

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 740 373**

51 Int. Cl.:

D01F 8/14 (2006.01)
C08G 63/85 (2006.01)
C08G 63/87 (2006.01)
C08G 63/181 (2006.01)
C08G 63/688 (2006.01)
D01D 5/34 (2006.01)
D01F 8/12 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **27.08.2012 PCT/JP2012/071603**
 87 Fecha y número de publicación internacional: **04.04.2013 WO13047051**
 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **27.08.2012 E 12835025 (3)**
 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **26.06.2019 EP 2743384**

54 Título: **Fibra compuesta de núcleo-vaina y método para fabricarla**

30 Prioridad:

30.09.2011 JP 2011217025

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

05.02.2020

73 Titular/es:

**TORAY INDUSTRIES, INC. (100.0%)
1-1, Nihonbashi-Muromachi 2-chome Chuo-ku
Tokyo 103-8666, JP**

72 Inventor/es:

**MIZOTA, JUNICHI;
IDA, TAKASHI y
TAKANAGA, HIDETOSHI**

74 Agente/Representante:

VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro

ES 2 740 373 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

Fibra compuesta de núcleo-vaina y método para fabricarla

5 Campo técnico

La presente invención se refiere a una fibra compuesta de núcleo-vaina que comprende poliéster y poliamida. Más particularmente, la presente invención se refiere a una fibra compuesta de núcleo-vaina favorable para obtener una fibra de poliamida ultrafina, una tela tejida o tricotada y un producto fibroso.

10

Antecedentes

Las fibras de poliamida representadas por la policaproamida y la polihexametilen adipamida, y las fibras de poliéster representadas por el tereftalato de polietileno y el tereftalato de polibutileno se están utilizando ampliamente no solo para su usos de ropa sino también para interiores, interiores de vehículos, usos industriales, etc. debido a sus excelentes propiedades mecánicas y estabilidad dimensional.

15

En el hilado por fusión de una fibra ultrafina con el fin de dar suavidad a la fibra, se puede obtener una fibra cuyo diámetro de un hilo individual es del tamaño de micrómetros al hilar por fusión un solo polímero; sin embargo, con respecto a una fibra ultrafina que no se puede obtener al hilar en fusión un solo polímero, la práctica general es obtener una fibra de sección compuesta mediante la hilatura compuesta de polímeros de diferentes solubilidades y obtener una fibra ultrafina realizando un tratamiento de división de fibras o disolviendo y eliminando el polímero cuya solubilidad es alta.

20

Por ejemplo, los documentos de patente 1 y 2 muestran como ejemplos una fibra compuesta de tipo dividido que comprende un componente de poliamida y un componente de poliéster. El objetivo principal de esta fibra es llevar a cabo un tratamiento de división de fibra química con un agente de hinchamiento para lograr una división uniforme entre el componente de poliéster y el componente de poliamida. Además, esta fibra compuesta de tipo dividido está diseñada para dividir el componente de poliéster y el componente de poliamida, y la disolución del componente de poliéster no es el objetivo principal. Por lo tanto, en caso de que el componente de poliéster se disuelva y se elimine para obtener una fibra de poliamida ultrafina, el tratamiento con álcali requiere una cantidad considerable de tiempo, convirtiéndose en un factor para un mayor coste. Con el fin de reducir el tiempo de tratamiento con álcali, es posible usar una solución alcalina a alta concentración. Sin embargo, en realidad, el tratamiento con solución alcalina requiere que se tomen suficientes medidas contra la contaminación del ambiente de trabajo y la contaminación ambiental debido a problemas de seguridad de los agentes. Además, el coste de trabajo del tratamiento con solución alcalina es alto, y no se puede decir que el aumento de la concentración de la solución alcalina sea un método favorable para la fabricación industrial en términos de seguridad laboral, seguridad ambiental y aumentos de costes. Además, el componente de poliéster, que es pobre en capacidad de elución alcalina, tiene problemas de no disolverse completamente sino que es probable que permanezca parcialmente sin disolverse.

25

30

35

40

Además, el documento de patente 3 muestra, como ejemplo de un componente de poliéster fácilmente eluible por álcali en una fibra compuesta de tipo dividido que comprende un componente de poliamida y un componente de poliéster, un poliéster obtenido por copolimerización de un componente de ácido dicarboxílico aromático que tiene una sal de ácido sulfónico en un componente de ácido dicarboxílico y polialquilenglicol que tiene un peso molecular promedio de 1000 a 10.000. Sin embargo, dicha fibra, aunque tiene una capacidad de elución alcalina, es pobre en compatibilidad con la poliamida, por lo que en el momento de la confección del hilo de una fibra compuesta de núcleo-vaina, es probable la separación de la interfaz interna de la fibra compuesta, dando lugar a un problema de dispersión de la pelusa. El documento de patente 4 describe dos tipos diferentes de resina de poliamida que se utilizan para hacer fibra compuesta de tipo dividido, y un tratamiento de reducción de peso alcalino adicional para confeccionar una fibra de denier fina. El documento de patente 5 describe una fibra compuesta para su uso en la fabricación de filamentos súper finos.

45

50

Documentos de la técnica anterior**55 Documentos de patentes**

Documento de patente 1: N.º de publicación de solicitud de patente japonesa 2003-336128 (JP 2003-336128 A)

Documento de patente 2: N.º de publicación de solicitud de patente japonesa 2006-322131 (JP 2006-322131 A)

Documento de patente 3: N.º de publicación de solicitud de patente japonesa 2005-194681 (JP 2005-194681 A)

60

Documento de patente 4: Patente coreana N.º KR920003139 B1

Documento de patente 5: N.º de publicación de solicitud de patente francesa FR2647815 A1

Sumario de la invención**65 Problemas a resolver por la invención**

Un objetivo de la invención es la tarea de proporcionar una fibra compuesta de núcleo-vaina que sea capaz de resolver el problema de la técnica relacionada como se ha mencionado anteriormente, restringir la separación de la interfaz interna de la fibra compuesta y, por lo tanto, mejorar considerablemente la formación de pelusa y la rotura del hilo en el momento de la confección de hilos de una fibra compuesta de poliéster y poliamida de núcleo-vaina, que mejora considerablemente las características de la elución alcalina del poliéster y de una tela tejida o tricotada.

Medios para resolver los problemas

Para resolver la tarea antes mencionada, la presente invención adopta las siguientes construcciones.

(1) Una fibra compuesta de núcleo-vaina caracterizada por que un componente del núcleo es un poliéster fácilmente eluible con compuestos alcalinos cuya unidad de repetición principal está construida de tereftalato de etileno y que contiene del 2,0 al 5,5 % en moles de un componente de ácido isoftálico que contiene un grupo de sulfonato metálico relativo a un componente ácido total y de un 3,0 a un 6,0 % en moles de un componente de ácido adípico en relación con el componente ácido total, y un componente de la vaina es una poliamida, en el que una velocidad de reacción unitaria (T/S) de un ácido tereftálico que causó una reacción de intercambio de éster-amida es del 0,0005 al 0,0025 % · mm, en el que T es la velocidad de reacción (%) del ácido tereftálico que causó la reacción de intercambio de éster-amida y S es el área de superficie del núcleo de una porción del eje de fibra por 1 mm³ de fibra de sección compuesta de tipo núcleo-vaina (mm²/mm³).

(2) La fibra compuesta de núcleo-vaina que se describe en (1) caracterizada por que, en una forma de sección de fibra, una porción de la vaina que comprende la poliamida se divide en tres o más porciones por el poliéster fácilmente eluible con compuestos alcalinos, y el al menos poliéster fácilmente eluible con compuestos alcalinos está parcialmente expuesto sobre una superficie de fibra.

(3) La fibra compuesta de núcleo-vaina que se describe en (1) o (2) caracterizada por que el poliéster fácilmente eluible con compuestos alcalinos contiene un compuesto de titanio soluble en poliéster de 3 a 10 ppm en una base equivalente de titanio elemental, y contiene un compuesto de fósforo de 5 a 40 ppm en una base equivalente de fósforo elemental.

(4) La fibra compuesta de núcleo-vaina que se describe en cualquiera de (1) a (3) caracterizada por que la relación de masa entre el poliéster fácilmente eluible con compuestos alcalinos y la poliamida está en el rango de 5:95 a 40:60.

(5) Un método para fabricar una fibra compuesta de núcleo-vaina caracterizada por realizar hilatura por fusión con un componente del núcleo que es un poliéster fácilmente eluible con compuestos alcalinos y una componente de la vaina que es una poliamida, cuya temperatura de hilado está dentro de +70 °C desde el punto de fusión del polímero que tiene el punto de fusión más bajo entre la poliamida y el poliéster que eluye fácilmente con compuestos alcalinos, en el que los puntos de fusión son los determinados por calorimetría de barrido diferencial a una tasa de 20 °C/min, el poliéster fácilmente eluible con compuestos alcalinos tiene una unidad de repetición principal que se construye con tereftalato de etileno y contiene del 2,0 al 5,5 % en moles de un componente de ácido isoftálico que contiene un grupo de sulfonato metálico con respecto a un componente de ácido total y del 3,0 al 6,0 % en moles de un componente de ácido adípico en relación con el componente de ácido total; una cantidad de grupo amino terminal de la poliamida que constituye el componente de la vaina que es de 5×10^{-5} a $5,5 \times 10^{-5}$ mol/g según lo determinado por la titulación de ácidos; y una cantidad de grupo carboxilo terminal del poliéster que constituye el componente del núcleo que es de 35 a 55 eq/t según lo determinado por la titulación de bases.

(6) Una tela tejida o tricotada en la que se utiliza una fibra compuesta de núcleo-vaina al menos en una parte de la tela tejida o tricotada, en la que la fibra compuesta de núcleo-vaina se describe en cualquiera de (1) a (4) o la fibra compuesta de núcleo-vaina se obtiene utilizando el método para fabricar la fibra compuesta de núcleo-vaina que se describe en (5).

Efectos de la invención

De acuerdo con la presente invención, el poliéster contenido en la fibra compuesta de núcleo-vaina, que se copolimeriza con un componente de ácido isoftálico que contiene grupos de sulfonato metálico, y se copolimeriza además con un componente de ácido adípico, es capaz de restringir la separación de la interfaz interna de la fibra compuesta en el momento de la confección del hilo y mejora considerablemente la formación de pelusa, rotura del hilo, etc. Además, dado que la capacidad de elución alcalina mejora, es posible obtener una fibra compuesta de núcleo-vaina que tiene una velocidad de elución alcalina rápida y permite acortar el tiempo del tratamiento de elución, y por lo tanto es industrialmente ventajoso.

Aún más, al confeccionar una fibra de poliamida ultrafina mediante la eliminación por disolución del poliéster contenido en la fibra compuesta de núcleo-vaina de la invención, es posible obtener excelentes propiedades que las fibras de poliamida de la técnica relacionada no tienen. Se obtienen telas tejidas o tricotadas y productos fibrosos que son excelentes, particularmente en suavidad y son agradables al tacto.

Breve descripción de los dibujos

[FIG. 1] En la FIG. 1, (a) a (c) son vistas en sección de la fibra que muestran esquemáticamente ejemplos de

formas de sección de fibra de fibras compuestas de núcleo-vaina de la presente invención, y (a) a (c) muestran individualmente ejemplos preferidos.

Formas para llevar a cabo la invención

5

A continuación, la presente invención se describirá con más detalle.

10

La fibra compuesta de núcleo-vaina de la presente invención es una fibra compuesta de núcleo-vaina en la que un poliéster fácilmente eluible con compuestos alcalinos es un componente del núcleo y una poliamida es un componente de la vaina.

15

20

La poliamida que constituye la fibra compuesta de núcleo-vaina de la presente invención es una resina que comprende una estructura de alto peso molecular en la que los denominados grupos hidrocarburo están unidos a una cadena principal a través de enlaces amida. Dichas poliamidas se componen principalmente de policaproamida (nylon 6), que es excelente en cuanto a la capacidad de tñido y las propiedades mecánicas, y es adecuada para el hilado por fusión de material compuesto junto con un poliéster fácilmente eluible con compuestos alcalinos. El término "principalmente" mencionado en el presente documento se refiere a policaproamida, en términos de unidades de ϵ -caprolactama de policaproamida, que es del 80 % en moles o más, y más preferiblemente del 90 % en moles o más de todas las unidades monoméricas. Como otros componentes, que no están particularmente limitados, se pueden citar, por ejemplo, unidades de ácido amino carboxílico, ácido dicarboxílico, diamina, etc., que son monómeros que constituyen polidodecanoamida, polihexametilen adipamida, polihexametilen azelamida, polihexametilen sebacamida, polihexametilen dodecanoamida, polimetaxililen adipamida, polihexametilen tereftalamida, polihexametilen isoftalamida, etc.

25

Además, puede combinarse un aditivo para mejorar la productividad, como la resistencia al calor o similares, y puede combinarse un aditivo para proporcionar una función de desintegración, absorción de humedad, acción antimicrobiana, protección ultravioleta, retención de calor, etc. siempre que estén en un rango de cantidad y sea de un tipo tal que el objeto de la invención no se vea afectado. Sin embargo, la adición de una partícula inorgánica que exceda de 1 μm no es preferible porque la propiedad de la fabricación y/o la durabilidad del hilo disminuirían.

