

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 693 373**

51 Int. Cl.:

D01F 6/00 (2006.01)

D01F 6/62 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **20.06.2014 PCT/NL2014/050407**

87 Fecha y número de publicación internacional: **24.12.2014 WO14204313**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **20.06.2014 E 14737041 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **08.08.2018 EP 3011086**

54 Título: **Procedimiento destinado a la preparación de una fibra, a una fibra y a un hilo realizado con dicha fibra**

30 Prioridad:

20.06.2013 NL 2011016

20.06.2013 US 201361837232 P

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

11.12.2018

73 Titular/es:

SYNVINA C.V. (100.0%)

Zekeringstraat 29

1014 BV Amsterdam, NL

72 Inventor/es:

KOLSTAD, JEFFREY JOHN y

GRUTER, GERARDUS JOHANNES MARIA

74 Agente/Representante:

MANRESA VAL, Manuel

ES 2 693 373 T3

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

DESCRIPCIÓN

Procedimiento destinado a la preparación de una fibra, a una fibra y a un hilo realizado con dicha fibra.

5 La presente invención se refiere a un procedimiento destinado a la preparación de una fibra, a una fibra y a un hilo realizado con dicha fibra. En particular, se refiere a un procedimiento destinado a preparar una fibra que comprende polietilen-2,5-furandicarboxilato ("PEF") mediante hilado de fusión.

10 El ácido 2,5 furandicarboxílico ("FDCA") es un diácido natural que se produce en el cuerpo humano. Las vías de preparación del mismo utilizando la oxidación al aire de furanos 2,5-disustituidos, tales como el 5-hidroximetilfurfural o el 5-alcroximetilfurfural, con catalizadores que comprenden Co, Mn y/o Ce se han descrito los documentos WO2010/132740, WO2011/043660, WO2011/043661 y la patente US 2012/0302768. Se explicita que el diácido es un monómero apto para la preparación de poliésteres, tales como el polialquilen-2,5-furandicarboxilato. Se han descrito ejemplos de preparación de dichos poliésteres en la patente US 15 2009/0124763. Dichos poliésteres adolecen del inconveniente de que tienden a colorearse involuntariamente. Esto concuerda con el color de los poliésteres que se han descrito en otros documentos de la técnica anterior. La preparación de poliésteres incoloros con un peso molecular elevado se ha descrito en el documento WO2010/077133. Se supone que la naturaleza incolora se debe al catalizador utilizado. Se alcanza el peso molecular elevado incorporando una etapa de polimerización en estado sólido en el procedimiento de 20 polimerización. Este último documento menciona asimismo que el poliéster se puede utilizar en una fibra.

25 Según el documento GB 621971 se pueden preparar poliésteres y poliésteramidas haciendo reaccionar glicoles con ácidos dicarboxílicos, de los que por lo menos uno comprende un anillo heterocíclico. Se menciona, a título de ejemplo de glicol, el etilenglicol, y como ejemplo de diácido heterocíclico se menciona el ácido 2,5-furandicarboxílico. El documento GB 621971 describe la preparación de polietilen-2,5-furandicarboxilato a partir de la polimerización de etilenglicol y ácido 2,5-difurandicarboxílico y el éster metílico de los mismos. Se ha indicado que el producto presentaba un punto de fusión comprendido entre 205 y 210 °C y producía fácilmente filamentos a partir de la masa fundida. No se indicaron propiedades adicionales.

30 El hecho de que se colorearan dichos poliésteres lo confirmaron Heertjes *et al.* en Delft Progr. Rep., Serie A: *Chemistry and physics, chemical and physical engineering*, 1 (1974) 59-63. Dicho artículo no demuestra únicamente que dichos poliésteres presentan un color entre amarillo y marrón, sino que, además, no son tan térmicamente estables. Asimismo, el peso molecular de los poliésteres obtenidos es bastante bajo y no supera una viscosidad intrínseca de 0,6 con respecto al polietilen-2,5-furandicarboxilato.

35 La patente US 2012/0238981 da a conocer poliésteres destinados a un velo de fibras. En particular, describe fibras de tereftalato de poliéster que se han obtenido mediante hilatura de fibras a alta velocidad y que presentan un denier de fibra de por lo menos 2,9 y una carga máxima de fibra de por lo menos 10,0. El denier es una unidad de medida textil y expresa la densidad de masa lineal, la masa de un filamento de 9.000 metros de 40 longitud. Otro parámetro que se utiliza con frecuencia es el tex, la masa de un filamento de 1.000 metros de longitud. Por lo tanto, 1 tex son 9 denier. El peso molecular de los poliésteres se puede encontrar comprendido en intervalos amplios y puede descender hasta 5.000 (Mn). Para distintos poliésteres son aptos diferentes pesos moleculares. El PEF es una alternativa propuesta, pero no se han dado a conocer ejemplos reales de fibras de PEF.

45 Los documentos WO2013/149222 y WO2013/149157 dan a conocer un filamento único realizado con una resina de PEF con un número que expresa el peso molecular medio de 20, 100 y un PDI de 1,93, lo que tiene como resultado un peso molecular medio ponderado de aproximadamente 38.800; esto significa que la viscosidad intrínseca del PEF es inferior a 0,45 dl/g. La fibra resultante presentó un denier de 10 (-1,1 tex). No se proporcionaron parámetros relacionados con la fibra para el material resultante. Parece ser que el filamento que se da a conocer en los documentos WO2013/149222 y WO2013/149157 no presenta una tenacidad medible.

50 La presente invención proporciona un procedimiento destinado a la preparación de una fibra que comprende polietilen-2,5-furandicarboxilato mediante hilado de fusión, cuya fibra presenta unas propiedades mecánicas excelentes cuando el poliéster es incoloro, cuando no se añade deliberadamente un tinte o colorante y cuando el poliéster presenta un peso molecular relativamente elevado. El poliéster se puede estirar tras girar a una densidad lineal baja comprendida entre 0,05 y 2,0 tex por filamento y a continuación presentará una tenacidad notablemente elevada. Se descubrió que cuando se utilizaban otros dioles, como el 1,3-propanodiol, en la preparación de un poliéster, dicho poliéster no presentaba el mismo nivel de tenacidad tras haberse estirado a 55 una densidad lineal similar.

60 Por consiguiente, la presente invención proporciona un procedimiento destinado la preparación de una fibra que comprende polietilen-2,5-furandicarboxilato, mediante hilado de fusión en el que un compuesto fundido que comprende polietilen-2,5-furandicarboxilato que presenta una viscosidad intrínseca de por lo menos 0,55 dl/g, determinado en ácido dicloroacético a 25 °C, se pasa a través de una o más aberturas de hilado para producir hebras fundidas;

en el que las hebras fundidas se enfrían por debajo de la temperatura de fusión del compuesto para producir fibras hiladas; y en el que las fibras hiladas se estiran a una densidad lineal comprendida entre 0,05 y 2,0 tex por fibra.

- 5 El hilado de fusión es un procedimiento muy conocido. A veces se divide el procedimiento en diversos tipos de hilado de fusión.

