de ácido sulfúrico (Resistencia al ácido)

Se colocó una solución acuosa de ácido sulfúrico de un 20% en masa en un matraz separable y se sumergió en ella una fibra teñida que se tiñó usando el mismo método que el método de tintura utilizado para calcular el 'grado de agotamiento de tintura' que se ha mencionado previamente. Después, el matraz separable se sumergió en un baño de agua con una temperatura constante, y la temperatura se mantuvo a 50° C. La inmersión

continuó durante 150 horas. Usando el mismo método que el método utilizado para medir la resistencia a la rotura de una fibra anterior al proceso de teñido (fibra pura) mencionado previamente, la resistencia a la rotura de la fibra teñida se midió antes y después de la inmersión para determinar la conservación de solidez de la fibra teñida después de la inmersión.

5

(9) Conservación de resistencia a la luz después de un proceso de teñido con un portador

Para evaluar la resistencia a la luz, se determinó la resistencia a la decoloración y a la pérdida de color (ΔE^*) provocadas por la luz utilizando una fibra básica irradiada con luz que había sido irradiada en un 'fade-meter' (o medidor de desvanecimiento o decoloración) con un arco de carbono a 63° C durante 24 horas y una fibra básica no irradiada. La resistencia a la decoloración y a la pérdida de color (ΔE^*) provocadas por la luz se calculó del siguiente modo: primero, se midió la reflectancia difusa usando un iluminante D65 y un observador a -10°, y, después, se calculó un valor L^* del índice de luminosidad y unos valores a^* y b^* de los índices de cromaticidad usando los procedimientos habituales. Usando los valores obtenidos, se realizó un cálculo de acuerdo con JIS Z-8730 por medio de la siguiente ecuación.

10

15

[Ecuación 11]

$$\Delta E^* = ((\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2)^{1/2}$$

20

La 'conservación de la resistencia a la luz' es un valor que se calcula mediante la siguiente ecuación usando la resistencia a la decoloración y la pérdida de color (ΔE^*), provocadas por la luz, de una fibra básica antes y después del proceso de teñido.

25

[Ecuación 12]

Conservación de resistencia a la luz (%) = $100 - [(\Delta E^*$ después del proceso de teñido - ΔE^* antes del proceso de teñido) / ΔE^* antes del proceso de teñido] x 100

30

En este sentido, en la evaluación de la conservación de la resistencia a la luz, el 'teñido' o 'proceso de teñido' se realizó utilizando el siguiente método sin usar un tinte o colorante.

(Método para teñir una fibra a fin de realizar mediciones sobre la conservación de la resistencia a la luz)

35

Sin usar ningún tinte, tintura o colorante, se preparó un líquido de tintura que contenía 0,3 mL/L de ácido acético, 20 g/L de nitrato de sodio, 70 g/L de alcohol bencílico como agente portador y 0,5 g/L de ayudante de tintura (fabricado por Meisei Chemical Works; nombre comercial: DISPER TL) como dispersante.

40

Posteriormente, se realizó un tratamiento de teñido (o tratamiento de tintura) a 120° C durante 60 minutos con una proporción o ratio de baño de 1:40 entre una fibra básica pura y el líquido de tintura. Tras el tratamiento de teñido, se realizó una limpieza de reducción a 80° C durante 20 minutos con una proporción de baño de 1:20 usando un líquido de tratamiento que contenía 2,0 g/L de hidrosulfito, 2,0 g/L de AMILADIN D (fabricado por Dai-ichi Kogyo Seiyaku; nombre comercial: AMILADIN D) y 1,0 g/L de hidróxido de sodio. Después, la fibra básica se lavó con agua y se secó para obtener una fibra teñida básica pura.

45

(10) Conservación de solidez de una fibra teñida después de una prueba de resistencia a la luz (Resistencia a la luz))

Una fibra teñida que se tiñó usando el mismo método que el método de tintura utilizado para calcular el 'grado de agotamiento de tintura' que se ha mencionado previamente se enrolló alrededor de un portador o recipiente y se irradió en un 'fade-meter' con un arco de xenón a 63° C durante 40 horas. Usando el mismo método que el método utilizado para medir la resistencia a la rotura de una fibra anterior al proceso de teñido (fibra pura) mencionado previamente, la resistencia a la rotura de la fibra irradiada con luz y la de la fibra sin irradiar se midieron para determinar la conservación de solidez de la fibra teñida después de la irradiación lumínica.