30

Aunque la adición de una partícula inorgánica, incluido un pigmento blanco, no está limitada, se prefiere que su cantidad sea menor o igual al 2,0 % en masa y es más preferido que sea menor o igual al 1,0 % en masa con respecto a la cantidad de la poliamida.

35

Además, el grado de polimerización de la poliamida se puede seleccionar, según corresponda, de un rango adecuado para los requisitos de propiedad de una fibra de poliamida ultrafina obtenida mediante la disolución y eliminación del poliéster fácilmente eluible con compuestos alcalinos contenido en la fibra compuesta de núcleo-vaina o de telas tejidas o tricotadas o productos fibrosos de la fibra, un rango adecuado para obtener de forma estable la fibra, las telas tejidas o tricotadas o los productos fibrosos. Sin embargo, el grado de polimerización de la poliamida está preferiblemente en el rango de 2,0 a 3,6 y más preferiblemente en el rango de 2,4 a 3,3 en viscosidad relativa al 98 % de ácido sulfúrico a 25 °C.

40

45

El poliéster que constituye la fibra compuesta de núcleo-vaina de la presente invención tiene como esqueleto básico un tereftalato de polietileno obtenido después de una reacción esterificada o una reacción de intercambio de éster de un ácido dicarboxílico, o un derivado formador de éster del mismo y un diol, o un derivado formador de éster del mismo.

50

Ese tereftalato de polietileno es un poliéster fácilmente eluible con compuestos alcalinos que contiene del 2,0 al 5,5 % en moles de un componente de ácido isoftálico que contiene grupos de sulfonato metálico en relación con un componente de ácido total y del 3,0 al 6,0 % en moles de un componente de ácido adípico en relación con el componente de ácido total.

55

En lo que respecta al poliéster fácilmente eluible con compuestos alcalinos, es esencial que se copolimerice del 3,0 al 6,0 % en moles del componente de ácido adípico con respecto al componente ácido total, para que el poliéster fácilmente eluible con compuestos alcalinos tenga una capacidad de elución alcalina y una afinidad a la poliamida. La cantidad del componente de ácido adípico con respecto al componente de ácido total es más preferiblemente del 3,5 al 5,5 % en moles, y lo más preferiblemente del 4,0 al 5,5 % en moles. Si es inferior al 3,0 % en moles, se produce una separación en las interfaces de fibra compuesta y la capacidad de elución alcalina también disminuye, aunque el tono de color y la resistencia al calor del poliéster obtenido son buenos. Si es mayor que el 6,0 % en moles, la resistencia térmica del poliéster obtenido es pobre, por lo que la propiedad de confección del hilo se vuelve mala.

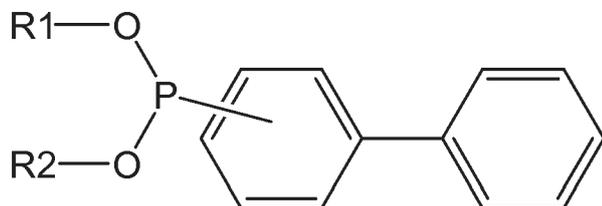
60

65

Como monómeros que constituyen el componente de ácido adípico del poliéster fácilmente eluible con compuestos alcalinos, se utiliza ácido adípico o un derivado formador de éster del ácido adípico. Por ejemplo, como derivado formador de ácido adípico, se puede usar un derivado formador de ácido adípico tal como éster metílico, éster etílico, éster isopropílico, éster de etilenglicol, etc. Se prefiere que este componente de ácido adípico sea un ácido adípico o un adipato de dimetilo desde el punto de vista de que la obtención de materias primas sea fácil.

- Es esencial que el poliéster fácilmente eluible con compuestos alcalinos contenga del 2,0 al 5,5 % en moles de un componente de ácido isoftálico que contiene grupos de sulfonato metálico con respecto al componente ácido total, para tener una buena capacidad de elución alcalina. La cantidad de este componente de ácido isoftálico que contiene grupos de sulfonato metálico varía más preferiblemente del 2,0 % en moles al 4,0 % en moles, y lo más preferiblemente del 2,0 % en moles al 3,0 % en moles. Si la cantidad del componente de ácido isoftálico es menor que el 2,0 % en moles, la capacidad de elución con un álcali disminuye, aunque el tono de color y la resistencia al calor del poliéster obtenido son buenos. Si la cantidad del componente de ácido isoftálico es mayor que el 5,5 % en moles, la resistencia térmica del poliéster es inferior, por lo que la propiedad de confección de hilo se vuelve mala.
- Como monómeros que forman el componente de ácido isoftálico que contiene grupos de sulfonato metálico en el poliéster fácilmente eluible con compuestos alcalinos, se puede usar un componente de ácido isoftálico conocido que contiene grupos de sulfonato metálico, y es preferiblemente dimetil 5-sulfoisofalato de sodio.
- Se prefiere que el poliéster fácilmente eluible con compuestos alcalinos contenga compuesto de titanio soluble en un poliéster, y la cantidad de compuesto de titanio es de 3 a 10 ppm en una base equivalente de titanio elemental. Más preferiblemente, la cantidad del compuesto de titanio es de 4 a 8 ppm. Si la cantidad de compuesto de titanio es inferior a 3 ppm basado en el equivalente de titanio elemental, la actividad de la reacción de polimerización es insuficiente, la reacción se ralentiza y el poliéster obtenido tiene un color amarillento. Si la cantidad de compuesto de titanio es mayor que 10 ppm basado en el equivalente de titanio elemental, la actividad de la reacción de polimerización es buena pero, debido a la alta actividad, el tono de color y la resistencia al calor del poliéster obtenido se deterioran.
- Se prefiere que el compuesto de titanio soluble en el poliéster fácilmente eluible con compuestos alcalinos sea un complejo de titanio. Como agente quelante para formar el complejo, se pueden citar preferiblemente alcohol polihídrico, ácido carboxílico polihídrico, ácido hidroxicarboxílico, ácido carboxílico que contiene nitrógeno, etc. Se prefiere el uso de una o más especies de estos en combinación desde el punto de vista del tono de color y la resistencia al calor del poliéster obtenido.
- En cuanto a los ejemplos concretos del agente quelante para el compuesto de titanio soluble en el poliéster fácilmente eluible con compuestos alcalinos, como el alcohol polihídrico, se pueden citar etilenglicol, propilenglicol, 1,4-butanodiol, manitol, etc., y como ácido carboxílico polihídrico, se pueden citar el ácido ftálico, el ácido trimelítico, el ácido trimésico, el ácido hemimelítico, el ácido piromelítico, etc., y como ácido hidroxicarboxílico, se pueden citar el ácido láctico, el ácido málico, el ácido tartárico, el ácido cítrico, etc., y como ácido carboxílico que contiene nitrógeno, se pueden citar el ácido etilendiaminotetraacético, ácido nitrilotripropiónico, ácido carboxi iminodiacético, ácido carboxi metil iminodipropiónico, ácido dietilentriamino, ácido triilentetraminohexaacético, ácido iminodiacético, ácido iminodipropiónico, ácido hidroxietil iminodiacético, ácido hidroxietil iminodipropiónico, ácido metoxietil iminodiacético, etc. Estos compuestos de titanio se pueden usar solos o combinados. Sucede que el óxido de titanio generalmente utilizado en fibras o similares se excluye del compuesto de titanio al que se hace referencia en la presente invención, ya que el óxido de titanio no es soluble en poliéster.
- Se prefiere que el poliéster fácilmente eluible con compuestos alcalinos contenga un compuesto de fósforo de 5 a 40 ppm en una base equivalente de fósforo elemental. Más preferiblemente, su cantidad es de 9 a 35 ppm. Si la cantidad del compuesto de fósforo es inferior a 5 ppm en la base equivalente del fósforo elemental, puede promoverse la reacción de descomposición del poliéster ya que el componente de ácido adípico y el componente de ácido isoftálico que contienen grupos de sulfonato metálico se han copolimerizado; por lo tanto, el tono de color y la resistencia térmica del poliéster obtenido se deterioran. Si la cantidad del compuesto de fósforo es mayor que 40 ppm en la base equivalente del fósforo elemental, el catalizador de la reacción de polimerización se vuelve inactivo, de modo que la actividad de la reacción de polimerización disminuye y la reacción de polimerización disminuye y, por tanto, el poliéster obtenido es de color amarillento.
- Como compuesto de fósforo, se pueden usar compuestos de fósforo indicados por las fórmulas generales (fórmula 1) a (fórmula 5). El uso del compuesto de fosfonito mostrado por la (fórmula 1) o (fórmula 2) y el compuesto de fosfato mostrado por la (fórmula 3) es preferible ya que el poliéster fácilmente eluible con compuestos alcalinos se mejora aún más en el tono de color en el momento del hilado por fusión y es excelente en resistencia al calor, a pesar de la copolimerización del componente de ácido adípico y del componente de ácido isoftálico que contiene grupos de sulfonato metálico.

[quím. 1]

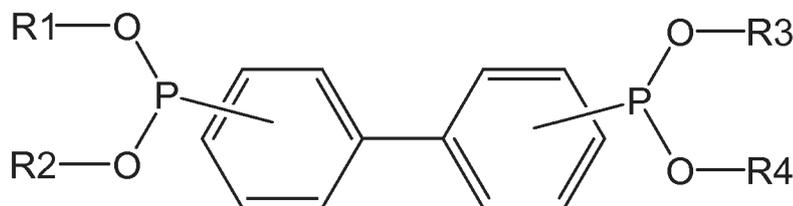


(Fórmula 1)

(En la (fórmula 1) anterior, R1 a R2 indican cada uno independientemente un grupo hidroxilo, o un grupo hidrocarburo con un número de carbonos de 1 a 20.)

5

[quím. 2]

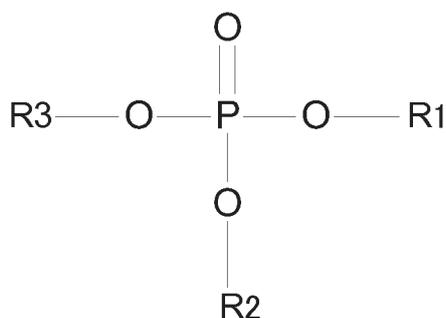


(Fórmula 2)

(En la (fórmula 2) anterior, R1 a R4 indican cada uno independientemente un grupo hidroxilo, o un grupo hidrocarburo con un número de carbonos de 1 a 20.)

10

[quím. 3]



(Fórmula 3)

(En la (fórmula 3) anterior, R1 a R3 indican cada uno independientemente un grupo hidrocarburo con un número de carbonos de 1 a 20.)

15

El deterioro del tono de color o la resistencia al calor del poliéster se produce debido a una reacción secundaria de la reacción de polimerización del poliéster como se muestra claramente en el Manual de resina de poliéster saturado (Nikkan Kogyo Shinbun, primera edición, P.178 a P.198). Esta reacción secundaria con respecto al poliéster genera un componente del grupo terminal vinilo y un componente aldehído por un catalizador metálico que activa el oxígeno del carbonilo de modo que se estira el hidrógeno β. Debido a que los grupos terminales de vinilo forman polienos, el poliéster tiene un color amarillento. Además, dado que se genera el componente aldehído, se rompe el enlace éster de la cadena principal. Por lo tanto, resulta un poliéster inferior en resistencia al calor. En particular, en caso de que el poliéster tenga el componente de ácido adípico o el componente de ácido isoftálico que contiene grupos sulfonato metálico en el esqueleto de poliéster, es probable que se produzca fácilmente la coordinación al oxígeno del carbonilo por el catalizador metálico, y es probable que se extraiga el hidrógeno β, de modo que es probable que se generen el componente del grupo terminal vinilo y el componente aldehído. Debido a que los grupos terminales de vinilo forman polienos, el poliéster tiene un color amarillento. Además, dado que se genera el componente aldehído,

20

25

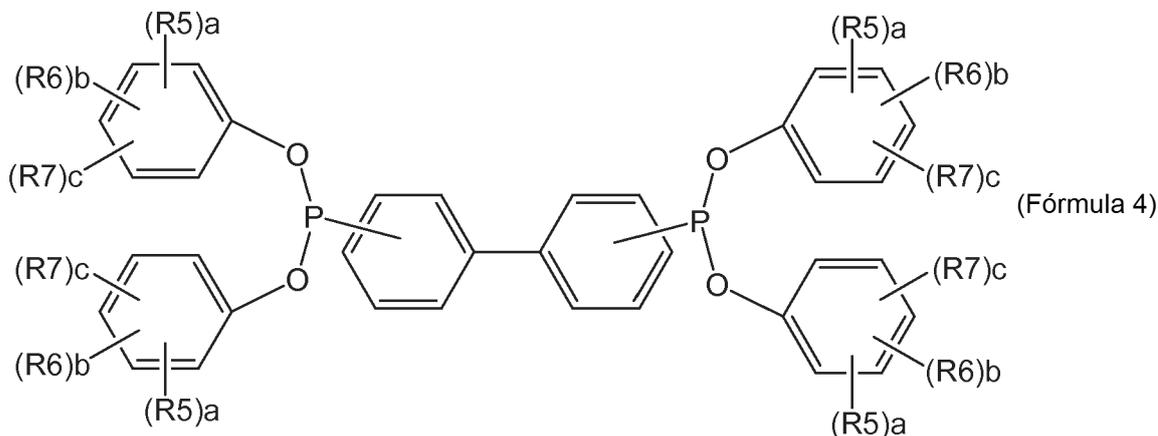
es probable que el enlace éster de la cadena principal se rompa. Por lo tanto, da lugar a un poliéster inferior en resistencia al calor y en tono de color.