En los procedimientos tradicionales de hilado de fusión, las fibras se realizan extruyendo un material termoplástico fundido a través de una pluralidad de capilares de matriz fina, normalmente circulares (una tobera para hilar) como hebras fundidas. Estos se desplazan hacia abajo a través de una zona de temperatura controlada en la que se enfrían las hebras fundidas hasta alcanzar la temperatura de fusión del material termoplástico y, por último, se ponen en contacto con un rodillo giratorio. Dicho rodillo giratorio (conocido también como rodillo enrollador de filamentos) puede proporcionar aceleración a los filamentos fundidos a medida que salen de los capilares de la matriz. Tras dicho rodillo enrollador de filamentos se pueden encontrar uno o más rodillos y bobinadoras adicionales para acondicionar, estirar y enrollar las fibras. En función de la velocidad del rodillo enrollador de filamentos, el procedimiento se puede utilizar para producir hilados con distintos niveles de orientación. Dicho procedimiento se utiliza normalmente para producir fibras de una longitud muy larga, fundamentalmente continuas. Si, además, el hilado se corta posteriormente en longitudes discretas, se puede utilizar para producir la denominada fibra cortada. Dichas fibras cortadas se pueden utilizar solas o junto con otros tipos de fibras cortadas, y se someten a un procedimiento de "hilatura" para producir hilados, como los que se utilizan para producir hilados de fibras naturales como las de algodón, lana o seda. Las fibras cortadas se pueden disponer también en forma de trama o malla y se enredan mediante diversos medios, y se pueden unir química o térmicamente para formar un material no tejido. El soplado por fusión se refiere a un procedimiento para realizar fibras continuas, generalmente tal como se ha descrito anteriormente, en el que las fibras se realizan extruyendo un material termoplástico fundido a través de una tobera para hilar hacia unas corrientes de gas (por ejemplo, aire) convergentes de alta velocidad, generalmente calentadas, que debilitan las hebras de material termoplástico fundido para reducir su diámetro. Otro tipo de hilado de fusión se conoce como formación de material no tejido. El procedimiento de extrusión es similar a la producción de filamentos continuos y utiliza unas condiciones de la extrusora similares para un polímero dado. Se forman las fibras a medida que el polímero fundido sale de la tobera para hilar y se enfría con gas frío, por ejemplo, aire. El objetivo del procedimiento es producir una trama ancha y, por lo tanto, se pueden disponer muchas toberas para hilar una al lado de la otra. Antes de la precipitación en una cinta o retícula móvil, la salida de una tobera para hilar, es decir, los filamentos individuales, se disminuye para poder orientar las cadenas moleculares en las fibras y de este modo aumentar la resistencia de la fibra. Ello se alcanza tensando (estirando) las fibras rápidamente tras salir de la tobera para hilar. En la práctica, las fibras se suelen acelerar neumáticamente en una pluralidad de haces de fibras.

40 Cuando se pasa el compuesto fundido a través de los orificios de la tobera para hilar y las fibras se juntan entre sí como un haz y se pasan varias veces sobre un rodillo la velocidad del rodillo proporciona una aceleración que puede ser más elevada que la velocidad con la que las fibras salen de la tobera para hilar. La relación entre la velocidad del rodillo y la velocidad de extrusión de la tobera para hilar se conoce como tracción de giro. Cuando la tracción de giro es superior a uno, ya se produce un cierto estirado. Los valores aptos de tracción de giro son 60 - 600 para producir hilos con una orientación suficiente y un estirado inicial que resulten aptos para un estirado adicional. En un proceso de tipo formación de material no tejido, los gases proporcionan la aceleración en la aceleración neumática. Resulta evidente que en todos los casos se estiran las fibras hiladas.

45 Los orificios de una tobera para hilar presentan normalmente un diámetro comprendido entre 0,1 y 0,8 mm. En vista del tamaño pequeño de los orificios, el compuesto fundido no debe estar presentar impurezas y normalmente se filtra antes de pasar a través de los orificios. Los orificios presentan una longitud determinada. La longitud del canal (L) de la tobera para hilar se selecciona generalmente en relación con el diámetro (D) del orificio. La relación L/D se encuentra convenientemente comprendida entre 1 y 4.

Tal como se indicó anteriormente, los orificios normalmente son circulares. Sin embargo, resultan posibles otras formas, por ejemplo, trigonal, multilobular, cuadrada o cruzada.

- 55 Después de dejar las aberturas de hilado de la tobera para hilar, se enfrían las hebras fundidas. Ello se realiza normalmente en una zona de enfriamiento en la que las hebras entran en contacto con gas, por ejemplo, aire. El aire puede estar frío, pero también se puede utilizar aire a temperatura ambiente, es decir, aproximadamente entre 20 y 25 °C, e incluso aire caliente.

60 Se ha descubierto que el procedimiento de la presente invención permite a los expertos en la materia preparar fibras que comprenden polietilen-2,5-furandicarboxilato a partir de una amplia gama de mezclas de polímeros. Resulta posible estirar fibras según la presente invención a partir de un polímero que es completamente polietilen-2,5-furandicarboxilato. Por lo tanto, el compuesto fundido comprende convenientemente por lo menos un 75% en peso, preferentemente hasta un 100% en peso de polietilen-2,5-furandicarboxilato, según el peso del compuesto fundido. Sin embargo, también resulta posible someter mezclas de otros polímeros con polietilen-2,5-furandicarboxilato al procedimiento según la presente invención. Dichos otros polímeros, distintos del polietilen-

2,5-furandicarboxilato, comprenden poliolefinas, tales como polietileno y polipropileno, poliamidas, tales como nailon-6,6 y nailon-6, y poliésteres, tales como ácido poliláctico (PLA), tereftalato de polietileno (PET) y naftalato de polietileno (PEN). Se prefieren especialmente las mezclas con PET o PEN por motivos técnicos, tales como la retención e incluso la mejora de la tenacidad. Estos otros polímeros pueden formar la base del compuesto fundido al que se añade polietileno-2,5-furandicarboxilato como componente minoritario. En dicho caso, las propiedades del otro polímero se pueden mantener o incluso mejorar. Ventajosamente, el compuesto fundido comprende entre un 99 y un 75% en peso del otro polímero y entre un 1 y un 25% en peso de polietileno-2,5-furandicarboxilato, según el peso de los polímeros en el compuesto fundido. Alternativamente, se puede añadir otro polímero al polietileno-2,5-furandicarboxilato. Por lo tanto, el compuesto fundido comprende convenientemente entre un 0 y un 25% en peso, preferentemente entre un 1 y un 25% en peso, de dicho otro polímero y entre un 75 y un 100% en peso de polietileno-2,5-furandicarboxilato, según el peso de los polímeros en el compuesto fundido. Por consiguiente, el por lo menos un polímero distinto al polietileno-2,5-furandicarboxilato se encuentra presente preferentemente en una cantidad comprendida entre un 99 y un 75% en peso o entre un 1 y un 25% en peso, según el peso de por lo menos un polímero distinto al polietileno-2,5-furandicarboxilato y polietileno-2,5-furandicarboxilato. Cuando el compuesto fundido comprende otro polímero, puede permitirse a los expertos en la materia ajustar las propiedades de las fibras resultantes según las propiedades del otro polímero. De este modo puede resultar posible combinar las mejores propiedades del otro polímero o polímeros con las del polietileno-2,5-furandicarboxilato. Además, por tanto, el compuesto fundido comprende preferentemente por lo menos un polímero distinto al polietileno-2,5-furandicarboxilato. Tal como se ha indicado anteriormente, el otro polímero preferido es PET o PEN. Por lo tanto, el compuesto fundido comprende ventajosamente además tereftalato de polietileno o naftalato de polietileno, preferentemente en una cantidad comprendida entre un 99 y 85% en peso, más preferentemente entre un 99 y un 90% en peso, en función del compuesto total. Se ha descubierto que la presente invención permite reciclar PET y combinar el PET reciclado con unas cantidades aptas de hasta el 15% en peso de polietileno-2,5-furandicarboxilato, sin que se pierdan las propiedades del PET, y proporcionar al mismo tiempo a la mezcla obtenida las propiedades del polietileno-2,5-furandicarboxilato. De este modo, se obtiene una fibra excelente que en parte puede comprender material de origen biológico, lo que reduce la huella de carbono de dichas fibras.