55

<Ejemplo 1>

[Paso de preparación de la solución de hilado]

20,0 partes por masa de un polvo de polimetafenileno isoftalamida que tenía una viscosidad intrínseca (I.V.) de 1,9 producido mediante polimerización interfacial de acuerdo con el método descrito en JP-B-47-10863 se suspendieron en 80,0 partes por masa de N-metil-2-pirrolidona (NMP) enfriada a -10° C, formando así un 'slurry' o lechada. Posteriormente, la suspensión se calentó hasta 60° C para formar una disolución y obtener una solución de polímeros transparente.

65

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 un 1,0% en masa en relación con el polímero se mezcló con la solución de polímeros y se disolvió en

ella, y se desgasificó, en unas condiciones con una presión reducida, para obtener una solución de hilado (fluido de hilado).

[Paso de hilado/coagulación]

5 El fluido de hilado se descargó y se hiló o tejió desde una hilera (diámetro de los orificios: 0,07 mm; número de orificios: 500) a un baño de coagulación con una temperatura de 30° C. La composición del líquido de coagulación era la siguiente: agua/NMP = 45/55 (partes por masa). La descarga y el hilado en el baño de coagulación se realizó de tal manera que la velocidad del hilo era de 7 m/min.

10 [Paso de estiramiento 'plástico-estiramiento-baño']

Posteriormente, se realizó el estiramiento con un coeficiente de estiramiento de 3,7 en un baño de estiramiento plástico a una temperatura de 40° C que tenía la siguiente composición: agua/NMP = 45/55.

15 [Paso de lavado]

Después del estiramiento, se realizó un lavado en un baño a 20° C y agua/NMP = 70/30 (distancia de la inmersión: 1,8 m) y después en un baño de agua a 20° C (distancia de la inmersión: 3,6 m); después, se realizó un lavado a fondo mediante un baño de agua caliente a 60° C (distancia de la inmersión: 5,4 m).

[Paso de tratamiento térmico en seco]

Después del lavado, la fibra se sometió a un tratamiento térmico en seco usando un rodillo caliente que tenía una temperatura superficial de 280° C para obtener una fibra de aramida metatipo completamente aromática.

[Propiedades físicas de la fibra anterior al proceso de teñido (Fibra pura)]

Las propiedades físicas de la fibra obtenida antes de realizar el proceso de teñido (fibra pura) fueron las siguientes: finura o delgadez; 1,7 dtex; resistencia a la rotura: 2,9 cN/dtex; extensión en el momento de rotura: 52,0%; contenido de solvente residual: 0,08% en masa. Así, se registraron excelentes características dinámicas. La Tabla 1 muestra las características físicas de la fibra obtenida anterior al proceso de teñido (fibra pura) junto con los resultados del análisis estructural.

35 [Paso de crimpado y corte]

La fibra obtenida se 'crimpó' a través de una crimpadora y después se cortó con una cortadora en fibras básicas de 51 mm para obtener una fibra básica pura.

40 [Paso de teñido 1]

Se preparó un líquido de tintura (o líquido de teñido) que contenía un 6% 'owf' ('en peso de tejido', equivalente a 'on weight of fabric', en inglés) de un tinte, tintura o colorante catiónico (fabricado por Nippon Kayaku; nombre comercial: Kayacril Blue (Azul) GSL-ED (B-54)), 0,3 mL/L de ácido acético, 20 g/L de nitrato de sodio, 70 g/L de alcohol bencílico como agente portador y 0,5 g/L de ayudante de tintura (fabricado por Meisei Chemical Works; nombre comercial: DISPER TL) como dispersante.

La fibra básica pura que se obtuvo se sometió a un tratamiento de teñido (o tratamiento de tintura) a 120° C durante 60 minutos con una proporción o ratio de baño de 1:40 entre la fibra básica pura y el líquido de tintura. Tras el tratamiento de teñido, se realizó una limpieza de reducción a 80° C durante 20 minutos con una proporción de baño de 1:20 usando un líquido de tratamiento que contenía 2,0 g/L de hidrosulfito, 2,0 g/L de AMILADIN D (fabricado por Dai-ichi Kogyo Seiyaku; nombre comercial: AMILADIN D) y 1,0 g/L de hidróxido de sodio. Después, la fibra básica se lavó con agua y se secó para obtener una fibra básica teñida.

55 [Propiedades físicas de la fibra básica teñida, etc.]