Además, si se utiliza un compuesto de titanio como catalizador de polimerización, la activación de la reacción secundaria debida al calor es fuerte, por lo que el componente del grupo terminal vinilo y el componente aldehído se generan en grandes cantidades y, por lo tanto, da lugar a un poliéster de color amarillento e inferior en resistencia al calor. El compuesto de fósforo, al interactuar moderadamente con el catalizador de polimerización, no solo cumple la función de regular la actividad del catalizador de polimerización, sino que también hace que sea menos probable que el compuesto de titanio se coordine con el oxígeno del carbonilo del componente de ácido adípico o el componente del ácido isoftálico que contiene grupos sulfonato metálico.

El uso del compuesto de fosfonito de (fórmula 1) o (fórmula 2) y el compuesto de fosfato de (fórmula 3) del poliéster fácilmente eluible con compuestos alcalinos es preferible porque la resistencia al calor y el tono del color del poliéster se pueden mejorar enormemente mientras se mantiene suficientemente la actividad de polimerización del compuesto de titanio.

En particular, si se usa el compuesto de fósforo indicado por la siguiente fórmula general (fórmula 4), el poliéster es excelente en tono de color y resistencia al calor.

[quím. 4]

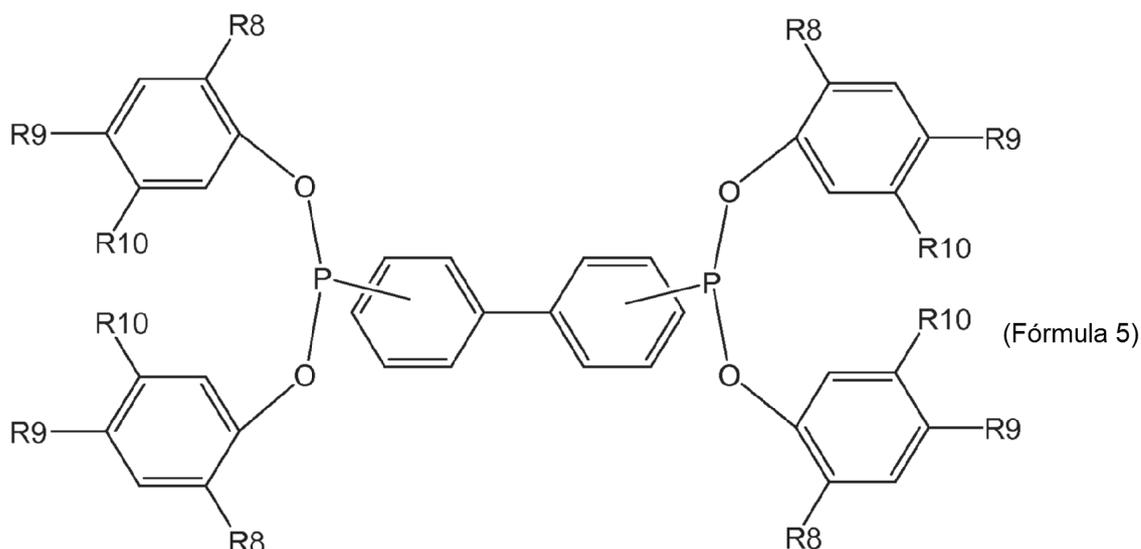


(En la (fórmula 4) anterior, R5 a R7 indican cada uno independientemente un grupo hidroxilo o un grupo hidrocarburo con un número de carbonos de 1 a 10. Sucede que el grupo hidrocarburo puede incluir uno o más de una estructura alicíclica, una rama alifática estructura, una estructura aromática, un grupo hidroxilo y un doble enlace. Además, a, b y c son números enteros y satisfacen a + b + c = 0 a 5.

En cuanto al compuesto de fósforo indicado por la (fórmula 4) anterior, por ejemplo, como compuesto en el que a es 2, b es 0, c es 0, R5 es un grupo terc-butilo y R5 están en las posiciones 2 y 4, se encuentra el tetraquis (2,4-di-terc-butilfenil) [1,1-bifenil]-4,4'-diilbisfosfonito. Este compuesto se puede obtener como IRGAFOS P-EPQ (por la compañía Ciba Specialty Chemicals) o Sandostab P-EPQ (por la compañía Clariant (Japón)).

Entre estos, se prefiere que el compuesto de fósforo sea un compuesto de fósforo indicado por la siguiente fórmula general (fórmula 5), porque el tono de color y la resistencia térmica del poliéster obtenido se vuelven particularmente buenos.

[quím. 5]



(En la (fórmula 5) anterior, R8 a R10 indican cada uno independientemente un grupo hidroxilo o un grupo hidrocarburo con un número de carbonos de 1 a 10. Sucede que el grupo hidrocarburo puede incluir uno o más de una estructura alicíclica, una rama alifática estructura, una estructura aromática, un grupo hidroxilo y un doble enlace.)

En cuanto al compuesto de fósforo indicado por la (fórmula 5) anterior, como compuesto en el que R8 es un grupo terc-butilo, R9 es un grupo terc-butilo y R10 es un grupo metilo, se encuentra el tetraquis (2,4-di-t-butil-5-metilfenil) [1,1-bifenil]-4,4'-ilbisfosfonito. Este compuesto se puede obtener como GSY-P101 (por OSAKI INDUSTRY CO., LTD.).

Además, se prefiere que el compuesto de fósforo indicado por la (fórmula 3) anterior sea fosfato de trimetilo, en la que R1 a R3 son todos grupos metilo, debido a que el tono de color y la resistencia al calor del poliéster obtenido se vuelven buenos. Este compuesto se puede obtener como TMP (por la compañía Daihachi Kagaku).

Se prefiere que el poliéster fácilmente eluible con compuestos alcalinos no incluya sustancialmente un elemento cuya gravedad específica absoluta sea mayor o igual que 5. El elemento cuya gravedad específica absoluta es mayor o igual que 5 es, por ejemplo, un elemento de antimonio generalmente utilizado como catalizador de polimerización, un elemento de cobalto o un elemento de manganeso que generalmente se utiliza como catalizador de intercambio de éster.

Lo mencionado anteriormente "no incluye sustancialmente" significa que el contenido es menor o igual a 10 ppm, y preferiblemente menor o igual a 5 ppm, y más preferiblemente de 0 a 3 ppm.

Aún más, los aditivos conocidos pueden estar contenidos dentro de rangos que no perjudican los objetos de la presente invención. Por ejemplo, dichos aditivos son un agente inhibidor de subproductos para el dietilenglicol (en adelante DEG), como el hidróxido de tetraetilamonio (en adelante, EAH), acetato de litio (en adelante, LAH), etc., un catalizador de reacción de intercambio de éster representado por un acetato metálico tal como acetato de magnesio, un eliminador de radicales representado por IR1010 (pentaeritritol tetraquis [3-(3,5-di-t-butil-4-hidroxifenil) propionato]), por la compañía Ciba Specialty Chemicals) o similares, un deslustrante representado por el óxido de titanio. En particular, se prefiere que el contenido de EAH sea menor o igual a 125 ppm, y más preferiblemente menor o igual a 40 ppm, en una base de nitrógeno equivalente. El contenido de LAH se prefiere que sea de 15 a 70 ppm, y más preferible que sea de 25 a 55 ppm, como elemento de litio. También se puede usar en combinación el agente inhibidor de subproductos para DEG.

En cuanto al acetato de magnesio para su uso como catalizador de reacción de intercambio de éster, la gravedad específica absoluta del magnesio elemental es menor o igual a 5, lo que es preferible. Su contenido, como magnesio elemental, se prefiere que sea de 40 ppm a 100 ppm, y más preferiblemente de 50 ppm a 90 ppm.

Sucede que el óxido de titanio para su uso como deslustrante también puede estar contenido, y puede estar contenido hasta un 2,5 % en masa en términos de concentración de óxido de titanio, para llevar a cabo de manera estable la hilatura de fibras del poliéster fácilmente eluible con compuestos alcalinos obtenido.

La relación de masa entre el poliéster fácilmente eluible con compuestos alcalinos y la poliamida contenida en la fibra compuesta de núcleo-vaina de la presente invención se puede seleccionar según sea apropiado de un rango adecuado para los requisitos de propiedad de una fibra de poliamida ultrafina obtenida mediante la disolución y la eliminación del poliéster eluible fácilmente con compuestos alcalinos contenido en la fibra compuesta de núcleo-vaina o en telas tejidas o tricotadas o productos fibrosos de la fibra, un rango adecuado para obtener de forma estable la fibra, las telas tejidas o tricotadas o los productos fibrosos. Sin embargo, la relación de masa está preferiblemente en el rango de 5:95 a 40:60 en términos de la relación de masa entre el poliéster fácilmente eluible con compuestos alcalinos y la poliamida, y más preferiblemente en el rango de 10:90 a 40:60 desde el punto de vista de la diferenciación de la región de grado de finura obtenida por hilatura directa de la fibra. Además, para controlar la reacción de intercambio de éster-amida a un estado particularmente preferible, es más preferible de 10:90 a 30:70. Si la relación de masa de la poliamida excede de 95, el grado de finura de la fibra de poliamida ultrafina obtenida disolviendo y eliminando el poliéster fácilmente eluible con compuestos alcalinos está dentro de la región de grado de finura obtenida por hilatura directa de la fibra, y puede obtenerse por hilado por fusión de un solo polímero, y por lo tanto no tiene mérito. Además, si la relación de masa de la poliamida es inferior a 60, se produce un caso en el que la cantidad de disolvente necesario para disolver y eliminar el poliéster fácilmente eluible con compuestos alcalinos se vuelve grande, o similar, es decir, la relación de masa de la poliamida como se ha mencionado anteriormente no es preferible desde el punto de vista de la seguridad o la protección del medio ambiente natural, o desde el punto de vista económico. Además, la fibra de poliamida ultrafina obtenida disolviendo y eliminando el poliéster fácilmente eluible con compuestos alcalinos se vuelve demasiado fina en comparación con la fibra compuesta de núcleo-vaina antes de la disolución y eliminación. Por lo tanto, cuando la fibra se fabrica en una tela tejida o tricotada o similar, la densidad del tejido puede volverse áspera, por lo que el diseño textil del producto fibroso puede llegar a ser duro o el producto fibroso puede dar lugar a menos variaciones de productos.

En cuanto a la fibra compuesta de núcleo-vaina de la presente invención, se prefiere que la velocidad de reacción unitaria (A) de un ácido tereftálico que causó la reacción de intercambio de éster-amida sea del 0,0005 al 0,0025 % · mm. La velocidad de reacción unitaria (A) mencionada anteriormente del ácido tereftálico que causó la reacción de intercambio de éster-amida es un valor obtenido al dividir la velocidad de reacción de intercambio (T) del ácido tereftálico unido a éster-amida por el área de superficie (S) de la interfaz interior de la fibra compuesta por unidad de volumen de la fibra compuesta de núcleo-vaina. En caso de que la velocidad de reacción de la unidad (A) sea inferior al 0,0005 % · mm, es probable que la interfaz interna de la fibra compuesta se separe y la pelusa se disperse. Además, en caso de que la velocidad de reacción unitaria (A) exceda del 0,0025 % · mm, se produce la reacción con el ácido tereftálico en la interfaz interna de la fibra compuesta y, en este proceso de reacción, es probable que se genere gel y que la propiedad de confección de hilo se vuelva mala. Más preferiblemente, la velocidad de reacción unitaria (A) es de 0,0009 a 0,0020 % · mm.

La velocidad de reacción de intercambio (T) del ácido tereftálico que causó la reacción de intercambio de éster-amida es un valor calculado a partir de un valor cuantificado de la señal (A1) del ácido tereftálico unido a éster-amida y el valor cuantificado de la señal (A2) del ácido tereftálico total obtenido mediante la medición de los espectros de RMN ¹H, con respecto a la velocidad de reacción de intercambio del ácido tereftálico que causó la reacción de intercambio de éster-amida, por $T = (A1/A2) \times 100$. Además, la velocidad de reacción unitaria (A) del ácido tereftálico que causó la reacción de intercambio de éster-amida es un valor calculado a partir de la velocidad de reacción de intercambio (T) del ácido tereftálico que causó la reacción de intercambio de éster-amida y el área de superficie (S: mm²/mm³) de la interfaz interna de la fibra compuesta por 1 mm³ de la fibra de sección compuesta de tipo núcleo-vaina, por $A (\% \cdot \text{mm}) = T/S$. Además, el valor cuantificado de la señal (A1) del ácido tereftálico unido a éster-amida, el valor cuantificado de la señal (A2) del ácido tereftálico total y el área de superficie (S) de la interfaz interna de la fibra compuesta son como se describen a continuación.