Los expertos en la materia podrán apreciar que puede no ser únicamente posible utilizar mezclas de polímeros en el compuesto fundido, sino que también resulta factible realizar fibras pluricomponentes, que comprenden dos o más componentes poliméricos o subfibras diferentes dentro de una única fibra. Normalmente cada componente se extruye desde una extrusora independiente. Cuando se utilizan dos componentes, la fibra se denomina bicomponente. Los ejemplos comprenden configuraciones unidas en paralelo, núcleo recubierto, fibrillas de matriz, aisladas y en sector circular.

Los presentes solicitantes consideran que algunas de las fibras pluricomponente presentarán las características preferidas. Por ejemplo, una fibra del tipo unida en paralelo que comprende un segmento de PET y un segmento de polietileno-2,5-furandicarboxilato puede presentar una tendencia preferente de volumen debido a la curvatura provocada por la contracción diferencial de los dos componentes. Asimismo, dicha fibra se puede utilizar para realizar cambios sutiles en la apariencia visual de un hilo, debido a los pequeños cambios probables en la teñibilidad. Puesto que ambos componentes de la fibra presentan un punto de fusión similar superior a 200 °C, la fibra se puede procesar a una velocidad elevada y la capacidad de planchado de cualquier material textil producido a partir de dicha fibra no se verá afectada negativamente. Se puede pretender, asimismo, obtener una fibra que sea principalmente de origen biológico, pero que presente todavía el punto de fusión muy elevado de una fibra de PET convencional o un acabado superficial de una fibra de PET. En dicho caso, se podría utilizar una construcción de núcleo recubierto, con un núcleo de polietileno-2,5-furandicarboxilato y un recubrimiento de PET. Dicha construcción podría presentar hasta el 70%, el 80% o incluso hasta el 90% o más del material de origen biológico de polietileno-2,5-furandicarboxilato, al mismo tiempo que conserva las características superficiales y de procesamiento de la fibra convencional basada en el PET. Se puede pretender, además, disponer de una fibra texturizada totalmente de origen biológico con una construcción del tipo juntas en paralelo. Una fibra bicomponente con polietileno-2,5-furandicarboxilato y un segundo polímero de origen biológico, tal como el PLA, el poliolefin- o el politetrametileno-2,5-furandicarboxilato u otros poliésteres furánicos se pueden disponer en una estructura del tipo juntas en paralelo para obtener dicho efecto. Se puede pretender, además, disponer de una fibra de origen biológico de escala microdenier con una estabilidad térmica e hidrolítica excelente. Dicha fibra de escala microdenier se podría realizar mediante una estructura bicomponente, en la que un material hidrolíticamente inestable, tal como PLA, se utiliza como una matriz para las estructuras aisladas de la fibra de polietileno-2,5-furandicarboxilato en una construcción de tipo aislado. A continuación, se hidrolizaría o haría reaccionar el material de PLA, dejando una fibra de escala microdenier de PEF. Se podría utilizar también una estructura en sector circular "pelable", en la que posteriormente se liberan pequeños sectores circulares de polietileno-2,5-furandicarboxilato para formar una fibra de escala microdenier.

Según el procedimiento de la presente invención, las fibras hiladas, obtenidas tras enfriar las hebras fundidas, se estiran con la densidad lineal pretendida. Tal como se ha descrito anteriormente, esto se puede realizar inmediatamente después de la salida de las aberturas de la tobera para hilar como parte del procedimiento de extrusión continua, pero también en una etapa posterior al estirado en una etapa de estirado secundario. Las fibras hiladas antes del estirado tienden a comprender cadenas poliméricas con una orientación relativamente

baja. Mediante el estirado (conocido también como estiramiento) de las fibras hiladas, las cadenas de polímero alcanzan un grado superior de orientación y cristalización. Se ha descubierto que se obtienen unas buenas propiedades mecánicas gracias a la orientación y cristalización del polietilen-2,5-furandicarboxilato cuando las fibras hiladas se extraen con una relación de estirado comprendida entre 1:1,4 y 1:6,0 en la etapa de estirado secundario. Se entiende por proporción de estirado una medida del grado de estiramiento (o estirado) durante la orientación de una fibra, expresada como la relación entre el área de la sección transversal del material sin estirar y la del material estirado. En la presente memoria descriptiva se entiende por fibra un monofilamento. Es evidente que en la mayoría de las aplicaciones se utilizan las fibras en forma de multifilamentos. En la presente memoria descriptiva, una combinación de fibras multifilamento se denominará hilo. Las fibras hiladas se combinan convenientemente en un hilo multifilamento antes o después de estirarse. En el mejor de los casos, el estirado se realiza en un hilo multifilamento.

La temperatura de fusión del polietilen-2,5-furandicarboxilato se encuentra normalmente comprendida entre 190 y 230 °C. Por lo tanto, el compuesto según el presente procedimiento se calienta y se mantiene convenientemente a una temperatura comprendida entre 250 y 300 °C, en particular entre 260 y 290 °C, para mantener el compuesto en un estado fundido y alcanzar una viscosidad apta para la extrusión a través de los orificios de la tobera para hilar. La temperatura es convenientemente de por lo menos 20 °C, más preferentemente de por lo menos 30 °C, superior a la temperatura de fusión del compuesto polimérico. Se realiza convenientemente entre 20 y 70 °C, por encima de la temperatura de fusión del compuesto polimérico. Se podrá comprender que, por temperatura de fusión del compuesto polimérico, en el caso de una mezcla de polímeros, se entiende la temperatura de fusión del polímero con la temperatura de fusión más elevada. Las hebras fundidas, extrudidas a una temperatura superior a la temperatura de fusión del compuesto fundido, se enfrían a una temperatura inferior a dicha temperatura de fusión. Ventajosamente, se enfrían a una temperatura inferior a la temperatura de vitrificación del compuesto polimérico. Aunque resulta posible que ya se haya realizado cierto estirado en dicha etapa debido a la atenuación o tracción de giro, se pretende estirar aún más las fibras obtenidas de este modo.