El grado de agotamiento de tintura de la fibra básica teñida fue de un 91,2%, lo que demostró una excelente afinidad de tintura. Además, la resistencia a la rotura de la fibra básica teñida fue de 2,9 cN/dtex y la resistencia a la rotura de la fibra básica teñida -tras una prueba de resistencia al ácido- fue de 1,8 cN/dtex. Así, la conservación de solidez o fortaleza tras la inmersión en una solución acuosa de ácido sulfúrico (después de una prueba de resistencia al ácido) fue de un 62%, lo que demostró una excelente resistencia al ácido. Además, la conservación de solidez tras una prueba de resistencia a la luz fue de un 80%. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

65 [Paso de teñido 2]

Sin usar ningún tinte, tintura o colorante, se preparó un líquido de tintura que contenía 0,3 mL/L de ácido

acético, 20 g/L de nitrato de sodio, 70 g/L de alcohol bencílico como agente portador y 0,5 g/L de ayudante de tintura (fabricado por Meisei Chemical Works; nombre comercial: DISPER TL) como dispersante.

La fibra básica pura que se obtuvo fue sometida a un tratamiento de teñido (o tratamiento de tintura) a 120° C durante 60 minutos con una proporción o ratio de baño de 1:40 entre la fibra básica pura y el líquido de tintura. Tras el tratamiento de teñido, se realizó una limpieza de reducción a 80° C durante 20 minutos con una proporción de baño de 1:20 usando un líquido de tratamiento que contenía 2,0 g/L de hidrosulfito, 2,0 g/L de AMILADIN D (fabricado por Dai-ichi Kogyo Seiyaku; nombre comercial: AMILADIN D) y 1,0 g/L de hidróxido de sodio. Después, la fibra básica se lavó con agua y se secó para obtener una fibra teñida básica.

[Conservación de resistencia a la luz]

La conservación de resistencia a la luz de la fibra básica pura que se obtuvo -tras el proceso de teñido con un portador- fue de un 95%. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

<Ejemplo 2>

[Paso de preparación de la solución de hilado]

854,8 partes de N-metil-2-pirrolidona (de aquí en adelante se abreviará como NMP) se colocaron en un reactor equipado con un equipo de agitación (o equipo de remoción) y una entrada para materias primas, y 83,4 partes de metafenileno diamina (de aquí en adelante se abreviará como MPDA) se disolvieron en esta NMP. Además, 156,9 partes de cloruro de isoftaloilo (de aquí en adelante se abreviará como IPC) se añadieron lentamente a la solución -junto con un movimiento de remoción- para provocar una reacción. Después de que el movimiento de remoción continuara durante 40 minutos más a partir del comienzo de la reacción, se añadieron 57,1 partes de polvo de hidróxido de calcio y se siguió removiendo durante 40 minutos; después, se finalizó la reacción. La solución de polimerización se extrajo del reactor. Como resultado de ello, se comprobó que la solución de polimerización era transparente y tenía una concentración polimérica de un 16%.

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 un 3,0% en masa en relación con el polímero se mezcló con la solución de polímeros y se disolvió en ella, y se desgasificó, en unas condiciones con una presión reducida, para obtener una solución de hilado (fluido de hilado).

[Paso de hilado/coagulación; paso de estiramiento 'plástico-estiramiento-baño'; paso de lavado; paso de tratamiento térmico en seco]

Se obtuvo una fibra de polimetafenileno isoftalamida del mismo modo que en el Ejemplo 1, con la salvedad de que la solución de polimerización obtenida se usó como fluido de hilado puro, el coeficiente de estiramiento en el baño de estiramiento plástico era de 3,7 y la temperatura superficial en el paso de tratamiento térmico en seco era de 310° C.

[Propiedades físicas de la fibra anterior al proceso de teñido (Fibra pura)]

Las propiedades físicas de la fibra obtenida fueron las siguientes: finura o delgadez; 1,7 dtex; resistencia a la rotura: 2,7 cN/dtex; extensión en el momento de rotura: 50,0%; contenido de solvente residual: 0,08% en masa. La Tabla 1 muestra las propiedades físicas de la fibra obtenida, así como los resultados del análisis estructural.

[Paso de crimpado y corte]

La fibra obtenida se 'crimpó' y cortó de la misma manera que en el Ejemplo 1.

[Paso de teñido 1]

La fibra básica pura obtenida se sometió al paso de teñido 1 del mismo modo que en el Ejemplo 1.

[Propiedades físicas de la fibra básica teñida, etc.]

El grado de agotamiento de tintura fue de un 92,4%, lo que demostró una excelente afinidad de tintura. Además, la resistencia a la rotura de la fibra básica teñida fue de 2,7 cN/dtex y la resistencia a la rotura de la fibra básica teñida -tras una prueba de resistencia al ácido- fue de 2,3 cN/dtex. Así, la conservación de solidez o fortaleza tras la inmersión en una solución acuosa de ácido sulfúrico (después de una prueba de resistencia al ácido) fue de un 67%, lo que demostró una excelente resistencia al ácido. Además, la conservación de solidez tras una prueba de resistencia a la luz fue de un 85%. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

[Paso de teñido 2]

ES 2 640 918 T3

La fibra básica pura obtenida se sometió al paso de teñido 2 del mismo modo que en el Ejemplo 1.