La reacción de intercambio de éster-amida se considera una reacción que se produce únicamente en la interfaz interna entre el poliéster que se eluye fácilmente con compuestos alcalinos y la poliamida de fibra compuesta. En la presente invención, el efecto de una mejora adicional de la propiedad de confección de hilo se puede ejercer controlando la reacción de intercambio de éster-amida. Además, la velocidad de reacción de intercambio (T) del ácido tereftálico unido a éster-amida es la velocidad de reacción de la fibra de sección compuesta de tipo núcleo-vaina en su conjunto. Sin embargo, como se ha mencionado anteriormente, las partes donde ocurre la reacción aparecen en la interfaz interna de la fibra compuesta, y el área donde puede ocurrir la reacción varía dependiendo del diseño de la fibra de la sección compuesta de tipo núcleo-vaina tal como el grado de finura del hilo individual, la relación compuesta, el número de capas, etc. Por ejemplo, en cuanto al valor calculado por la velocidad de reacción unitaria (A), siempre que la velocidad de reacción de intercambio (T) permanezca en el mismo valor, en caso de que el área de la interfaz interna de la fibra compuesta donde ocurre la reacción sea grande, la velocidad de reacción unitaria (A) es pequeña, lo que indica que la reacción de éster-amida está restringida, y en caso de que el área de la interfaz interna de la fibra compuesta donde ocurre la reacción sea pequeña, la velocidad de reacción unitaria (A) es grande, lo que indica que la reacción éster-amida está progresando. Por lo tanto, en la presente invención, se asume el área de superficie de la interfaz interna de la fibra compuesta por unidad de volumen de la fibra compuesta del núcleo-vaina, y la velocidad de reacción de intercambio (T) se divide por esa área de superficie, para evaluar el estado de la reacción de intercambio de éster-amida.

Se prefiere que la cantidad de grupos amino terminales de la poliamida que constituye el componente de la vaina de la fibra compuesta de núcleo-vaina de la presente invención sea de 5×10^{-5} a $5,5 \times 10^{-5}$ mol/g y, más preferiblemente, de $5,1 \times 10^{-5}$ a $5,3 \times 10^{-5}$ mol/g. En caso de que la cantidad de grupos amino terminales de la poliamida sea menor que 5×10^{-5} mol/g, la capacidad de teñido de la fibra de poliamida ultrafina obtenida eluyendo y eliminando el poliéster fácilmente eluible con compuestos alcalinos contenido en la fibra compuesta obtenida de la núcleo-vaina se deteriora, de modo que cuando se tiñe un producto fibroso obtenido de este, la característica de desarrollo del color es inferior y, además, es probable que la interfaz interna de la fibra compuesta entre el poliéster y la poliamida se exfolie, y la pelusa tiende a dispersarse. Además, en caso de que la cantidad de grupos amino terminales del componente de poliamida exceda de $5,5 \times 10^{-5}$ mol/g, la aparición de los reactantes de intercambio inter-poliéster-ésteres de poliamida-amida en la interfaz interna de la fibra compuesta aumenta, por lo que la rotura del hilo tiende a aumentar. Sucede que la cantidad de grupos amino terminales de la poliamida se puede ajustar por métodos conocidos.

Se prefiere que la cantidad de grupos carboxilo terminales del poliéster que constituye el componente del núcleo de la fibra compuesta de núcleo-vaina de la presente invención sea de 35 a 55 eq/t (eq indica una cantidad equivalente, y t indica ton.) y, más preferiblemente, de 40 a 50 eq/t. En caso de que la cantidad de grupos carboxilo terminales del poliéster sea inferior a 35 eq/t, es probable que la interfaz interna entre el poliéster y la poliamida de la fibra compuesta se exfolie, y se produzca el problema de la dispersión de la pelusa. Además, en caso de que la cantidad de grupos carboxilo terminales del poliéster exceda de 55 eq/t, la aparición de reactantes de intercambio inter-poliéster-ésteres de poliamida-amida aumenta en la interfaz interna de la fibra compuesta, por lo que la rotura del hilo tiende a incrementarse. Sucede que para el ajuste de la cantidad de grupos carboxilo terminales del poliéster que constituye el componente del núcleo de la fibra de sección compuesta del tipo núcleo-vaina de la presente invención mencionada anteriormente, se pueden aplicar medios de control ordinarios de la cantidad del grupo carboxi terminal del poliéster; por ejemplo, el ajuste puede realizarse cambiando la temperatura de polimerización final.

El grado de finura del hilo individual de la fibra de poliamida ultrafina obtenida disolviendo y eliminando el poliéster fácilmente eluible con compuestos alcalinos de la fibra compuesta de núcleo-vaina de la presente invención está preferiblemente en el intervalo de 0,1 a 0,5 dtex, y más preferiblemente en el intervalo de 0,1 a 0,3 dtex, y en particular preferiblemente en el intervalo de 0,2 a 0,3 dtex. El grado de finura del hilo individual de esta fibra de poliamida ultrafina, en caso de calcularse a partir de la fibra compuesta de núcleo-vaina, puede calcularse a partir del grado total de finura de la fibra compuesta de núcleo-vaina, el número de filamentos, el número de capas de poliamida, y la relación compuesta de la poliamida. Por ejemplo, en caso de que el grado total de finura sea de 54 decitex, están presentes 18 filamentos, la forma compuesta tiene 8 capas de componente de poliamida que está dispuesta por el poliéster fácilmente eluible con compuestos alcalinos, y la relación compuesta de la poliamida es del 80 % en masa, el grado de finura del hilo individual se calcula como $54 \times 0,8 \div 18 \div 8 = 0,3$ decitex. En caso de que el grado de finura del hilo individual se encuentre en una tela tejida o tricotada o en un producto fibroso, los hilos de fibra de poliamida ultrafina se toman de la tela tejida o tricotada o el producto fibroso, y se aplica una carga inicial a las hebras de hilo y, una vez tomadas las muestras, se mide la longitud del hilo, la masa y el número de filamentos de cada muestra, y se calculan el grado total de finura aparente y el grado de finura del hilo individual. Si el grado de finura del hilo individual de la fibra de poliamida ultrafina es inferior a 0,1 dtex, la luz se refleja de manera difusa, de modo que la característica de desarrollo del color es inferior, la resistencia del teñido se vuelve mala, etc. Por lo tanto, el aspecto de calidad del textil y el producto fibroso es susceptible de degradarse. Una fibra de poliamida ultrafina cuyo grado de finura del hilo individual excede de 0,5 dtex también se puede obtener mediante hilatura por fusión con un solo polímero, y por lo tanto no tiene mérito.

Como forma de la sección de fibra que forma la fibra compuesta de núcleo-vaina de la invención, se prefiere que una porción de la vaina hecha de poliamida se divida en tres o más capas por el poliéster fácilmente eluible con compuestos alcalinos, y al menos el poliéster fácilmente eluible con compuestos alcalinos quede parcialmente expuesto sobre una superficie de fibra. Por ejemplo, en los casos de formas de sección de fibra de la FIG. 1 (a) a (c), es suficiente con que una porción de núcleo 2 esté construida de un poliéster fácilmente eluible con compuestos alcalinos que exista continuamente, y se disponga de manera que se extienda en direcciones de la línea radial desde una porción central de fibra. Como forma preferida, la porción de núcleo 2 está dispuesta de manera que las porciones del mismo que se extienden en direcciones de la línea radial se estrechen hacia la porción periférica exterior de la fibra. Más preferiblemente, la porción de núcleo 2 está dispuesta en forma de estrella hacia la porción periférica externa de la fibra. En cuanto a una porción de la vaina 1, basta con que las porciones de vaina hechas de poliamida estén dispuestas en porciones de espacio independientes formadas entre las protuberancias que se extienden en dirección de la línea radial de la porción de núcleo hecha de las capas formadoras de poliéster fácilmente eluible con compuestos alcalinos en las direcciones de la línea radial. Como forma preferida, es suficiente con que se dispongan de 3 a 12, más preferiblemente, de 4 a 10 capas de poliamida independientes. La FIG. 1 (a) muestra una forma en la que la porción de vaina 1 hecha de poliamida tiene 8 filas, la FIG. 1 (b) muestra una forma en la que la porción de vaina 1 hecha de poliamida tiene 6 filas, y la FIG. 1 (c) muestra una forma en la que la porción de vaina 1 hecha de poliamida tiene 5 filas. Además, es suficiente con que el número concreto de divisiones de la porción de vaina hecha de poliamida se determine teniendo en cuenta las características sensoriales y similares requeridas de la tela tejida o tricotada obtenida, tal como tacto suave o similar.

Además, al menos el poliéster fácilmente eluible con compuestos alcalinos que está parcialmente expuesto en la superficie de la fibra significa que, como se muestra en las FIG. 1 (a) a (c), la porción de núcleo 2 está dispuesta de manera que se extienda en las direcciones de la línea radial desde la porción central de la fibra y que las porciones de las porciones extremas distales estén expuestas sobre la superficie de la fibra. En caso de que el poliéster se disuelva y se elimine, el poliéster expuesto en la superficie de la fibra se sumerge directamente en la solución alcalina y, por lo tanto, se disuelve fácilmente, y si el poliéster no está expuesto (la poliamida cubre el poliéster), se obtiene una estructura relativamente dura de disolver. Por lo tanto, si una porción del extremo distal que constituye el poliéster se cubre con la poliamida, es probable que ocurra una falla de disolución. Preferiblemente, se prefiere que el número de la porción extrema distal de poliéster expuesta sobre la superficie de la fibra sea mayor o igual a $N - 2$ con respecto al número total N de las porciones extremas distales.

Sucede que el número de partes de extremo distal de poliéster expuestas en la superficie de la fibra se encuentra cortando una sección fina de aproximadamente 6 micrómetros de espesor en una dirección transversal de la fibra, después de fijar la fibra con cera o similar según sea necesario, y observando una sección transversal de fibra bajo un microscopio óptico (80iTP-DPH-S por Nikon corporation).

Además, el poliéster y la poliamida son una combinación de diferentes tipos de polímeros, y es probable que estén sujetos a la separación de la interfaz, de modo que se prefiere que la proporción de exposición del poliéster en la superficie de la fibra sea relativamente pequeña. Por lo tanto, se prefiere que la proporción de la longitud total de la porción expuesta del poliéster a la longitud circunferencial de la sección de fibra, es decir, el porcentaje de exposición, sea del 1 al 10 %. Si la proporción supera el 10 %, es probable que se produzca la separación de la interfaz en el momento de la etapa de confección del hilo y, por lo tanto, preocupa el problema de la aparición de pelusa. Si la exposición del poliéster es grande, ocurren con mayor frecuencia la rotura del hilo en la etapa de confección del hilo y la rotura del hilo en un proceso de alto grado (procesamiento del hilo, tejido, tricotado, etc.) y disminuye la productividad.

Sucede que el porcentaje de exposición del poliéster se obtiene cortando una sección de corte fino de aproximadamente 6 micrómetros de espesor en una dirección transversal de la fibra, por ejemplo, después de fijar la fibra con cera, o similar, según sea necesario, y a continuación fotografiar una sección de fibra bajo un microscopio, y medir en la fotografía el diámetro de la fibra y la longitud de una parte expuesta a través de una regla de curva flexible, y calcular la proporción de la parte expuesta del poliéster a la longitud de la circunferencia de la sección de fibra ($2\pi \times$ diámetro de fibra).

Se describirá el método para fabricar la tela tejida o tricotada de la invención.

La tela tejida de la invención se puede formar como una tela tejida realizando el tejido por un método normal. En primer lugar, la urdimbre se realiza colocando las fibras para la urdimbre en la fileta, y las fibras se enrollan alrededor de la barra, y posteriormente las fibras enrolladas alrededor de la barra se dimensionan y se secan. Se realiza así la preparación de la urdimbre. Posteriormente, la urdimbre se coloca a través de la caña de una máquina de tejer, y la trama se impulsa para hacer una tela tejida. En cuanto a la máquina de tejer, existen tipos de máquinas tales como una máquina de tejer de lanzadera, una máquina de tejer de chorro de aire, una máquina de tejer de chorro de agua, un telar de pinza, una máquina de tejer de lanzadera de pinza, etc. La tela tejida puede ser fabricada por cualquier máquina de tejer. Preferiblemente, la máquina de tejer es una máquina de tejer por chorro de aire o una máquina de tejer por chorro de agua, ambas de alta productividad.

Además, sobre la base de la forma de impulsar la trama, existen varias estructuras de tejido como una estructura de tejido liso, una estructura de tejido de sarga (sarga), una estructura de tejido de satén (satén), etc. Cualquier estructura de tejido se puede elegir según el propósito. Además, con respecto a la urdimbre y la trama para su uso para la tela tejida, es necesario que la fibra compuesta de núcleo-vaina se use en al menos una parte de la urdimbre y la trama. El resto de las fibras no están particularmente limitadas a fibras naturales, fibras químicas, etc.

El tejido tricotado de la invención se puede formar como un tejido tricotado mediante el tejido tricotado por un método normal. En cuanto a la máquina de tejer, existen tipos tales como una máquina de tejer plana, una máquina de tejer circular, una máquina de tejer por urdimbre, etc. El tejido tricotado se puede fabricar por cualquier máquina de tejer.