Las fibras obtenidas de este modo se estiran preferentemente a una temperatura inferior a la temperatura de fusión del compuesto en una etapa de estirado secundario. Ventajosamente, dichas fibras se estiran a una temperatura ambiente comprendida entre 50 y 180 °C. Se ha descubierto que, a unas temperaturas de estirado relativamente bajas, la tenacidad de la fibra resultante mejora en comparación con temperaturas de extracción superiores. Por consiguiente, se prefiere que la temperatura a la que se estiran las fibras hiladas sea de por lo menos 25 °C inferior a la temperatura de fusión del compuesto, más preferentemente, entre 40 y 150 °C inferior a la temperatura de fusión del compuesto. Normalmente, esta se encontrará entre la temperatura de vitrificación y la temperatura de fusión del compuesto polimérico. Esto puede significar ventajosamente una temperatura preferida a la que las fibras se estiren comprendida entre 80 y 150 °C.

El compuesto que se utiliza en el procedimiento de la presente invención comprende polietilen-2,5-furandicarboxilato. El peso molecular de dicho polímero es relativamente elevado, pero puede variar entre intervalos amplios. En general, el peso molecular medio ponderado del polietilen-2,5-furandicarboxilato del compuesto fundido se encuentra comprendido entre 55.000 y 200.000, preferentemente entre 62.000 y 180.000, y más preferentemente entre 65.000 y 150.000. El peso molecular medio ponderado se puede determinar mediante GPC utilizando estándares de poliestireno. El peso molecular promedio en peso se puede correlacionar con la viscosidad intrínseca (IV), medida en ácido dicloroacético en una concentración de 1 gramo por 200 ml de ácido dicloroacético a 25 °C. En un viscosímetro de Ubbelohde se determina el tiempo de elución de la muestra y se correlaciona con el tiempo de elución del disolvente de ácido dicloroacético solo, obteniéndose una viscosidad relativa. A partir de la misma se puede determinar la viscosidad intrínseca. Para el polietilen-2,5-furandicarboxilato, la IV se puede calcular como $IV = -5,534 + 5,747 \cdot \sqrt{(0,579 + 0,348 \cdot \eta_{rel})}$, siendo η_{rel} la viscosidad relativa. Una IV para el polietilen-2,5-furandicarboxilato de 0,58 corresponde a un peso molecular medio ponderado de 55.000, y una IV de 1,55 corresponde a un peso molecular medio ponderado de 200.000. Por lo tanto, la IV se encuentra convenientemente comprendida entre 0,55 y 1,55 dl/g. Los pesos moleculares intermedios se pueden determinar mediante la relación

$$IV = 1,45 \cdot 10^{-4} \cdot Mw^{0,76},$$

en la que Mw representa el peso molecular medio ponderado. Se ha descubierto que los polímeros con un peso molecular relativamente elevado permiten obtener unas fibras que presentan una mayor tenacidad que los polímeros con un peso molecular inferior. Por lo tanto, el peso molecular del polietilen-2,5-furandicarboxilato en el compuesto fundido es preferentemente de por lo menos 100.000, por ejemplo, comprendido entre 100.000 y 150.000.

En este sentido, se observa que el peso molecular puede cambiar ligeramente durante el procedimiento de hilatura. Un cambio de este tipo puede dar como resultado unas fibras que tras el estirado comprendan polímeros con un peso molecular inferior al peso molecular de los polímeros del compuesto fundido. Dicha modificación puede estar provocada por una reacción térmica. El resultado no es únicamente evidente a partir de

un peso molecular inferior, sino también de un índice de polidispersidad (PDI) más reducido, que es la relación entre el peso molecular medio ponderado y el número que expresa el peso molecular medio.

5 Se pueden utilizar las fibras y los hilos tal como se preparan con el procedimiento según la presente invención tras el estirado. Asimismo, se pueden texturizar los hilos como parte de un proceso de hilado continuo, tal como se ha descrito anteriormente, o bien en un procedimiento posterior. En el caso de los hilos continuos que se utilizan normalmente en la ropa, se pueden emplear diversos procedimientos de texturado en una fábrica textil o mediante el productor de fibra. La texturización es la formación de engarces, bucles, bobinas o arrugas en filamentos. Dichos cambios en la forma física de una fibra influyen en la mano de las telas realizadas a partir de las mismas. Se entiende por mano, o tacto, las características percibidas por el sentido del tacto cuando un tejido se sostiene en la mano, tales como la capacidad la movilidad, suavidad, elasticidad, frialdad o calidez, rigidez, aspereza y resiliencia. La mayoría de las técnicas de texturización de ropa son procedimientos de alta velocidad. Las fibras hiladas obtenidas mediante el procedimiento actual son preferentemente texturizadas. Dicha texturización se puede realizar mediante métodos que se conocen en la técnica. Dichas técnicas comprenden la introducción de la técnica de crimpado, tricotado-destricotado o mediante texturizado por chorro de aire, el procedimiento con tobera de gas de filamento continuo en masa (BCF), procedimientos de torsión como el procedimiento de torsión falsa, el engarce de caja de relleno y las estructuras bicomponente. Los expertos en la materia podrán seleccionar el procedimiento de texturación óptimo para el objetivo pretendido. Por ejemplo, en el caso de tejidos para topa se puede utilizar la máquina de texturización de torsión falsa, en el caso de fibras cortadas puede ser engarce de caja de relleno y en el caso de los hilos para alfombras puede ser el procedimiento con tobera de gas BCF.

25 La fibra estirada se puede someter a la denominada etapa de apresto de hilado. Para ello, la fibra estirada se trata con un líquido apto. Los expertos en la materia disponen de una amplia variedad de líquidos en función de la propiedad que se va a añadir a la fibra. El apresto de hilado puede proporcionar, por ejemplo, lubricación o reducción de la carga estática. Por lo tanto, el líquido puede ser un lubricante, un agente antiestático y/o un emulsionante. Además, puede comprender activadores de la adherencia, inhibidores de la corrosión, antibacterianos y/o antioxidantes.