[Conservación de resistencia a la luz]

5 La conservación de resistencia a la luz de la fibra básica pura obtenida, después del proceso de teñido con un portador, fue de un 89%. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

<Ejemplo 3>

10 [Producción de una fibra antes del proceso de teñido (Fibra pura)]

Se obtuvo una fibra de polimetafenileno isoftalamida de la misma manera que en el Ejemplo 2, con la salvedad de que la cantidad de 2-[2H-benzotriazol-2-il]-4-6-bis(1-metil-1-feniletíl)fenol (solubilidad en agua: 0,01 mg/L) que se añadió fue de un 5,0% en masa en relación con el polímero.

15 [Propiedades físicas de la fibra anterior al proceso de teñido (Fibra pura)]

Las propiedades físicas de la fibra obtenida fueron las siguientes: finura o delgadez; 1,7 dtex; resistencia a la rotura: 2,6 cN/dtex; extensión en el momento de rotura: 47,8%; contenido de solvente residual: 0,07% en masa. La Tabla 1 muestra las propiedades físicas de la fibra obtenida, así como los resultados del análisis estructural.

[Paso de crimpado y corte]

25 La fibra obtenida se 'crimpó' y cortó de la misma manera que en el Ejemplo 1.

[Paso de teñido 1]

La fibra obtenida se sometió al paso de teñido del mismo modo que en el Ejemplo 1.

30 [Propiedades físicas de la fibra básica teñida, etc.]

El grado de agotamiento de tintura fue de un 91,0%, lo que demostró una excelente afinidad de tintura. Además, la resistencia a la rotura de la fibra básica teñida fue de 2,6 cN/dtex y la resistencia a la rotura de la fibra básica teñida -tras una prueba de resistencia al ácido- fue de 1,9 cN/dtex. Así, la conservación de solidez o fortaleza tras la inmersión en una solución acuosa de ácido sulfúrico (después de una prueba de resistencia al ácido) fue de un 73%, lo que demostró una excelente resistencia al ácido. Además, la conservación de solidez tras una prueba de resistencia a la luz fue de un 89%. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

40 [Paso de teñido 2]

La fibra básica pura que se obtuvo se sometió al paso de teñido 2 de la misma manera que en el Ejemplo 1.

[Conservación de resistencia a la luz]

45 La conservación de resistencia a la luz de la fibra básica pura obtenida, después del proceso de teñido con un portador, fue de un 91%. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

<Ejemplo 4>

50 [Producción de una fibra antes del proceso de teñido (Fibra pura)]

Se obtuvo una fibra de polimetafenileno isoftalamida de la misma manera que en el Ejemplo 2, con la salvedad de que la cantidad de 2-[2H-benzotriazol-2-il]-4-6-bis(1-metil-1-feniletíl)fenol (solubilidad en agua: 0,01 mg/L) que se añadió fue de un 6,5% en masa en relación con el polímero.

55 [Propiedades físicas de la fibra anterior al proceso de teñido (Fibra pura)]

Las propiedades físicas de la fibra obtenida fueron las siguientes: finura o delgadez; 1,7 dtex; resistencia a la rotura: 2,5 cN/dtex; extensión en el momento de rotura: 44,3%; contenido de solvente residual: 0,08% en masa. La Tabla 1 muestra las propiedades físicas de la fibra obtenida, así como los resultados del análisis estructural.

[Paso de crimpado y corte]

65 La fibra obtenida se 'crimpó' y se cortó de la misma manera que en el Ejemplo 1.

[Paso de teñido 1]

La fibra obtenida se sometió al paso de teñido del mismo modo que en el Ejemplo 1.

[Propiedades físicas de la fibra básica teñida, etc.]

5 El grado de agotamiento de tintura fue de un 91,5%, lo que demostró una excelente afinidad de tintura. Además, la resistencia a la rotura de la fibra básica teñida fue de 2,5 cN/dtex y la resistencia a la rotura de la fibra básica teñida -tras una prueba de resistencia al ácido- fue de 1,8 cN/dtex. Así, la conservación de solidez o fortaleza tras la inmersión en una solución acuosa de ácido sulfúrico (después de una prueba de resistencia al ácido) fue de un 72%, lo que demostró una excelente resistencia al ácido. Además, la conservación de solidez tras una prueba de resistencia a la luz fue de un 90%. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

[Paso de teñido 2]

15 La fibra básica pura que se obtuvo se sometió al paso de teñido 2 de la misma manera que en el Ejemplo 1.

[Conservación de resistencia a la luz]

20 La conservación de resistencia a la luz de la fibra básica pura obtenida, después del proceso de teñido con un portador, fue de un 93%. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

<Ejemplo 5>

[Producción de una fibra antes del proceso de teñido (Fibra pura)]

25 Se obtuvo una fibra de polimetafenileno isoftalamida de la misma manera que en el Ejemplo 2, con la salvedad de que la cantidad de 2-[2H-benzotriazol-2-il]-4-6-bis(1-metil-1-feniletil)fenol (solubilidad en agua: 0,01 mg/L) que se añadió fue de un 8,0% en masa en relación con el polímero.