Además, sobre la base del tejido tricotado, existen varias estructuras de tejido tricotado tales como tejido tricotado circular, y en caso de tejido tricotado, estructuras que incluyen tejido tricotado liso, tejido de costilla, tejido de tricotado y enclavamiento (tejido tricotado doble), y en caso de tejido de urdimbre, estructuras que incluyen una estructura de atlas, una estructura de Denbigh, una estructura de cordón, etc. De acuerdo con su propósito puede elegirse cualquier estructura de tejido. Además, con respecto al hilo para su uso en la tela tricotada, es necesario que la fibra compuesta de núcleo-vaina se use en al menos una parte del hilo. El resto de las fibras no están particularmente limitadas a las fibras naturales, fibras químicas, etc.

La fibra compuesta de núcleo-vaina de la presente invención se puede obtener directamente como una tela tejida o tricotada o un producto fibroso, y también se puede proporcionar como una tela tejida o tricotada que tiene al menos

en una parte del mismo la fibra compuesta de núcleo-vaina. Al realizar un tratamiento con álcali, como el tratamiento de división de fibras, la eliminación de la solución, el tratamiento de separación/contracción de las fibras, etc., es posible obtener diversas telas tejidas o tricotadas y productos fibrosos.

- 5 La fibra de poliamida ultrafina, la tela tejida o tricotada y el producto fibroso que tienen al menos en una porción de la misma la fibra de poliamida ultrafina se pueden obtener disolviendo y eliminando el poliéster fácilmente eluible con compuestos alcalinos de la fibra compuesta de núcleo-vaina mediante el tratamiento alcalino. Disolver y eliminar se refiere a disolver y eliminar del 97 al 100 % del poliéster fácilmente eluible con compuestos alcalinos contenido en la fibra compuesta de núcleo-vaina por el tratamiento alcalino. Como tipo de álcali para su uso para la eliminación por disolución, se pueden citar, por ejemplo, álcalis fuertes, que incluyen hidróxidos de metales alcalinos tales como hidróxido de sodio, hidróxido de potasio, hidróxido de litio, etc. Es preferible usar hidróxido de sodio. La concentración de álcali y la temperatura en la eliminación de la solución se pueden establecer de manera arbitraria, de modo que el poliéster fácilmente eluible con compuestos alcalinos se disuelva y solo quede la fibra de poliamida ultrafina. Por ejemplo, en caso de que se use sosa cáustica (hidróxido de sodio), se prefiere que la concentración sea una solución acuosa de 5 a 80 g/l. Si la concentración supera los 80 g/l, el manejo implica riesgos para los trabajadores de fabricación. En caso de que la concentración sea inferior a 5 g/l, se requiere mucho tiempo para la eliminación de la solución, de modo que la productividad disminuya. Además, se prefiere proporcionar sosa cáustica como una solución acuosa de 10 a 50 g/l. Además, se prefiere que la temperatura de la solución acuosa sea de 60 a 120 °C. Si la temperatura de la solución acuosa supera los 120 °C, la resistencia de la fibra de poliamida (especialmente en caso del nailon 6), disminuye, y la propiedad física de la tela tejida o tricotada, como la resistencia al desgarro o la resistencia a la rotura, disminuye. En caso de que la temperatura sea inferior a 60 °C, la velocidad de hidrólisis se vuelve lenta y se requiere mucho tiempo para la eliminación de la solución, de modo que la productividad disminuye.
- 10
- 15
- 20
- 25 La tela tejida o tricotada de la presente invención puede someterse a procesos de acabado y tratamiento. Además, como proceso de acabado, está permitido realizar el procesamiento físico (procesamiento de calandrado y similares) que realiza un acabado mediante el cambio físico de la estructura de la fibra al presurizar/calentar mecánicamente la tela tejida o tricotada, o el procesamiento químico que, mediante un tratamiento con un agente químico como resina o similar, proporciona una nueva función (repelencia al agua/repelencia al aceite, permeabilidad a la humedad/impermeabilización, protección contra llamas/retardo de llama, protección contra el moho, control de ácaros, desodorización/eliminación de olores, antiincrustante, antiarrugas, antiestática).
- 30

El producto fibroso de la invención se puede usar adecuadamente no solo para su uso en prendas de vestir, incluidas prendas interiores, como camisolas, pantalones cortos, etc., tejidos de blusones, etc., pantalones, abrigos, ropa de hombre/mujer, etc., sino también para el uso en materiales de ropa, incluyendo copas de sostén, almohadillas, etc., uso en interiores, como cortinas, alfombras, tapetes, muebles, etc., uso en materiales tecnológicos, incluido fieltro absorbente de agua, paños para pulir, uso en materiales industriales, incluidos filtros, etc., y uso en interiores de vehículos.

- 40 Se describirá el método para fabricar la fibra compuesta de núcleo-vaina de la presente invención.

En cuanto a la fibra compuesta de núcleo-vaina de la invención, la fabricación de la misma mediante hilatura por fusión es la más excelente desde el punto de vista de la conformabilidad, productividad y coste de la composición. Además, con respecto al método de fabricación mediante hilatura por fusión, la fibra compuesta de núcleo-vaina se puede fabricar en cualquier método, como un método en el que las etapas de hilado-estiramiento se realizan continuamente (método de hilado y estiramiento directo), un método en el que un el hilo no estirado se enrolla temporalmente y a continuación se estira (método de dos etapas), un método en el que la velocidad de giro se establece a una alta velocidad, como 3000 m/min o más, de modo que la etapa de estiramiento se omite sustancialmente (método de hilado a alta velocidad), etc. Además, se puede realizar un procesamiento de hilo, tal como falsa torsión, entremezcla de aire, etc., según sea necesario.

- 50 La fabricación por el método de hilado y dibujo directo se mostrará a continuación como ejemplo.

En primer lugar, se describirá una porción de fusión. Para la fusión de la poliamida y el poliéster fácilmente eluible con compuestos alcalinos, se citan un método de fusión a presión y un método de extrusión. Sin embargo, ninguno es particularmente restrictivo. En cuanto a la temperatura de fusión (la denominada temperatura de mantenimiento del calor alrededor del tubo de polímero o el paquete de hilado), es preferible realizar el hilado por fusión a la temperatura más baja posible, ya que permite controlar la reacción de intercambio de éster-amida en el momento del hilado por fusión, de modo que la propiedad de confección del hilo mejorará. En particular, al controlar la temperatura en una boquilla en el momento de la unión de la poliamida y el poliéster fácilmente eluible con compuestos alcalinos, es probable que la propiedad de confección de hilo se vuelva buena. Por lo tanto, aunque se prefiere que la temperatura en la boquilla se pueda medir directamente, se utiliza como sustituto un valor medido de la temperatura de hilado en la superficie de descarga de la boquilla.

- 65 En cuanto a la temperatura de hilado, la hilatura por fusión a una temperatura tan baja como sea posible restringe la reacción de intercambio de éster-amida en el momento del hilado por fusión, por lo que mejora la capacidad de

hilado. Concretamente, se prefiere que la temperatura de hilado esté dentro de +70 °C desde el punto de fusión de un polímero que tenga el punto de fusión más bajo entre la poliamida y el poliéster que eluye fácilmente con compuestos alcalinos, y más preferiblemente dentro de +60 °C.

- 5 Se hace que la poliamida y el poliéster fácilmente eluible con compuestos alcalinos que se ha tejido en el paquete giratorio se unan en confluencia y se formen en una sección compuesta dividida por una boquilla conocida, y se descarguen desde la boquilla.

- 10 La fibra compuesta del núcleo-vaina que se descarga desde la boquilla se enfría, solidifica y se le proporciona un agente de aceite, y a continuación se levanta. Se prefiere que la velocidad de levantamiento esté dentro del rango de 1000 a 5000 m/min, y es preferible que la relación de estiramiento se establezca de manera apropiada para que el porcentaje de alargamiento del hilo estirado esté en el rango del 30 al 50 y a continuación el rodillo de Godet N.º 1 se ajustará a una temperatura termoestable en el rango de 80 a 100 °C, y el rodillo de Godet N.º 2 se configurará a una temperatura termoestable en el rango de 150 a 180 °C, y se realiza el ese tratamiento de estiramiento y calor, y el bobinado se realiza a una velocidad en el rango de 3000 a 5000 m/min. Además, en la etapa del proceso hasta el bobinado, se puede usar un aparato de entrelazado conocido para realizar la mezcla. Si necesario, el número de entremezclas se puede aumentar al someter la fibra al aparato dos o más veces. Además, inmediatamente antes del bobinado, también es posible aplicar adicionalmente un agente de aceite.

20 Ejemplos

- En adelante, la presente invención se describirá adicionalmente en detalle con referencia a ejemplos. La presente invención no está limitada por los siguientes ejemplos de ninguna manera, siempre que no haya desviación de la esencia de la invención. Además, los métodos de medición para las propiedades de la fibra compuesta de núcleo-vaina de la presente invención y la fibra de poliamida ultrafina son los siguientes.

A. Viscosidad intrínseca VI del poliéster

- 30 Las muestras se disolvieron en orto-clorofenol y se sometieron a medición a 25 °C utilizando un viscosímetro Ostwald.

B. Tono de color del poliéster

- 35 Usando un medidor de diferencia de color (SM Color Computer Type SM-T45, de Suga Test Instrument Co., Ltd.), se midió el tono de color del poliéster como un valor de Hunter (valor b). En la polimerización por lotes, se usó el tono de color del poliéster obtenido por muestreo en un tiempo correspondiente a la mitad de la etapa de descarga sobre la base de una masa equivalente.

C. Δ de la viscosidad intrínseca 280 (índice que indica resistencia al calor)

- 40 El poliéster, después de secarse a presión reducida a 150 °C durante 12 horas, se calentó y se fundió durante 60 minutos a 280 °C en una atmósfera de nitrógeno. Después de eso, la viscosidad intrínseca se midió mediante el método A anterior, y la diferencia entre antes y después del calentamiento y la fusión se calculó como Δ de la viscosidad intrínseca 280.

D. Contenido de DEG en poliéster

- 50 El poliéster, después de ser calentado y descompuesto por monometanol amina, se diluyó con 1,6-hexanodiol/metanol y se neutralizó con ácido tereftálico. A continuación, a partir de un área de pico en cromatografía de gases, se encontró el contenido de DEG.

E. Contenido de titanio elemental, fósforo elemental, etc., en poliéster

- 55 Usando un aparato de análisis elemental de rayos X fluorescente (tipo MESA-500W, por la compañía Horiba Seisakusho), se realizó un análisis elemental con respecto a metales contenidos, como el fósforo elemental, el magnesio elemental, etc.

- 60 Sucede que en cuanto a la cuantificación del titanio elemental soluble en poliéster, se eliminó un compuesto de titanio insoluble en poliéster realizando el siguiente tratamiento previo, y a continuación se realizó un análisis de rayos X fluorescente. Es decir, el poliéster se disolvió en orto-clorofenol (5 g de poliéster en 100 g del disolvente) y se añadió diclorometano en una cantidad igual a la solución de poliéster para ajustar la viscosidad de la solución. Después de eso, las partículas fueron sedimentadas por un separador centrífugo (velocidad de revolución de 18.000 rpm, 1 hora). Después de eso, solo fue recuperado un líquido sobrenadante por decantación. Al añadir acetona en una cantidad igual al líquido sobrenadante, el poliéster se volvió a precipitar. Después de eso, se realizó la filtración a través de un filtro de vidrio 3G3 (por IWAKI), y el residuo de filtración se lavó adicionalmente con acetona, y a continuación se secó al vacío durante 12 horas a temperatura ambiente para eliminar la acetona. Con respecto al

poliéster obtenido realizando el tratamiento previo anterior, se realizó un análisis con respecto al titanio elemental.

F. Viscosidad relativa (η_r) en ácido sulfúrico al 98 % de poliamida

- 5 Usando un viscosímetro Ostwald, se midió el número de segundos de una gota a través de la siguiente solución a 25 °C, y el cálculo se realizó mediante la siguiente expresión. Cuando un ácido sulfúrico concentrado al 98 % (T1) en el que se disolvió policaproamida para lograr 1 g/100 ml, y un ácido sulfúrico concentrado al 98 % (T2) se dan,

$$(\eta_r) = T1/T2$$

10

G. Cantidad de grupos carboxilo terminales (eq/t)

Se pesaron con precisión aproximadamente 1,5 g de virutas de poliéster y se añadieron 40 ml de orto-cresol y se logró la disolución a 90 °C, y a continuación se realizó la titulación utilizando una solución de hidróxido de potasio en etanol 0,04 N.

15

H. Cantidad de grupos amino terminales ($\times 10^{-5}$ mol/g)

Se pesaron con precisión aproximadamente 1,0 g de virutas de nailon 6, y se disolvieron en 25 ml de un disolvente mixto de fenol-etanol (83,5:16,5, relación en volumen). A continuación, la titulación se realizó con una solución acuosa de ácido clorhídrico 0,02 N. Sucede que la unidad de las cantidades de grupos amino terminales mostrados en la Tabla 1 y 3 es de 10^{-5} mol/g.