30 Puesto la mayoría de las aplicaciones con fibra requieren que las fibras estén coloreadas con cualquier color posible, las fibras de PEF se pueden teñir utilizando técnicas de teñido tales como, por ejemplo, pero sin limitarse a las mismas, tinción con portador o sin portador, tinción a alta temperatura y a alta presión (HTHP), tinción con termosol, técnicas con plasma, sin disolventes, tinción supercrítica basada en el CO₂ o tinción mediante agentes entumecedores. Asimismo, se pueden realizar modificaciones al polímero de PEF para mejorar la teñibilidad de las fibras de PEF. La polimerización de un tercer monómero puede producir una cadena de poliéster teñible funcionalizada. Dicho tercer monómero ha introducido grupos funcionales como sitios a los que, por ejemplo, se pueden enlazar los colorantes catiónicos. El tercer monómero puede contribuir a alterar la uniformidad de las cadenas poliméricas de PEF, de tal modo que la estructura del poliéster teñible sea menos compacta que la de las fibras de PEF normales. La estructura alterada es buena para que penetren colorantes en la fibra. Por consiguiente, el polietilen-2,5-furandicarboxilato se ha modificado preferentemente mediante la introducción de un tercer monómero para facilitar la tinción, comprendiendo el tercer monómero grupos funcionalizados o alterando la uniformidad de la cadena del polietilen-2,5-furandicarboxilato. Se puede utilizar un colorante disperso en una microemulsión destinada a teñir PEF.

45 El procedimiento según la presente invención proporciona por primera vez una fibra que no únicamente comprende polietilen-2,5-furandicarboxilato, sino que también presenta una finura determinada mediante la densidad lineal que no se ha proporcionado en la técnica anterior. Por consiguiente, la presente invención proporciona, además, una fibra que comprende polietilen-2,5-furandicarboxilato con una densidad lineal comprendida entre 0,05 y 2,0 tex. Una fibra de este tipo resulta sorprendente ya que las fibras que comprenden polietilen-2,5-furandicarboxilato no permiten realizar fácilmente fibras con una densidad lineal similar que presenten una tenacidad similar. Preferentemente, las fibras presentan una densidad lineal comprendida entre 0,05 y 0,5 tex. Dichas fibras son excelentemente aptas para finalidades textiles y presentan unas propiedades mecánicas excelentes.

55 Resulta sorprendente que las fibras no únicamente presenten la densidad lineal conveniente, sino que presenten asimismo unas propiedades mecánicas preferibles. En particular, las fibras presentan una tenacidad conveniente. Ventajosamente, la fibra presenta una tenacidad comprendida entre 200 y 1.000 mN/tex.

60 Tal como se ha indicado anteriormente, la tenacidad de la fibra se mejora si aumenta el peso molecular del polietilen-2,5-furandicarboxilato. Ya se ha descrito también que el peso molecular del polímero en el hilo puede diferir del peso molecular del polímero en el compuesto fundido. Por lo tanto, el polietilen-2,5-furandicarboxilato presenta preferentemente un peso molecular medio ponderado comprendido entre 40.000 y 100.000, más preferentemente entre 50.000 y 95.000, y más preferentemente entre 55.000 y 90.000. Más preferentemente, el peso molecular medio ponderado de la fibra está comprendido entre 65.000 y 90.000. Se ha demostrado que las fibras con estos últimos pesos moleculares presentan una muy buena tenacidad. Expresada en viscosidad intrínseca, la viscosidad intrínseca se encuentra comprendida preferentemente entre 0,45 y 0,85 dl/g, tal como se

determinó anteriormente, en ácido dicloroacético a 25 °C. Se mejora también la tenacidad si se ha mejorado la orientación y/o la cristalización de los polímeros de la fibra. Se puede alcanzar dicha mejor orientación estirando una fibra hilada. El estirado se puede realizar en una etapa, pero también es posible realizar el estirado de una fibra en varias etapas, por ejemplo, entre dos y cuatro. Dicho procedimiento de varias etapas presenta la ventaja de que cada etapa de estirado de la fibra se puede realizar a distintas temperaturas, en función de la relación de estirado y/o de la propiedad mecánica pretendidas. Tal como se indicó anteriormente, las temperaturas de extracción se encuentran comprendidas preferentemente entre 50 y 180 °C. Por lo tanto, la fibra se ha obtenido preferentemente estirando una fibra hilada sin estirar a una relación de estirado comprendida entre 1:1,4 a 1:6,0. Debe comprenderse que, si el estirado se realiza en varias etapas, la relación de estirado global resultante es el producto multiplicativo de la relación de estirado de cada una de las etapas individuales. Se puede realizar el estirado tanto en serie con el procedimiento de hilatura, como parte de un procedimiento continuo, o se puede realizar en una etapa independiente en la que el hilo hilado en primer lugar se enrolla y se recoge en una bobina o rodillo y a continuación se desenrolla y se estira hasta su forma definitiva.

Los presentes inventores han descubierto que los polímeros de polietilen-2,5-furandicarboxilato cristalizan muy lentamente. A falta de una orientación significativa provocada mediante el estirado, el polímero únicamente cristalizará muy lentamente. Por ejemplo, cuando se enfría un polímero de polietilen-2,5-furandicarboxilato por encima de su temperatura de fusión a una velocidad de 30 °C/min, 20 °C/min, 10 °C/min o incluso únicamente 5 °C/min, no se desarrolla cristalinidad al enfriarse. Se ha descubierto además que el polietilen-2,5-furandicarboxilato cristaliza fácilmente cuando se estira y orienta. Como resultado de ello, la aparición de la cristalinidad en una fibra se puede considerar como prueba de que la fibra se sometió a un proceso de estirado. Las fibras extraídas de un compuesto de polietilen-2,5-furandicarboxilato presentan normalmente una cristalinidad superior a 5 J/g y, con frecuencia, superior a 10 J/g, según lo determinado mediante DSC (calorimetría de exploración diferencial). La cristalinidad indicada se determina mediante la cristalinidad neta de un recalentamiento de la fibra mediante DSC, siendo el endotermo de fusión total inferior a cualquier exotermo de cristalización presentada en el recalentamiento. Esto representa la cristalinidad de la fibra. La cristalinidad, expresada en J/g y determinada mediante DSC, es preferentemente superior a 30 J/g, ya que las fibras con un nivel de cristalinidad de este tipo presentan una baja contracción, por ejemplo, inferior al 10% de contracción en longitud cuando se dispone en agua hirviendo. La cristalinidad puede alcanzar los 50 J/g.

Los procedimientos de hilatura y estirado para el polímero de polietilen-2,5-furandicarboxilato originan una cierta cantidad de cristalinidad en la fibra. Las propiedades de la fibra se pueden controlar y optimizar aún más aplicando una etapa de termoendurecimiento al hilo de fibra estirado (y, si se pretende de este modo, texturizado). Esta etapa se puede realizar utilizando aire caliente seco, vapor saturado o sobrecalentado, rodillos calientes, placas calientes, etc. La orientación ya desarrollada en la fibra o el hilo mediante el procedimiento de hilatura y estirado permite obtener un desarrollo rápido de una red cristalina. El procedimiento se puede realizar con tensión o sin tensión, tal como se conoce en la técnica, para modificar las propiedades finales de la fibra o hilo, tales como la contracción por aire caliente, la elongación de rotura, la tenacidad y la retención del engarce.