30 [Propiedades físicas de la fibra anterior al proceso de teñido (Fibra pura)]

Las propiedades físicas de la fibra obtenida fueron las siguientes: finura o delgadez; 1,7 dtex; resistencia a la rotura: 2,3 cN/dtex; extensión en el momento de rotura: 33,1%; contenido de solvente residual: 0,08% en masa. La Tabla 1 muestra las propiedades físicas de la fibra obtenida, así como los resultados del análisis estructural.

35 [Paso de crimpado y corte]

La fibra obtenida se 'crimpó' y se cortó de la misma manera que en el Ejemplo 1.

[Paso de teñido 1]

40 La fibra obtenida se sometió al paso de teñido del mismo modo que en el Ejemplo 1.

[Propiedades físicas de la fibra básica teñida, etc.]

45 El grado de agotamiento de tintura fue de un 93,4%, lo que demostró una excelente afinidad de tintura. Además, la resistencia a la rotura de la fibra básica teñida fue de 2,3 cN/dtex y la resistencia a la rotura de la fibra básica teñida -tras una prueba de resistencia al ácido- fue de 1,5 cN/dtex. Así, la conservación de solidez o fortaleza tras la inmersión en una solución acuosa de ácido sulfúrico (después de una prueba de resistencia al ácido) fue de un 65%, lo que demostró una excelente resistencia al ácido. Además, la conservación de solidez tras una prueba de resistencia a la luz fue de un 91%. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

[Paso de teñido 2]

55 La fibra básica pura que se obtuvo se sometió al paso de teñido 2 de la misma manera que en el Ejemplo 1.

[Conservación de resistencia a la luz]

60 La conservación de resistencia a la luz de la fibra básica pura obtenida, después del proceso de teñido con un portador, fue de un 95%. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

<Ejemplo comparativo 1>

65 Se obtuvo una fibra de polimetafenileno isoftalamida de la misma manera que en el Ejemplo 2, con la salvedad de que el metil-3-(3-(2H-benzotriazol-2-il)-5-t-butil-4-hidroxifenil)propionato (solubilidad en agua: 0,05 mg/L), que tiene una gran hidrofobia, se usó como absorbente UV.

[Propiedades físicas de la fibra anterior al proceso de teñido (Fibra pura)]

Las propiedades físicas de la fibra obtenida fueron las siguientes: finura o delgadez; 1,7 dtex; resistencia a la rotura: 2,9 cN/dtex; extensión en el momento de rotura: 49,8%; contenido de solvente residual: 0,10% en masa. La Tabla 1 muestra las propiedades físicas de la fibra obtenida, así como los resultados del análisis estructural.

[Paso de crimpado y corte]

La fibra obtenida se 'crimpó' y se cortó de la misma manera que en el Ejemplo 1.

[Paso de teñido 1]

La fibra básica pura obtenida se sometió al paso de teñido de la misma manera que en el Ejemplo 1.

[Propiedades físicas de la fibra teñida, etc.]

El grado de agotamiento de tintura fue de un 91,2%, lo que demostró una excelente afinidad de tintura. Además, la resistencia a la rotura de la fibra básica teñida fue de 2,9 cN/dtex y la resistencia a la rotura de la fibra básica teñida -tras una prueba de resistencia al ácido- fue de 2,2 cN/dtex. Así, la conservación de solidez o fortaleza tras la inmersión en una solución acuosa de ácido sulfúrico (después de una prueba de resistencia al ácido) fue de un 76%, lo que demostró una excelente resistencia al ácido. Sin embargo, la conservación de solidez tras una prueba de resistencia a la luz fue de un 66%. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

[Paso de teñido 2]

La fibra básica pura obtenida se sometió al paso de teñido 2 de la misma manera que en el Ejemplo 1.