20

I. Punto de fusión (°C)

25

Utilizando un robot DSCRDC220 fabricado por SII NanoTechnology Inc., se recogieron aproximadamente 5 mg de una muestra y se sometió a medición en una atmósfera de nitrógeno en las siguientes condiciones. Después de llevar la muestra a un estado fundido calentando hasta el punto de fusión de +35 °C, se encontró un pico exotérmico observado durante una disminución de la temperatura a 30 °C a una velocidad de disminución de la temperatura de 20 °C/min (disminución de la temperatura de la temperatura de cristalización: Tc). Posteriormente, la muestra se mantuvo a 30 °C durante 3 minutos, y a continuación se encontró la temperatura en un pico endotérmico (punto de fusión: Tm) observado durante un aumento de temperatura hasta el punto de fusión de +35 °C a una velocidad de aumento de temperatura de 20 °C/min. Sucede que en el caso donde se observaron dos o más picos endotérmicos, el punto de mayor intensidad del pico se determinó como punto de fusión.

30

35

J. Velocidad de reacción unitaria (A) del ácido tereftálico que causó la reacción de intercambio de éster-amida

La velocidad de reacción unitaria (A) se calculó mediante la siguiente expresión, utilizando la velocidad de reacción T (%) del ácido tereftálico que causó la reacción de intercambio de éster-amida mencionada a continuación y el área de superficie S del núcleo de una porción de eje de fibra por 1 mm³ de la fibra de sección compuesta de tipo núcleo-vaina (mm²/mm³).

40

$$A (\% \cdot \text{mm}) = T/S$$

- 45 donde T es la velocidad de reacción (%) del ácido tereftálico que causó la reacción de intercambio de éster-amida, y S es el área de superficie del núcleo de la porción del eje de la fibra por 1 mm³ de la fibra de sección compuesta de tipo núcleo-vaina (mm²/mm³).

K. Velocidad de reacción de intercambio (T) del ácido tereftálico que causó la reacción de intercambio de éster-amida por análisis espectral de resonancia magnética nuclear (RMN)

50

Se midió el espectro de RMN ¹H de la fibra (40 mg de muestra) y se calculó la relación del ácido tereftálico unido a éster-amida a partir del valor del área del pico (a) de 7,89 a 8,00 ppm y el valor del área del pico (b) de 8,25 a 8,34 ppm.

55

Velocidad de reacción de intercambio T (%) del ácido tereftálico unido a éster-amida:

$$T (\%) = (A1/A2) \times 100$$

60 Valor cuantificado de la señal A1 del ácido tereftálico unido a éster-amida:

$$A1 = (a - b)/2$$

Valor cuantificado de la señal A2 del ácido tereftálico total:

$$A2 = 100b/0,55$$

5 En cuanto al espectro de RMN ¹H del ácido tereftálico del poliéster copolimerizado fácilmente soluble en compuestos alcalinos utilizado en la presente invención, generalmente se observan un pico principal que se acopla a ¹²C y los picos satélite que se acoplan a ¹³C (dos picos igualmente divididos en ambos lados del pico principal (en las cercanías de 7,89 a 8,00 ppm y en las cercanías de 8,25 a 8,34 ppm).

10 A continuación, en el poliéster donde se produjo el intercambio de éster-amida, se observa una señal derivada del ácido tereftálico unido a éster-amida en las cercanías de 7,89 a 8,00 ppm.

Sucede que el acoplamiento del pico satélite a ¹³C observado en las cercanías de 7,89 a 8,00 ppm y el acoplamiento del pico satélite a ¹³C observado en las cercanías de 8,25 a 8,34 ppm no tienen una diferencia sustancial entre antes y después de la reacción de intercambio de éster-amida.

15 Por lo tanto, la cantidad de ácido tereftálico unido a éster-amida se obtiene restando el valor del acoplamiento del área del pico satélite a ¹³C observada en las cercanías de 8,25 a 8,34 ppm del valor del área del pico en las cercanías de 7,89 a 8,00 ppm y dividiendo la diferencia por 2 ya que hay dos protones en las posiciones orto de los grupos carboxi del ácido tereftálico unido a éster-amida.

20 Concretamente, el valor cuantificado de la señal (A1) del ácido tereftálico unido a éster-amida se calculó como (a - b)/2.

25 Dado que los picos satélite que se acoplan a ¹³C se observan como dos picos igualmente divididos y la relación de existencia natural de ¹³C es de 1,1 %, el valor cuantificado de la señal (A2) del ácido tereftálico total se calculó como 100b/0,55.

Los detalles de las condiciones de medición de RMN ¹H se mencionan a continuación.

Aparato: DRX-500 (por la compañía JEOL)

Frecuencia de observación: 499,8 MHz

30 Núcleo de observación: ¹H

Ancho de observación: 6 kHz

Disolvente: HFIP - d2

Concentración: 40 mg/1 g

Referencia de desplazamiento químico: 4,4 ppm de protón restante en disolvente

35 Número acumulado: 64

Temperatura: 25 °C

Tiempo de repetición: 10,0 seg.

Espín: sin espín.

40 I. Observación de la sección transversal de la fibra en el microscopio electrónico de transmisión (TEM)

La sección transversal de la fibra se observó bajo TEM. La sección transversal de la fibra se observó con el aumento de observación modificado según la necesidad; por ejemplo, 1000 veces cuando se observó la hebra del hilo de fibra completo, y 3000 veces cuando se observó un hilo individual.

45 M. Área de superficie (S) del núcleo de la porción del eje de la fibra por 1 mm³ de fibra de sección compuesta del tipo núcleo-vaina

50 Después de que la sección de fibra se fotografiase bajo TEM como se describe en I arriba, se midieron el diámetro de la fibra y la longitud de la circunferencia de la parte central en la fotografía, y se calculó el área de superficie (S) de la parte del eje de la fibra por 1 mm³ de la fibra de sección compuesta del tipo núcleo-vaina mediante la siguiente expresión.

$$S \text{ (mm}^2\text{/mm}^3\text{)} = X \text{ (mm)} \times Y \text{ (mm/mm}^3\text{)} \times \text{coeficiente de corrección}$$

55 (a) Longitud de la circunferencia de la parte del núcleo (mm): X

(b) Longitud de la fibra (mm) por unidad de volumen (1 mm³): Y (mm/mm³)

$$Y \text{ (mm/mm}^3\text{)} = 1/\text{área seccional de la fibra (valor calculado)}$$

$$60 \text{ Área seccional de fibra (mm}^2\text{)} = [\text{diámetro de fibra (valor calculado)}]^2 \times \pi$$

$$\text{Diámetro de la fibra (valor calculado) (mm)} = 12,54 \times \sqrt{(\text{grado de finura de hilo individual/Gravedad específica de la fibra compuesta de núcleo-vaina}) \times 10^{-3}}$$

65

Gravedad específica de fibra compuesta de núcleo-vaina (g/cm³) = Gravedad específica del polímero del núcleo × relación del núcleo + gravedad específica del polímero de la vaina × relación de vaina

5 Con respecto a los ejemplos, la gravedad específica del nailon 6 fue de 1,14 g/cm³, y la gravedad específica del poliéster fácilmente eluible con compuestos alcalinos fue de 1,38 g/cm³.
(c)

Coefficiente de corrección = diámetro de la fibra (valor calculado)/diámetro de la fibra (valor realmente medido)

10 N. Observación de la sección transversal de la fibra bajo el microscopio óptico

15 Se cortó una sección de corte delgado de aproximadamente 6 micrómetros de espesor en una dirección transversal de la fibra, después de fijar la fibra con cera o similar según las necesidades. A continuación, se observó una sección transversal de la fibra bajo un microscopio óptico (80iTP-DPH-S de la corporación Nikon). La sección transversal de la fibra se observó con el aumento de observación modificado según la necesidad; por ejemplo, 1000 veces cuando se observó la hebra del hilo de fibra completa, y 3000 veces cuando se observó un hilo individual.

O. Porcentaje de exposición de la porción de poliéster de fibra compuesta

20 Después de fotografiar una sección de fibra bajo un microscopio óptico como se describe en N más arriba, el diámetro de la fibra y la longitud de una porción expuesta de la porción de poliéster se midieron en la fotografía a través de una regla de curva flexible, y se calcularon mediante la siguiente expresión.

25 Porcentaje de exposición (%) = (Suma total de longitudes de porciones expuestas)/(2π × diámetro de fibra) × 100

P. Propiedad de hilado

30 La rotura del hilo por 1 tonelada en el momento de la confección de la hebra del hilo de fibra compuesta de núcleo-vaina se ha mostrado con las siguientes referencias.

- a: rotura del hilo que se produce menos de dos veces
- b: rotura del hilo que se produce dos o más veces y menos de cuatro veces
- c: rotura del hilo que se produce cuatro veces o más y menos de seis veces
- d: rotura del hilo que se produce seis veces o más y menos de ocho veces
- 35 e: rotura del hilo que se produce ocho veces o más

Q. Grado de finura

40 El grado de finura se realizó de acuerdo con el método A, sección 8.3.1 en la norma JIS L1013 (2010).

Porcentaje de humedad oficial (%) = Porcentaje de humedad oficial del polímero de la vaina × relación de la vaina + porcentaje de humedad oficial del polímero del núcleo × relación del núcleo

45 Con respecto a los ejemplos, el porcentaje de humedad oficial del nailon 6 es del 4,5 %, y el porcentaje de humedad oficial del poliéster fácilmente eluible con compuestos alcalinos es del 0,4 %.

R. porcentaje de alargamiento

50 El porcentaje de alargamiento se realizó de acuerdo con la sección 8.5.1 de la norma JIS L1013 (2010). Sucede que en cuanto a las condiciones de medición, se utilizó un medidor de tipo de tensión de velocidad constante (TENSILON de la compañía Orientec (KK)), con un intervalo de agarre de 50 cm y una velocidad de tracción de 50 cm/min.

S. Número de pelusas

55 Usando un aparato de recuento de pelusa multipunto (MFC-120 de Toray Engineering Co., Ltd.), la fibra se desenrolló a 600 m/min desde un paquete de fibras seleccionado al azar (1 pieza), y la medición se realizó durante 20 minutos para contar el número de pelusas que se muestran en el aparato. Sucede que se proporcionó una barra de guía de deformación (hecha de acero inoxidable, con un intervalo de guía de 1 mm) antes de un punto de medición, y la fibra se pasó a través de la barra de guía.
60

T. Capacidad de elución alcalina

65 Se prepararon cuatro pequeñas piezas textiles que se habían tejido y se trataron con una solución acuosa de hidróxido de sodio a 20 g/l a 95 °C (un aumento de temperatura de 2 °C). Las piezas se extrajeron a un tiempo de 30 minutos, 60 minutos, 90 minutos y 120 minutos y, en cada momento, se midió la velocidad de reducción de la

cantidad del componente de poliéster. Con respecto al tiempo requerido hasta que la tasa de reducción de la cantidad alcanzó el 90 % o más, se realizó la evaluación de 5 grados sobre la base de las siguientes referencias.

⊙: En el caso de extracción a los 30 minutos, la tasa de reducción de la cantidad es del 90 % o más.

○: En el caso de extracción a 60 minutos, la tasa de reducción de la cantidad es del 90 % o más.

5 Δ: En el caso de extracción a los 90 minutos, la tasa de reducción de la cantidad es del 90 % o más.

×: En el caso de la extracción a los 120 minutos, la tasa de reducción de la cantidad es del 90 % o más.

××: En el caso de extracción a 120 minutos, la tasa de reducción de la cantidad es inferior al 90 %.

U. Suavidad

10

A partir de la fibra, se fabricó una tela de tejido liso cuya densidad de tejido era de 140 crestas/2,54 cm y 105 cursos/2,54 cm, y se impregnó con 20 g/l de solución acuosa de hidróxido de sodio a 95 °C durante 60 minutos, de modo que el componente de poliéster se disolvió y se eliminó. Después de eso, la tela se lavó con agua corriente durante una hora y a continuación se secó al aire durante un día. Con respecto a la tela tejida lisa obtenida, la suavidad se evaluó mediante las sensaciones táctiles de los probadores (30 personas) en cuatro grados sobre la base de las siguientes referencias.

15

⊙: La suavidad es muy buena.

○: La suavidad es bastante buena.

Δ: No hay mucha suavidad.

20

×: No hay suavidad.

Se mostrará un método sintético para el compuesto de titanio utilizado en los siguientes ejemplos.

(CATALIZADOR DE Ti-ÁCIDO LÁCTICO)

25

En un tanque de reacción sustituido con nitrógeno, se añadieron 536,4 g de ácido láctico (por Wako Pure Chemical Industries, Ltd.) a 40 l de etilenglicol como disolvente de reacción, y se calentó a 80 °C. Posteriormente, después del enfriamiento a 40 °C, se añadieron 712 g de tetraisopropóxido de titanio (por Nippon Soda Co., Ltd.), y se agitó durante 24 horas. De esta manera, se obtuvo un catalizador de Ti-ácido láctico (contenido de titanio: 2,63 g/l).

30

(CATALIZADOR DE Ti-MANITOL)

35

En un tanque de reacción sustituido con nitrógeno, se añadieron 456,8 g de manitol (de Tokyo Chemical Industry Co., Ltd.) a 40 l de etilenglicol como disolvente de reacción, y se disolvió calentándolo a 80 °C. Posteriormente, después del enfriamiento a 40 °C, se añadieron 712 g de tetraisopropóxido de titanio (por Nippon Soda Co., Ltd.), y se agitó durante 24 horas. De esta manera, se obtuvo un catalizador de Ti-manitol (contenido de titanio: 2,63 g/l).