La birrefringencia es una propiedad óptica, dada por la diferencia del valor del índice de refracción en dos direcciones. En el caso de las fibras, se mide en perpendicular y en paralelo al eje de la fibra. Constituyen una medida útil del grado de orientación en una fibra. Una fibra que no experimente estirado durante la hilatura o posteriormente al estirado no presentará orientación y tendrá una birrefringencia de prácticamente cero. Una fibra de polietilen-2,5-furandicarboxilato según la presente invención que se ha estirado presenta un nivel de birrefringencia superior a cero, debido a la orientación preferente de las cadenas del polímero en la dirección de estirado. Las fibras según la presente invención presentan preferentemente un valor de birrefringencia superior a 0,01 y más preferentemente superior a 0,03. El límite superior puede alcanzar 0,4.

La fibra puede comprender fundamentalmente polietilen-2,5-furandicarboxilato. Sin embargo, tal como se indicó anteriormente, la fibra también puede comprender mezclas de otros polímeros con polietilen-2,5-furandicarboxilato. Dichos otros polímeros comprenden poliolefinas, tales como polietileno y polipropileno, poliamidas, tales como nailon-6,6 y nailon-6, y poliésteres, tales como tereftalato de polietileno (PET) y naftalato de polietileno (PEN). Se prefieren especialmente las mezclas con PET o PEN. Por lo tanto, la fibra comprende convenientemente entre un 75 y un 100% en peso de polietilen-2,5-furandicarboxilato, basándose en el peso de la fibra. En el reciclaje del PET resulta posible combinar el PET reciclado con unas cantidades aptas de hasta el 15% en peso de polietilen-2,5-furandicarboxilato, sin que se pierdan las propiedades del PET y proporcionar al mismo tiempo a la mezcla obtenida las propiedades del polietilen-2,5-furandicarboxilato. Por lo tanto, la fibra según la presente invención comprende convenientemente además tereftalato de polietileno o naftalato de polietileno, preferentemente en una cantidad comprendida entre un 99 y 85% en peso, en función de la fibra total.

Las fibras según la presente invención se combinan convenientemente en un hilo, obteniéndose un hilo que comprende una pluralidad de dichas fibras.

Las fibras e hilos se pueden utilizar para todas las distintas aplicaciones con fibras. Ello comprende la aplicación en materiales textiles, que pueden ser tricotados, tejidos o no tejidos. Por lo tanto, se puede mezclar con lana o algodón en la realización de ropa o de alfombras. Se puede utilizar asimismo en la tapicería de muebles o en

cortinas. Alternativamente, se puede utilizar como fibra técnica, por ejemplo, en cinturones de seguridad, en cintas transportadoras o como refuerzo en neumáticos, los denominados hilos para neumáticos. También se puede reforzar con fibra de vidrio, etc.

5 La presente invención se continuará ilustrando mediante los ejemplos siguientes.

EJEMPLO 1

10 Una muestra de polietilen-2,5-furandicarboxilato (al que denominaremos de ahora en adelante "PEF") con un peso molecular medio ponderado Mw de 75.600 determinado mediante GPC con estándares de poliestireno, correspondiente a una viscosidad intrínseca de 0,74 dl/g, se sometió a hilado de fusión a través de una tobera para hilar de 48 orificios a una temperatura de 260 °C. Las hebras fundidas se enfriaron y se hilaron. Los 48 filamentos se combinaron en un hilo que presentaba una densidad lineal de 115 tex, que corresponde a una densidad lineal de 2,40 tex por filamento. La tenacidad de rotura fue de 96 mN/tex y elongación de rotura fue del 239% (ambas determinadas según la normativa ISO 5079 - 1995). El hilo hilado se sometió a estiramiento (estirado) con distintas relaciones de estirado y a distintas temperaturas de estirado. El hilo presentó un IV de 0,67 dl/g, correspondiente a un peso molecular medio ponderado de 66.400. Las densidades lineales resultantes por filamento, las tenacidades de rotura y las elongaciones de rotura se muestran en la tabla 1 siguiente.

20

Tabla 1

Exp. N.º	Temperatura, °C	Relación de estirado	Densidad lineal, tex	Tenacidad, mN/tex	Elongación, %
1	90	1,5	1,59	156	137
2	90	2	1,20	209	83
3	90	2,5	0,98	247	46
4	90	3	0,80	319	25
5	100	1,5	1,58	146	148
6	100	2	1,20	186	85
7	100	2,5	0,96	230	53
8	100	3	0,77	287	27
9	110	1,5	1,57	123	139
10	110	2	1,19	153	94
11	110	2,5	0,95	182	61
12	110	3	0,56	269	22
13	120	1,5	1,59	116	138
14	120	2	1,19	199	108
15	120	2,5	0,95	220	75
16	120	3	0,81	293	28

25 Los resultados anteriores demuestran que se pueden obtener fibras de PEF con unas buenas densidades lineales y unas resistencias excelentes. Los resultados demuestran además que cuando la temperatura de estirado es de 100 °C o inferior, aumenta la tenacidad, mientras que la elongación no parece variar con la temperatura. Cuanto mayor es la relación de estirado, mejor es la tenacidad y menor es la elongación de rotura.

EJEMPLO 2

30 El mismo polímero que se utilizó en el ejemplo 1 se sometió a un procedimiento de estiramiento (estirado) de dos etapas. En primer lugar, el compuesto polimérico se sometió a hilado de fusión del mismo modo que se realizó en el ejemplo 1. Posteriormente, se estiró preliminarmente un hilo resultante a 85 °C con una relación de estirado de 2,5. En una segunda etapa, la fibra estirada preliminarmente se estiró con distintas relaciones de estirado final en un horno calentado a 125 o 130 °C. La tenacidad y la elongación se determinaron de nuevo para cada uno de los hilos resultantes. Los resultados se muestran en la tabla 2.

35

Tabla 2

Exp. N.º	Temperatura, °C	Relación de estirado final	Densidad lineal, tex	Tenacidad, mN/tex	Elongación, %
17	125	2,75	0,92	161	25
18	125	3	0,84	210	15
19	125	3,25	0,78	263	14
20	130	2,75	0,90	150	17
21	130	3	0,81	237	13
22	130	3,25	0,78	270	14

5 Los resultados indican que, tras una primera etapa de estirado a una temperatura relativamente baja, se puede realizar una segunda etapa a una temperatura más elevada, en la que la variación de la temperatura de la segunda etapa en la zona de 125 a 130 °C apenas desempeña un papel.

EJEMPLO 3

10

El mismo polímero que se utilizó en el ejemplo 2 se sometió a un hilado de fusión del mismo modo. En una primera etapa las fibras hiladas se estiraron a 90 °C hasta una primera relación de estirado de 2,4. A continuación, las fibras estiradas preliminarmente se pasaron sobre una placa caliente mantenida a 100 °C y se estiraron hasta una relación de estirado final comprendida entre 3 y 3,6. Los resultados de los experimentos se muestran en la tabla 3.