[Conservación de resistencia a la luz]

La conservación de resistencia a la luz de la fibra básica pura obtenida, después del proceso de teñido con un portador, fue de un 52%. Debido a la alta hidrofobia del absorbente UV, el absorbente UV se eluyó durante el proceso de teñido. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

<Ejemplo comparativo 2>

[Producción de una fibra antes del proceso de teñido (Fibra pura)]

Una fibra de poliamida metatipo completamente aromática, y que se puede teñir sin un portador, se produjo de acuerdo con el método descrito en JP-A-8-81827. La fibra contiene los siguientes componentes: sal de tributilbencilamonio de ácido dodecibencenosulfónico, un 13,0% en masa en relación con el polímero; 2-[2H-benzotriazol-2-il]-4-6-bis(1-metil-1-feniletil)fenol (solubilidad en agua: 0,01 mg/L), un 5,0% en masa en relación con el polímero; y un éster de fosfato, aromático y no halogenado (CR741), fabricado por Daihachi Chemical Industry, con un 7,5% en masa en relación con el polímero.

[Propiedades físicas de la fibra anterior al proceso de teñido (Fibra pura)]

Las propiedades físicas de la fibra obtenida antes del proceso de teñido (fibra pura) fueron las siguientes: finura o delgadez; 1,9 dtex; resistencia a la rotura: 3,4 cN/dtex; extensión en el momento de rotura: 51,1%; contenido de solvente residual: 1,70% en masa. La Tabla 1 muestra las propiedades físicas de la fibra obtenida antes del proceso de teñido (fibra pura), así como los resultados del análisis estructural.

[Paso de crimpado y corte]

La fibra obtenida se 'crimpó' y se cortó de la misma manera que en el Ejemplo 1.

[Paso de teñido 1]

La fibra básica pura obtenida se sometió al paso de teñido de la misma manera que en el Ejemplo 1.

[Propiedades físicas de la fibra teñida, etc.]

El grado de agotamiento de tintura fue de un 71,3%, lo que indicó que las propiedades de tintura del portador eran insuficientes. La resistencia a la rotura de la fibra básica teñida fue de 3,4 cN/dtex y la resistencia a la rotura de la fibra básica teñida -tras una prueba de resistencia al ácido- fue de 2,0 cN/dtex. Así, la conservación de solidez o fortaleza tras la inmersión en una solución acuosa de ácido sulfúrico (después de una prueba de resistencia al ácido) fue de un 59%; por lo tanto, los resultados de la resistencia al ácido también fueron

insuficientes. Además, la conservación de solidez tras una prueba de resistencia a la luz fue de un 74%. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

[Paso de teñido 2]

5 La fibra básica pura obtenida se sometió al paso de teñido 2 de la misma manera que en el Ejemplo 1.

[Conservación de resistencia a la luz]

10 La conservación de resistencia a la luz de la fibra básica pura obtenida, después del proceso de teñido con un portador, fue de un 65%. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

<Ejemplo comparativo 3>

15 [Paso de preparación de la solución de hilado]

Se preparó una solución de hilado de la misma manera que en el Ejemplo 2, con la salvedad de que no se añadió un polvo de 2-[2H-benzotriazol-2-il]-4-6-bis(1-metil-1-feniletil)fenol.

20 [Producción de una fibra antes del proceso de teñido (Fibra pura)]

Se realizaron el hilado/coagulación, el estiramiento 'plástico-estiramiento-baño' y el lavado de la misma manera que en el Ejemplo 2 para obtener una fibra húmeda de poliamida metatipo completamente aromática inmediatamente después del paso de lavado.

25 [Paso de impregnación del agente que protege contra los rayos UV]

30 En 10 mL de cloruro de metileno se disolvió un 7% en masa de metil-3-(3-(2H-benzotriazol-2-il)-5-t-butil-4-hidroxifenil)propionato (solubilidad en agua: 0,05 mg/L). La solución se vertió mientras se removía en 10 mL de una solución acuosa en la que se había disuelto 0,3 g de emulsionante 'EMCOL P10-59'. Se prosiguió con el movimiento de remoción hasta que el cloruro de metileno se evaporó por completo para obtener una dispersión acuosa de metil-3-(3-(2H-benzotriazol-2-il)-5-t-butil-4-hidroxifenil)propionato (solubilidad en agua: 0,05 mg/L).

35 Luego se recogieron 20 g de la fibra de poliamida metatipo completamente aromática sin secar y se depositaron en la dispersión acuosa, manteniéndose a temperatura ambiente durante 1 hora mientras se removía. Posteriormente, la mezcla se diluyó en 100 mL de agua, se calentó hasta el punto de ebullición y se conservó a esta temperatura durante 1 hora. Se extrajo la fibra, se lavó con agua y se sometió a un tratamiento térmico en seco utilizando un rodillo caliente a 310° C.