<Ejemplo 1>

40

(MÉTODO DE POLIMERIZACIÓN)

45

En un tanque de reacción de intercambio de éster equipado con una torre de rectificación, se puso ácido dimetil tereftálico en una cantidad de 927 partes en masa, y se puso etilenglicol en 595 partes en masa. Además, se introdujo adipato de dimetilo de modo que su concentración con respecto al componente ácido total en un poliéster obtenido pasó a ser del 5,1 % en moles, y se puso dimetil 5-sulfoisofalato de sodio en que la concentración del mismo pasó a ser del 2,4 % en moles con respecto al componente ácido total en el poliéster obtenido. Después de eso, se añadió un catalizador de Ti-ácido láctico en una cantidad de 5 ppm sobre una base equivalente de titanio elemental, se añadió tetraquis (2,4-di-t-butil-5-metilfenil) [1,1-bifenil]-4,4'-diilbisfosfonito (GSY-P101 de Osaki Industry Co., LTD.) como compuesto de fósforo A para que esté en una cantidad de 10 ppm en una base equivalente de fósforo elemental, y se añadió acetato de magnesio tetrahidratado en una cantidad de 600 ppm. Después de eso, se añadió EAH20 (una mezcla del 20 % en masa de hidróxido de tetraetilamonio, 67 % en masa de agua y 13 % en masa de metanol, de la compañía Sanyo Chemical) en una cantidad de 1200 ppm (29,3 ppm en una base de nitrógeno equivalente). Después de eso, la temperatura del tanque de reacción de intercambio de éster se elevó gradualmente para hacer progresar las reacciones mientras se destilaba el metanol producido durante la reacción de intercambio de éster fuera del sistema de reacción, de modo que se obtuvo un polímero bajo. Después de eso, el polímero bajo se transfirió como un líquido desde el tanque de reacción de intercambio de éster a un tanque de reacción de polimerización. Una vez finalizada la transferencia de líquido, se añadió óxido de titanio en forma de una suspensión de etilenglicol, de modo que su concentración en el poliéster pasó a ser del 0,07 % en masa. Además, 5 minutos más tarde, la temperatura del interior del tanque de reacción se elevó gradualmente de 240 °C a 280 °C, y la presión se redujo a 50 Pa mientras se eliminaba el etilenglicol por destilación. En el momento en que se alcanzó un par de agitador predeterminado (valor de potencia eléctrica), el sistema de reacción se sometió a purga de nitrógeno, y así se reanudó la presión normal y se detuvo la reacción de polimerización. Después de descargarse en forma de hebra y de enfriarse, la descarga se cortó inmediatamente para obtener gránulos de poliéster. Sucede que el tiempo desde el inicio de la reducción de la presión hasta el momento en que se alcanzó el par de torsión predeterminado del agitador fue de aproximadamente 2 horas y 15 minutos. El poliéster obtenido fue un poliéster con una viscosidad intrínseca de 0,62, un contenido de DEG del 2,0 % en masa, un valor de b de 17,9 y una

65

viscosidad intrínseca Δ 280 de 0,020 y es excelente en tono de color y resistencia al calor. Las propiedades del poliéster obtenido se indican en la Tabla 1.

(MÉTODO DE HILATURA DE LA FIBRA)

5 Las virutas del poliéster se secaron mediante un método normal, de modo que el porcentaje de humedad llegó a ser del 0,01 % en masa o menos. Además, como poliamida, las virutas de nailon 6 cuya viscosidad relativa del ácido sulfúrico (η_r) era de 2,6 se secaron mediante un método normal, de modo que el porcentaje de humedad llegó a ser del 0,05 % en masa o menos.

10 Las virutas de poliéster obtenidas se fundieron a una temperatura de fusión de 270 °C y las virutas de nylon 6 a 270 °C, en proporciones del 20 % en masa de las virutas de poliéster anteriores y del 80 % en masa de las virutas de nylon 6, individualmente en fundidores de presión separados, y se unieron en una confluencia en un paquete giratorio y una boquilla y se conformaron en un compuesto de núcleo-vaina, que se descargó de una boquilla. En
15 cuanto a la boquilla, se usó una boquilla que, por hilo individual (orificio), forma un componente de la vaina en ocho divisiones y en la que el número de orificios fue de 36. Además, la temperatura de hilado fue de 270 °C. Después de descargarse de la boquilla, la descarga se enfrió con un viento frío a 18 °C y se le suministró aceite, y a continuación se estiró 2,20 veces a una temperatura del primer rodillo de Godet de 90 °C y una temperatura del segundo rodillo de Godet de 150 °C, y se enrolló a una velocidad de bobinado de 4000 m/min para obtener una fibra compuesta de
20 núcleo-vaina que tiene una estructura estrellada (FIG. 1 (a)) en la que se dividió una porción de la vaina hecha de nailon 6 de 54 dtex-18 filamentos en ocho divisiones.

(MÉTODO DE EVALUACIÓN)

25 La fibra compuesta de núcleo-vaina obtenida se evaluó con respecto a la propiedad de hilado, el porcentaje de exposición, el grado de finura, el porcentaje de alargamiento, el número de pelusas, la capacidad de elución alcalina y la suavidad. Los resultados de la evaluación se muestran en la Tabla 3.

<Ejemplos de 2 a 5>

30 La polimerización y el hilado se llevaron a cabo sustancialmente de la misma manera que en el Ejemplo 1, excepto por que la relación de masa de poliéster-poliamida y la forma de la sección de la fibra se ajustaron a las condiciones indicadas en las Tablas 1 y 3, para obtener fibras compuestas de núcleo-vaina que tienen estructuras estrelladas (FIG. 1 (a) a (c)) en las que una porción de la vaina hecha de nailon 6 de 54 dtex-18 filamentos se dividió en 5, 6 u 8
35 porciones.

Las fibras compuestas de núcleo-vaina obtenidas se evaluaron con respecto a la propiedad de hilado, el porcentaje de exposición, el grado de finura, el porcentaje de alargamiento, el número de pelusas, la capacidad de elución alcalina y la suavidad. Los resultados de la evaluación se muestran en la Tabla 3.

40 Los Ejemplos 1 a 5 eran buenos en cuanto a la propiedad de hilado, tenían poca cantidad de pelusas y eran excelentes en capacidad de elución alcalina.

45 Además, las telas tejidas lisas que emplean las fibras compuestas de núcleo-vaina obtenidas, junto con 20 g/l de solución acuosa de hidróxido de sodio, exhibieron una tasa de disolución de poliéster del 97 % o superior después de 60 minutos \times 95 °C (aumento de temperatura de 2 °C), y la sensación (suavidad) de las telas tejidas lisas era buena. Los Ejemplos 1 a 2, 4 y 5 cuyos grados de finura del hilo individual eran pequeños, eran excelentes en suavidad.

50 <Ejemplos 6 a 10>

La polimerización y el hilado se llevaron a cabo sustancialmente de la misma manera que en el Ejemplo 1, excepto por que el tipo de compuesto de titanio y el tipo y la cantidad de compuesto de fosfato se ajustaron a las condiciones indicadas en las Tablas 1 y 3, para obtener las fibras compuestas de núcleo-vaina que tienen estructuras estrelladas
55 (FIG. 1 (a)) en las que una porción de la vaina hecha de nailon 6 de 54 dtex-18 filamentos se dividió en 8 porciones. Sucede que las características de las virutas de poliéster obtenidas (valor b, Δ viscosidad intrínseca 280) se indican en la Tabla 1.

60 Las fibras compuestas de núcleo-vaina obtenidas se evaluaron con respecto a la propiedad de hilado, el porcentaje de exposición, el grado de finura, el porcentaje de alargamiento, el número de pelusas, la capacidad de elución alcalina y la suavidad. Los resultados de la evaluación se muestran en la Tabla 3.

Los Ejemplos 6 a 10 eran buenos en cuanto a la propiedad de hilado, tenían poca pelusa y eran excelentes en capacidad de elución alcalina.

65 Además, las telas tejidas lisas que emplean las fibras compuestas de núcleo-vaina obtenidas, junto con 20 g/l de

solución acuosa de hidróxido de sodio, exhibieron una tasa de disolución de poliéster del 97 % o superior después de 60 minutos × 95 °C (aumento de temperatura de 2 °C), y la sensación (suavidad) de las telas tejidas lisas era excelente.

5 <Ejemplos 11 a 15>

La polimerización y el hilado se llevaron a cabo sustancialmente de la misma manera que en el Ejemplo 1, excepto por que la clase y cantidad de compuesto de titanio y el tipo y cantidad de compuesto de fosfato se ajustaron a las condiciones indicadas en las Tablas 2 y 4, para obtener fibras compuestas de núcleo-vaina que tienen estructuras estrelladas (FIG. 1 (a)) en las que una porción de la vaina hecha de nailon 6 de 54 dtex-18 filamentos se dividió en 8 porciones. Sucede que las características de las virutas de poliéster obtenidas (valor b, Δ viscosidad intrínseca 280) se indican en la Tabla 2.

Las fibras compuestas de núcleo-vaina obtenidas se evaluaron con respecto a la propiedad de hilado, el porcentaje de exposición, el grado de finura, el porcentaje de alargamiento, el número de pelusas, la capacidad de elución alcalina y la suavidad. Los resultados de la evaluación se muestran en la Tabla 4.

Los Ejemplos 11 a 15 eran buenos en cuanto a la propiedad de hilado, escasas en la aparición de pelusas y excelentes en capacidad de elución alcalina.

Además, las telas tejidas lisas que emplean las fibras compuestas de núcleo-vaina obtenidas, junto con 20 g/l de solución acuosa de hidróxido de sodio, exhibieron una tasa de disolución de poliéster del 97 % o superior después de 60 minutos × 95 °C (aumento de temperatura de 2 °C), y la sensación (suavidad) de las telas tejidas lisas era muy buena.

25 <Ejemplos comparativos 1 a 6>

La polimerización y el hilado se llevaron a cabo sustancialmente de la misma manera que en el Ejemplo 1, excepto por que la cantidad de compuesto de ácido adípico y la cantidad de un componente de ácido isoftálico se ajustaron a las condiciones indicadas en las Tablas 5 y 6, para obtener fibras compuestas de núcleo-vaina que tienen estructuras estrelladas (FIG. 1 (a)) en las que una porción de la vaina hecha de nailon 6 de 54 dtex-18 filamentos se dividió en 8 porciones. Sucede que las características de las virutas de poliéster obtenidas (valor b, Δ viscosidad intrínseca 280) se indican en la Tabla 5.

Las fibras compuestas de núcleo-vaina obtenidas se evaluaron con respecto a la propiedad de hilado, el porcentaje de exposición, el grado de finura, el porcentaje de alargamiento, el número de pelusas, la capacidad de elución alcalina y la suavidad. Los resultados de la evaluación se muestran en la Tabla 6.

Los Ejemplos comparativos 1, 3 y 5, aunque buenos en cuanto a la propiedad de confección del hilo y bajos en la aparición de pelusas, fueron inferiores en capacidad de elución alcalina.

Además, las telas tejidas lisas que emplean las fibras compuestas de núcleo-vaina obtenidas, junto con 20 g/l de solución acuosa de hidróxido de sodio, exhibieron una tasa de disolución de poliéster inferior al 90 % después de 60 minutos × 95 °C (aumento de temperatura de 2 °C), que era un estado en el que el poliéster quedaba sin disolver, y la sensación (suavidad) de las telas tejidas lisas fue inferior.

Los Ejemplos comparativos 2, 4 y 6, aunque pequeños en la aparición de pelusas y excelentes en la capacidad de elución alcalina, fueron inferiores en la propiedad de confección de hilo ya que con frecuencia se produjo la rotura del hilo debido a la baja resistencia térmica del poliéster.

Además, las telas tejidas lisas que emplean las fibras compuestas de núcleo-vaina obtenidas, junto con 20 g/l de solución acuosa de hidróxido de sodio, exhibieron una tasa de disolución de poliéster del 97 % o más después de 60 minutos × 95 °C (aumento de temperatura de 2 °C), y la sensación (suavidad) de las telas tejidas lisas era buena.

55 <Ejemplo comparativo 7>

La polimerización y el hilado se llevaron a cabo sustancialmente de la misma manera que en el Ejemplo 1, excepto por que las virutas de poliéster se reemplazaron con virutas de polietilen tereftalato no copolimerizadas (una viscosidad intrínseca de 0,62, un contenido de DEG del 1,0 % en masa, un valor de b de 7,8, una viscosidad intrínseca Δ 280 de 0,026), para obtener una fibra compuesta de núcleo-vaina que tiene una estructura estrellada (FIG. 1 (a)) en la que una porción de la vaina hecha de nailon 6 de 54 dtex-18 filamentos se dividió en 8 porciones.

La fibra compuesta de núcleo-vaina obtenida exhibió una propiedad de confección del hilo (a), un porcentaje de exposición (7 %), un grado de finura (54,0 dtex), un porcentaje de elongación (45,8 %), un número de pelusas (5 piezas/12.000 m), una capacidad de elución alcalina (**), y una suavidad (*).