15

Tabla 3

Exp. N.º	Relación de estirado final	Densidad lineal, tex	Tenacidad, mN/tex	Elongación, %
23	3	0,87	345	22
24	3,2	0,81	368	13
25	3,4	0,76	429	5,4
26	3,6	0,72	485	5,4

20 Los resultados demuestran que cuando la temperatura de estirado también en la segunda etapa es como máximo de 100 °C, aumenta la tenacidad de las fibras resultantes. El hilo presentó una temperatura de fusión comprendida entre 204 y 210 °C. La cristalinidad del hilo del experimento n.º 23, determinada mediante la entalpía neta de fusión mediante la calorimetría de exploración diferencial (DSC), alcanzó los 14 J/g. La cristalinidad del hilo del experimento n.º 26 alcanzó los 30 J/g.

25

EJEMPLO 4

30 Dos muestras de PEF, una con un Mw de 85.200 ("muestra A"), que corresponde a una viscosidad intrínseca de 0,81 dl/g, y la segunda con un Mw de 111.000 ("muestra B"), que corresponde a una viscosidad intrínseca de 0,99 dl/g, se hilaron por fusión a través de una tobera para hilar de 48 orificios a una temperatura de 260 °C. Los 48 filamentos se combinaron para formar hilos, uno con una densidad lineal de 144,2 tex, que corresponde a una densidad lineal de 3,00 tex por filamento (hilo de la muestra A), y el segundo con una densidad lineal de 143,3 tex, que corresponde a una densidad lineal de 2,99 tex por filamento (hilo de la muestra B). El hilo de la muestra A como hilado presentaba una IV de 0,71 dl/g, que corresponde a un Mw de 71.600, y el hilo hilado a partir de la muestra B presentaba una IV de 0,82, que corresponde a un Mw de 86.600. Los hilos como hilados se sometieron a estiramiento (estirado) con una relación de estirado distinta en una o dos etapas. La temperatura de estirado en la primera etapa resultó de 90 °C; la temperatura en la segunda etapa resultó de 100 o 150 °C. Las densidades lineales resultantes por filamento, las tenacidades de rotura y las elongaciones de rotura se muestran en la tabla 4, a continuación.

40

Tabla 4

ES 2 693 373 T3

Exp. N.º	Muestra	T, °C 2ª etapa	DR, 1ª etapa	DR, 2ª etapa	Densidad lineal, tex	Tenacidad, mN/tex	Elongación, %	Birrefringencia Δn , 10 ⁻³	Cristalinidad, J/g
27	A	-	2	-	1,45	207	112	33,8	2
28	A	-	2,5	-	1,15	253	60		
29	A	-	3	-	0,98	289	38	66,4	8
30	A	-	3,5	-	0,88	336	21		
31	A	-	4	-	0,71	409	6	142,6	45
32	B	-	2	-	1,48	239	63	37,6	
33	B	-	2,5	-	1,19	302	34		
34	B	-	3	-	1,03	325	11	101,3	34
35	B	-	3,5	-	0,94	447	4,9	118,0	40
36	A	100	2,5	1	1,22	253	72	45,1	2
37	A	100	2,5	1,2	1,02	283	43	64,3	1
38	A	100	2,5	1,4	0,88	331	25		
39	A	100	2,5	1,6	0,78	399	8		
40	A	100	2,5	1,8	0,70	530	5,7		33
41	B	100	2	1,25	1,21	307	34	80,9	3
42	B	100	2	1,5	1,02	347	12	13,6	8
43	B	100	2	1,6	0,98	422	5,6	117,3	17
44	A	150	2,5	1	1,19	153	116	16,6	2
45	A	150	2,5	1,2	1,00	156	87	27,8	19
46	A	150	2,5	1,4	0,88	312	30	121,4	39
47	A	150	2,5	1,6	0,76	410	4	147,5	42
48	A	150	2,5	1,8	0,68	625	4,9	170,8	45
49	B	150	2,5	1	1,23	280	37	98,4	39
50	B	150	2,5	1,2	1,01	324	6	136,3	39
51	B	150	2,5	1,28	0,96	404	4,6	137,0	46
52	B	150	2,5	1,36	0,90	381	6		39

Los resultados demuestran que cuando las fibras de PEF presentan un Mw de 75.000, tienen una tenacidad aún mayor.

5

EJEMPLO 5

Una muestra de PEF con un peso molecular medio ponderado Mw de 89.500, que corresponde a una viscosidad intrínseca de 0,84 dl/g, se sometió a hilado de fusión a través de una tobera para hilar de 48 orificios a una temperatura de 290 °C. Las hebras fundidas se enfriaron y se hilaron. Los 48 filamentos se combinaron en un hilo que presentaba una densidad lineal de 13 tex. La IV del hilo resultó de 0,71 dl/g, que corresponde a un Mw de 71.800.

10

El hilo se procesó en una máquina de texturización de torsión falsa Barmag AFK 2 para producir hilos con texturizados. Para ello, el hilo hilado se calienta en la máquina de texturización en un horno, se calienta a 160 o 170 °C para que se vuelva maleable. En este estado, se estira con una relación de estirado de 1,6 o 1,7 y se tuerce. Posteriormente, la hebra se enfría mediante un chorro de aire y el giro se invierte, lo que crea un engarce.

15

Al final de dicho procedimiento continuo, se enrolla el hilo texturizado de este modo. Los hilos con una relación de estirado de 1,6 presentaban una densidad lineal media de 0,17 tex, los hilos con una relación de estirado de 1,7 presentaban una densidad lineal media de 0,16 tex. Las muestras de los hilos texturizados se midieron con relación a la tenacidad y la elongación de rotura. Los resultados, que presentan la media de 30 muestras para cada parámetro, se muestran en la tabla 5.

Tabla 5

Exp. N.º	Temperatura, °C	Relación de estirado	Tenacidad, mN/tex	Elongación, %
53	160	1,6	302	23
54	160	1,7	300	8
55	170	1,6	288	20
56	170	1,7	289	15

Dicho ejemplo demuestra que se pueden realizar los hilos texturizados con una tenacidad satisfactoria.

EJEMPLO 6

Se utilizó una muestra de PEF, con una viscosidad intrínseca de 0,66 dl/g, en varias mezclas con tereftalato de polietileno ("PET"). El PET utilizado presentaba una viscosidad intrínseca de 0,64 dl/g. El polímero, o mezcla de polímeros, se fundió a una temperatura de 270 °C y se sometió a hilado por fusión a través de una tobera para hilar de 72 orificios a una temperatura de 270 °C. Los hilos fundidos se enfriaron. Los 72 filamentos se combinaron en un hilo. Los hilos se estiraron en tres etapas a 60, 100 y 100 °C hasta una relación de estirado final de 2,5. Se determinaron las densidades lineales por filamento de los hilos y resultaron ser $0,56 \pm 0,01$ tex. Además de la tenacidad y la elongación, se determinó asimismo la relación de estirado máxima estirando los hilos en la tercera etapa hasta que se rompieron. Los resultados se presentan en la tabla 6.