40 [Propiedades físicas de la fibra anterior al proceso de teñido (Fibra pura)]

45 Las propiedades físicas de la fibra obtenida antes del proceso de teñido (fibra pura) fueron las siguientes: finura o delgadez; 1,7 dtex; resistencia a la rotura: 2,6 cN/dtex; extensión en el momento de rotura: 47,8%; contenido de solvente residual: 0,03% en masa. La Tabla 1 muestra las propiedades físicas de la fibra obtenida antes del proceso de teñido (fibra pura), así como los resultados del análisis estructural.

[Paso de crimpado y corte]

50 La fibra obtenida se 'crimpó' y se cortó de la misma manera que en el Ejemplo 1.

[Paso de teñido 1]

La fibra básica pura obtenida se sometió al paso de teñido de la misma manera que en el Ejemplo 1.

55 [Propiedades físicas de la fibra teñida, etc.]

60 El grado de agotamiento de tintura fue de un 91,5%. La resistencia a la rotura de la fibra básica teñida fue de 2,6 cN/dtex y la resistencia a la rotura de la fibra básica teñida -tras una prueba de resistencia al ácido- fue de 1,9 cN/dtex. Así, la conservación de solidez o fortaleza tras la inmersión en una solución acuosa de ácido sulfúrico (después de una prueba de resistencia al ácido) fue de un 73%. Sin embargo, la conservación de solidez tras una prueba de resistencia a la luz fue de un 69%. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

[Paso de teñido 2]

65 La fibra básica pura obtenida se sometió al paso de teñido 2 de la misma manera que en el Ejemplo 1.

[Conservación de resistencia a la luz]

La conservación de resistencia a la luz de la fibra básica pura obtenida, después del proceso de teñido con un portador, fue de un 64%. Se había eluido una gran cantidad del absorbente UV. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

[Tabla 1]

		Ejemplo 1	Ejemplo 2	Ejemplo 3	Ejemplo 4	Ejemplo 5	Ejemplo comparativo 1	Ejemplo comparativo 2	Ejemplo comparativo 3
5									
10	Composición de NMP del baño de coagulación (agua/NMP)	45/55	45/55	45/55	45/55	45/55	45/55	-	45/55
15	Coefficiente de estiramiento en el baño plástico	3,7	3,7	3,7	3,7	3,7	3,7	-	3,7
20	Temperatura del tratamiento térmico en seco (°C)	280	280	280	280	280	280	-	280
25	Solubilidad en agua del absorbente UV (mg/L)	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,05	0,01	0,05
30	Concentración del absorbente UV añadido (% en peso)	1,0	3,0	5,0	6,5	8,0	5,0	5,0	- (Impregnación)
35	Propiedades físicas de la fibra antes del teñido (Fibra pura) Finura o delgadez (dtex)	1,7	1,7	1,7	1,7	1,7	1,7	1,9	1,7
40	Propiedades físicas de la fibra antes del teñido (Fibra pura) Resistencia a la rotura (cN/dtex)	2,9	2,7	2,6	2,5	2,3	2,9	3,4	2,6
45	Propiedades físicas de la fibra antes del teñido (Fibra pura) Extensión en el momento de rotura (%)	52,0	50,0	47,8	44,3	33,1	49,8	51,1	47,8
50	Propiedades físicas de la fibra antes del teñido (Fibra pura) Contenido del solvente residual (%)	0,08	0,08	0,07	0,08	0,08	0,10	1,70	0,03
55	Análisis estructural de la fibra antes del teñido (Fibra pura) Índice de orientación Raman	1,89	1,83	1,75	1,77	1,79	1,92	2,23	1,85
60	Análisis estructural de la fibra antes del teñido (Fibra pura) Cristalinidad (%)	10	9	10	10	8	11	26	11
65									

(contiuación)

5
10
15
20
25
30
35
40
45
50
55
60
65

Propiedades físicas de la fibra teñida	Grado de agotamiento de tintura (%)	91,2	92,4	91,0	91,5	93,4	91,2	71,3	91,5
Propiedades físicas de la fibra teñida	Resistencia a la rotura antes de la prueba de resistencia al ácido (cN/dtex)	2,9	2,7	2,6	2,5	2,3	2,9	3,4	2,6
Propiedades físicas de la fibra teñida	Resistencia a la rotura después de la prueba de resistencia al ácido (cN/dtex)	1,8	2,3	1,9	1,8	1,5	2,2	2,0	1,9
Propiedades físicas de la fibra teñida	Conservación de solidez tras la inmersión en una solución acuosa de ácido sulfúrico (%)	62	67	73	72	65	76	59	73
Evaluación de la resistencia a la luz	ΔE^* antes del proceso de teñido	22,0	14,0	13,5	13,0	11,2	16,5	13,9	17,0
Evaluación de la resistencia a la luz	Conservación de la resistencia a la luz tras el teñido con un portador (%)	95	89	91	93	95	52	65	64
Evaluación de la resistencia a la luz	Conservación de solidez de un solo hilo tras la prueba de resistencia a la luz (%)	80	85	89	90	91	66	74	69

Aplicaciones industriales

La fibra de poliamida metatipo completamente aromática de la presente invención funciona como una fibra resistente a la luz, que puede teñirse en diversos tonos o tonalidades mediante un proceso de teñido con un portador y en la que puede eliminarse el desprendimiento de un estabilizador de luz durante el proceso de teñido. Además, incluso si la fibra es sometida a una irradiación lumínica prolongada como la exposición a la luz del sol, el deterioro puede evitarse, puesto que su fortaleza o solidez pueden conservarse. Por lo tanto, el valor industrial de la fibra es extremadamente alto en aquellos campos en los que se requieren afinidad de tintura y resistencia a la luz. Así, la invención es extremadamente útil, por ejemplo, en los campos de las camas y la ropa de cama, de las prendas y vestidos, del diseño interior y similares, en los que los aspectos estéticos y la apariencia son importantes.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

Reivindicaciones

1. Una fibra de poliamida metatipo completamente aromática que contiene un absorbente UV seleccionado de un grupo que comprende:

2-(2H-benzotriazol-2-il)-4,6-di-tert-pentilfenol,
2-[5-cloro(2H)-benzotriazol-2-il]-4-metil-6-(tert-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,

y que tiene:

un índice de orientación Raman de entre 1,3 y 2,2 y una cristalinidad de entre un 5% y un 20%,
un nivel o grado de agotamiento del colorante (o agotamiento de la tintura) de un 90% o más en la forma de una fibra teñida; y

una conservación de la resistencia a la luz de un 80% o más después de un proceso de teñido con un portador;

de manera que el nivel de agotamiento de tintura es un valor que se calcula mediante la siguiente ecuación:

$$\text{nivel de agotamiento de la tintura} = [(Co - C) / Co] \times 100$$

donde 'Co' es el promedio de la concentración de tinte o colorante del líquido de tintura residual antes del proceso de teñido y 'C' es el promedio de la concentración de tinte o colorante del líquido de tintura residual después del proceso de teñido, lo cual se determina midiendo la absorbancia de un extracto en el mismo volumen de diclorometano y a longitudes de onda de 670 nm, 540 nm y 530 nm, y calculando el promedio de la concentración de tinte o colorante del extracto a estas tres longitudes de onda,
y de manera que la conservación de resistencia a la luz es un valor que se calcula mediante la siguiente ecuación:

$$\text{conservación de resistencia a la luz (\%)} = 100 - [(\Delta E^* \text{ después del proceso de teñido} - \Delta E^* \text{ antes del proceso de teñido}) / \Delta E^* \text{ antes del proceso de teñido}] \times 100$$

usando la resistencia a la decoloración o la pérdida de color provocadas por la luz (ΔE^*) de una fibra básica antes y después del proceso de teñido, lo cual se determina usando una fibra básica irradiada con luz que ha sido irradiada en un 'fade-meter' (o medidor de desvanecimiento o decoloración) con un arco de carbono a 63° C durante 24 horas y una fibra básica no irradiada, midiendo la reflectancia difusa y usando un iluminante D65, un observador de -10°, y calculando un valor del índice de luminosidad (L^*) y unos valores de los índices de cromaticidad (a^* y b^*) y realizando un cálculo de acuerdo con la siguiente ecuación:

$$\Delta E^* = ((\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2)^{1/2}.$$

2. La fibra de poliamida metatipo completamente aromática de acuerdo con la reivindicación 1, de manera que tiene una conservación de solidez o fortaleza de un 80% o más después de una irradiación en un 'fade-meter' con un arco de xenón a 63° C durante 40 horas.

3. La fibra de poliamida metatipo completamente aromática de acuerdo con las reivindicaciones 1 o 2, de manera que tiene:

un contenido de solvente residual de un 0,1% en masa o menos en la forma de una fibra antes del proceso de teñido; y

una conservación de solidez (o conservación de fortaleza) de un 65% o más en la forma de una fibra teñida tras la inmersión en una solución acuosa de ácido sulfúrico de un 20% en masa a 50° C durante 150 horas.

4. La fibra de poliamida metatipo completamente aromática de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, de manera que el absorbente UV está contenido en una cantidad de entre 3,0 partes por masa o más y 6,5 partes por masa o menos, basándose en la masa total de la fibra.