Tabla 6

Exp. N.º	PET, % en peso	PEF, % en peso	Tenacidad, mN/tex	Elongación, %	Relación de estirado máxima
57	100	0	145	67,2	4,2
58	99	1	151	59,7	4,2
59	98	2	166	58,2	4,2
60	95	5	158	56,7	4,4
61	90	10	138	69,6	4,2
62	80	20	134	64,6	4,2

El resultado demostró que el PEF se puede mezclar satisfactoriamente con el PET en diversas cantidades para producir fibras con unas propiedades similares a las del PET. Cuando la cantidad de PEF alcanza el 10% en peso, la tenacidad mejora aún más.

EJEMPLO COMPARATIVO 7

Se preparó una muestra de politrimetilen-2,5-furandicarboxilato (conocido también como polipropilen-2,5-furandicarboxilato, de ahora en adelante "PPF"), con un número que expresa el peso molecular medio de 30.000. La temperatura de fusión del polímero fue aproximadamente de 178 a 179 °C. Debido a la menor temperatura de fusión, el polímero se fundió a una temperatura de 210 °C y se sometió a hilado de fusión a través de una tobera para hilar de 48 orificios. Los hilos fundidos se enfriaron e hilaron. Los 48 filamentos se combinaron en un hilo que presentaba una densidad lineal de 110 tex, que corresponde a una densidad lineal de 2,29 tex por filamento. Durante el giro, la presión en la tobera para hilar aumentó de tal modo que se tuvo que interrumpir la hilatura.

Los hilos se estiraron a distintas temperaturas. Dado que la temperatura de vitificación del PPF es aproximadamente de 50 a 51 °C, la temperatura de estirado puede ser más baja que en el caso del PEF. Las temperaturas inferiores a 60 °C provocaron roturas de los hilos. El estirado a una temperatura superior a 80 °C produjo un nivel inaceptablemente bajo de orientación y cristalización en la fibra. Por lo tanto, las temperaturas de estirado se mantuvieron entre 60 y 80 °C.

Los hilos obtenidos se estiraron con distintas relaciones de estirado ("DR") en dos etapas a distintas temperaturas. Las condiciones del estirado y la tenacidad resultante de los hilos se muestran en la tabla 7.

5

Tabla 7

Exp. N.º	DR, 1ª etapa	Temperatura, 1ª etapa, °C	DR, 2ª etapa	Temperatura, 2ª etapa, °C	Densidad lineal, tex	Tenacidad, mN/tex	Elongación, %
63	2	62	2	70	0,59	130	21
64	2	62	2,25	70	0,53	100	14

Los resultados demuestran que cuando se ha hilado y se estirado una fibra de PPF hasta una densidad lineal comprendida entre aproximadamente 0,5 y 0,6 tex, la tenacidad es insatisfactoriamente baja.

10

EJEMPLO 8

Una muestra de PEF con un peso molecular medio ponderado Mw de 57.700, que corresponde a una viscosidad intrínseca de 0,60 dl/g, se sometió a hilado de fusión a través de una tobera para hilar de 48 orificios a una temperatura de 264 °C. Las hebras fundidas se enfriaron, se recogieron en un rodillo que giraba a una velocidad de 1.500 rpm y se hilaron. Los 48 filamentos se combinaron en un hilo que presentaba una densidad lineal de 33,4 tex, que corresponde a una densidad lineal de 0,70 tex por filamento. La IV del hilo resultó de 0,48 dl/g, que corresponde a un Mw de 43.100.

15

20

El hilo se estiró a 110 °C y a continuación se sometió a un fraguado térmico a 155 °C. Los hilos resultantes presentan una cristalinidad superior a 40 J/g, una Tg de aproximadamente 80 °C y una temperatura de fusión de 212 °C. La contracción en agua hirviendo fue inferior al 5%. Otras propiedades del hilo se muestran en la tabla 8.

25

Tabla 8

Exp. N.º	Relación de estirado	Densidad lineal, tex	Tenacidad, mN/tex	Elongación, %
65	-(como hilado)	0,70	132	223
66	2,5	0,28	239	22

REIVINDICACIONES

- 5 1. Procedimiento destinado la preparación de una fibra que comprende polietilen-2,5-furandicarboxilato, mediante hilado de fusión en el que un compuesto fundido que comprende polietilen-2,5-furandicarboxilato que presenta una viscosidad intrínseca de por lo menos 0,55 dl/g, determinado en ácido dicloroacético a 25 °C, se pasa a través de una o más aberturas de hilado para producir hebras fundidas; en el que las hebras fundidas se enfrían por debajo de la temperatura de fusión del compuesto para producir fibras hiladas; y en el que las fibras hiladas se estiran a una densidad lineal comprendida entre 0,05 y 2,0 tex por fibra.
- 10 2. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que el compuesto fundido comprende entre un 75 y un 100% en peso de polietilen-2,5-furandicarboxilato, en función del peso del compuesto fundido.
- 15 3. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 o 2, en el que el compuesto fundido comprende además por lo menos un polímero distinto al polietilen-2,5-furandicarboxilato, preferentemente seleccionado de entre poliolefinas, poliamidas, poliésteres y combinaciones de los mismos.
- 20 4. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que las fibras hiladas se estiran en una etapa de estirado secundario con una relación de estirado comprendida entre 1:1,4 y 1:6,0.
- 25 5. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que las fibras hiladas se combinan en un hilo multifilamento antes o después de estirarse.
- 30 6. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que las fibras hiladas se estiran a una temperatura comprendida entre la temperatura de vitrificación y la temperatura de fusión del compuesto polimérico.
- 35 7. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en el que el polietilen-2,5-furandicarboxilato presenta una viscosidad intrínseca comprendida entre 0,55 y 1,55 dl/g, determinada en ácido dicloroacético a 25 °C.
- 40 8. Fibra que comprende polietilen-2,5-furandicarboxilato, que presenta una densidad lineal comprendida entre 0,05 y 2,0 tex, presentando el polietilen-2,5-furandicarboxilato una viscosidad intrínseca comprendida de por lo menos 0,45 dl/g, determinada en ácido dicloroacético a 25 °C.
- 45 9. Fibra según la reivindicación 8, que presenta una densidad lineal comprendida entre 0,05 y 0,5 tex.
- 50 10. Fibra según cualquiera de las reivindicaciones 8 o 9, en el que el polietilen-2,5-furandicarboxilato presenta una viscosidad intrínseca comprendida entre 0,45 y 0,85 dl/g, determinada en ácido dicloroacético a 25 °C.
11. Fibra según cualquiera de las reivindicaciones 8 a 10, en la que la fibra se ha obtenido estirando una fibra hilada sin estirar con una relación de estirado comprendida entre 1:1,4 y 1:6,0 en una etapa de estirado secundario.
12. Fibra según cualquiera de las reivindicaciones 8 a 11, que comprende entre un 75 y un 100% en peso de polietilen-2,5-furandicarboxilato, en función del peso de la fibra.
13. Fibra según cualquiera de las reivindicaciones 8 a 12, en la que la fibra comprende, además, por lo menos un polímero distinto al polietilen-2,5-furandicarboxilato.
14. Hilo, que comprende una pluralidad de fibras según cualquiera de las reivindicaciones 8 a 13;
15. Producto tricotado, tejido o no tejido, que comprende un hilo según la reivindicación 14.