ES 2 740 373 T3

Los Ejemplos comparativos 7, aunque son buenos en cuanto a la propiedad de hilado, tuvieron un alto contenido de pelusas y fueron inferiores en capacidad de elución alcalina.

- 5 Además, las telas tejidas lisas que emplean la fibra compuesta de núcleo-vaina obtenida, junto con 20 g/l de solución acuosa de hidróxido de sodio, exhibieron una tasa de disolución de poliéster inferior al 90 % después de 60 minutos × 95 °C (aumento de temperatura de 2 °C), que era un estado en el que el poliéster quedaba sin disolver en grandes cantidades, y la sensación (suavidad) de las telas tejidas lisas era inferior.

[Tabla 1]

Componente de poliéster		Componente de 5-sulfisofalato de sodio		Compuesto de titanio		Compuesto de fósforo		Propiedad polimérica	
Componente de ácido adipico	Contenido	Contenido	% mol	Tipo	Contenido elemental ppm	Tipo	Contenido elemental ppm	Valor del polímero b	Viscosidad intrínseca Δ 280
Ejemplo 1	5,1		2,4	Lactato de Ti	5	Compuesto de fósforo A	10	17,9	0,020
Ejemplo 2	5,1		2,4	Lactato de Ti	5	Compuesto de fósforo A	10	17,9	0,020
Ejemplo 3	5,1		2,4	Lactato de Ti	5	Compuesto de fósforo A	10	17,9	0,020
Ejemplo 4	5,1		2,4	Lactato de Ti	5	Compuesto de fósforo A	10	17,9	0,020
Ejemplo 5	5,1		2,4	Lactato de Ti	5	Compuesto de fósforo A	10	17,9	0,020
Ejemplo 6	5,1		2,4	Lactato de Ti	5	Fósforo compuesto B	10	17,5	0,020
Ejemplo 7	5,1		2,4	Lactato de Ti	5	Fósforo compuesto C	10	18,3	0,020
Ejemplo 8	5,1		2,4	Lactato de Ti	5	Fósforo compuesto D	15	15,5	0,020
Ejemplo 9	5,1		2,4	Ti manitol	5	Compuesto de fósforo A	10	17,7	0,019
Ejemplo 10	5,1		2,4	Ti manitol	5	Fósforo compuesto D	10	12,8	0,010
Compuesto de fósforo A: tetraquis (2,4-di-t-butil-5-metilfenil) [1,1-bifenil]-4,4'-diilbisfosfonito (GSY-P101, por Osaki Industry Co., LTD.)									
Compuesto de fósforo B: tris [2-{(2,4,8,10-tetra-t-butildibenz [d, f] [1,3,2]-dioxafosfepin-6-il) oxietil] amina (IRGAFOS 12, por Ciba Specialty Chemicals)									
Compuesto de fósforo C: bis (2,4-di-terc-butil-5-metilfenil) [1,1-bisfenil]-4-ilfosfonito									
Compuesto de fósforo D: trimetilfosfato									

[Tabla 2]

	Componente de poliéster		Componente de titanio o Sb ₂ O ₃		Compuesto de fósforo		Propiedad polimérica	
	Componente de ácido adípico	Componente de 5-sulfoisftalato de sodio	Tipo	Contenido equivalente elemental	Tipo	Contenido equivalente elemental	Valor del polímero b	Viscosidad intrínseca Δ 280
	Contenido	Contenido		ppm		ppm		
	% mol	% mol						
Ejemplo 11	5,1	2,4	Lactato de Ti	15	Compuesto de fósforo A	3	20,5	0,030
Ejemplo 12	5,1	2,4	Lactato de Ti	2	Compuesto de fósforo A	45	20,2	0,010
Ejemplo 13	5,1	2,4	Sb ₂ O ₃	N/D. Contenido de Sb ₂ O ₃ = 400	Compuesto de fósforo A	10	13,5	0,015
Ejemplo 14	5,1	2,4	Ti manitol	15	Compuesto de fósforo A	3	20,2	0,028
Ejemplo 15	5,1	2,4	Ti manitol	2	Compuesto de fósforo A	45	20,1	0,009
Compuesto de fósforo A: tetraquis (2,4-di-t-butil-5-metilfenil) [1,1-bifenil]-4,4'-dilibisfosfonito (GSY-P101, por Osaki Industry Co., LTD.) Sb ₂ O ₃ : trióxido de diamoníaco (por NIHON SEIKO CO., LTD.)								

[Tabla 3]

	Relación de masa de poliéster a poliamida	Forma transversal de la fibra	Propiedad de hilado	Porcentaje de exposición %	Grado de finura dtex	Porcentaje de alargamiento %	Número de pelusas (Piezas/12.000 m)	Capacidad de elución alcalina	Suavidad
Ejemplo 1	20:80	FIG. 1 (a)	a	7	54,2	46,1	0	⊙	⊙
Ejemplo 2	20:80	FIG. 1 (b)	a	5	54,3	44,7	0	⊙	⊙
Ejemplo 3	20:80	FIG. 1 (c)	a	4	54,2	45,4	0	⊙	○
Ejemplo 4	10:90	FIG. 1 (a)	a	7	53,9	45,1	0	⊙	⊙
Ejemplo 5	30:70	FIG. 1 (a)	a	7	54,5	45,9	0	⊙	⊙
Ejemplo 6	20:80	FIG. 1 (a)	a	7	54,0	43,1	0	⊙	⊙
Ejemplo 7	20:80	FIG. 1 (a)	a	7	54,5	44,9	1	⊙	⊙
Ejemplo 8	20:80	FIG. 1 (a)	a	7	54,4	45,8	0	⊙	⊙
Ejemplo 9	20:80	FIG. 1 (a)	a	7	54,1	43,9	0	⊙	⊙
Ejemplo 10	20:80	FIG. 1 (a)	a	7	54,2	46,3	0	⊙	⊙

[Tabla 4]

	Relación de masa de poliéster a poliamida	Forma transversal de la fibra	Propiedad de hilado	Porcentaje de exposición %	Grado de finura dtex	Porcentaje de alargamiento %	Número de pelusas (Piezas/12.000 m)	Capacidad de elución alcalina	Suavidad
Ejemplo 11	20: 80	FIG. 1 (a)	c	7	54,5	43,4	0	⊙	⊙
Ejemplo 12	20: 80	FIG. 1 (a)	c	7	54,0	44,9	1	⊙	⊙
Ejemplo 13	20: 80	FIG. 1 (a)	c	7	54,1	45,2	0	⊙	⊙
Ejemplo 14	20: 80	FIG. 1 (a)	c	7	54,0	44,1	0	⊙	⊙
Ejemplo 15	20: 80	FIG. 1 (a)	c	7	54,3	44,9	1	⊙	⊙

[Tabla 5]

	Componente de poliéster		Componente de titanio		Compuesto de fósforo		Propiedad polimérica	
	Componente de ácido adipico	Componente de 5-sulfisofalato de sodio	Compuesto de titanio		Compuesto de fósforo		Valor del polímero b	Viscosidad intrínseca Δ
	Contenido	Contenido	Tipo	Contenido equivalente titanio elemental ppm	Tipo	Contenido equivalente fósforo elemental ppm		280
Ejemplo comparativo 1	% mol 2,5	% mol 2,4	Lactato de Ti	5	Compuesto de fósforo A	10	14,0	0,015
Ejemplo comparativo 2	6,3	2,4	Lactato de Ti	5	Compuesto de fósforo A	10	18,0	0,028
Ejemplo comparativo 3	2,8	1,8	Lactato de Ti	5	Compuesto de fósforo A	10	13,3	0,012
Ejemplo comparativo 4	6,2	5,8	Lactato de Ti	5	Compuesto de fósforo A	10	16,0	0,035
Ejemplo comparativo 5	5,1	1,7	Lactato de Ti	5	Compuesto de fósforo A	10	18,3	0,017
Ejemplo comparativo 6	5,1	6,5	Lactato de Ti	5	Compuesto de fósforo A	10	15,2	0,032
Compuesto de fósforo A: tetraquis (2,4-di-t-butil-5-metilfenil) [1,1-bifenil]-4,4'-diilbisfosfonito (GSY-P101, por Osaki Industry Co., LTD.)								

[Tabla 6]

	Relación de masa de poliéster a poliamida	Forma transversal de la fibra	Propiedad de hilado	Porcentaje de exposición		Grado de finura dtex	Porcentaje de alargamiento %	Número de pelusas (Piezas/12.000 m)	Capacidad de elución alcalina	Suavidad
				%	%					
Ejemplo comparativo 1	20:80	FIG. 1 (a)	a	7		54,4	45,3	1	x	x
Ejemplo comparativo 2	20:80	FIG. 1 (a)	d	7		54,4	45,5	0	⊖	⊖
Ejemplo comparativo 3	20:80	FIG. 1 (a)	a	7		54,0	44,1	1	x	x
Ejemplo comparativo 4	20:80	FIG. 1 (a)	d	7		54,5	44,4	0	⊖	⊖
Ejemplo comparativo 5	20:80	FIG. 1 (a)	a	7		53,9	46,3	0	Δ	Δ
Ejemplo comparativo 6	20:80	FIG. 1 (a)	d	7		54,2	45,6	0	⊖	⊖

Como se desprende de los resultados en las Tablas 2 y 4, la fibra compuesta de núcleo-vaina de la invención, en comparación con la fibra compuesta de núcleo-vaina convencional, restringió la separación en la interfaz interna de la fibra compuesta de poliéster y poliamida en el momento del hilado de la fibra compuesta de núcleo-vaina, por lo que se mejora considerablemente la formación de pelusa, y se puede decir que es una fibra compuesta de núcleo-vaina que es buena para la operación de hilatura de la fibra, presenta una excelente solubilidad en álcalis y logra unos efectos notables.

<Ejemplo 16>

10 (MÉTODO DE POLIMERIZACIÓN)

En un tanque de reacción de intercambio de éster equipado con una torre de rectificación, se puso ácido dimetil tereftálico en una cantidad de 927 partes en masa, y se puso etilenglicol en 595 partes en masa. Además, se introdujo adipato de dimetilo de modo que su concentración con respecto al componente ácido total en un poliéster obtenido pasó a ser del 5,1 % en moles, y se puso dimetil 5-sulfoisofalato de sodio en el que su concentración pasó a ser del 2,4 % en moles con respecto al componente ácido total en el poliéster obtenido. Después de eso, se añadió un catalizador de Ti-ácido láctico en una cantidad de 5 ppm en una base equivalente de titanio elemental, se añadió tetraquis (2,4-di-t-butil-5-metilfenil) [1,1-bifenil]-4,4'-diilbisfosfonito (GSY-P101 de Osaki Industry Co., LTD.) como un compuesto de fósforo A para que esté en una cantidad de 10 ppm en una base equivalente de fósforo elemental, y se añadió acetato de magnesio tetrahidratado en una cantidad de 600 ppm. Después de eso, se añadió EAH20 (una mezcla del 20 % en masa de hidróxido de tetraetilamonio, 67 % en masa de agua y 13 % en masa de metanol, de la compañía Sanyo Chemical) en una cantidad de 1200 ppm (29,3 ppm en una base de nitrógeno equivalente). Después de eso, la temperatura del tanque de reacción de intercambio de éster se elevó gradualmente para hacer progresar las reacciones mientras se destilaba el metanol producido durante la reacción de intercambio de éster fuera del sistema de reacción, de modo que se obtuvo un polímero bajo. Después de eso, el polímero bajo se transfirió como líquido desde el tanque de reacción de intercambio de éster a un tanque de reacción de polimerización. Una vez finalizada la transferencia de líquido, se añadió óxido de titanio en forma de suspensión de etilenglicol, de modo que su concentración en el poliéster pasó a ser del 0,07 % en masa. Además, 5 minutos más tarde, la temperatura del interior del tanque de reacción se elevó gradualmente de 240 °C a 280 °C, y la presión se redujo a 50 Pa mientras se eliminaba el etilenglicol por destilación. En el momento en que se alcanzó un par de agitador predeterminado (valor de potencia eléctrica), el sistema de reacción se sometió a purga de nitrógeno, y así se reanudó la presión normal y se detuvo la reacción de polimerización. Después de descargarse en forma de hebra y de enfriarse, la descarga se cortó inmediatamente para obtener gránulos de poliéster. Sucede que el tiempo desde el inicio de la reducción de la presión hasta el momento en que se alcanzó el par de torsión predeterminado del agitador fue de aproximadamente 2 horas y 15 minutos. El poliéster obtenido fue un poliéster con una viscosidad intrínseca de 0,62, un contenido de DEG del 2,0 % en masa, un valor de b de 17,9, una viscosidad intrínseca Δ 280 de 0,020, una cantidad de grupo carboxilo terminal de 47,4 eq/t y un punto de fusión de 235 °C y excelente en tono de color y resistencia al calor. Las propiedades del poliéster obtenido se indican en la Tabla 7.

40 MÉTODO DE HILADO DE LA FIBRA

Las virutas del poliéster se secaron mediante un método normal, de modo que el porcentaje de humedad llegó a ser del 0,01 % en masa o menos. Además, como poliamida, las virutas de nailon 6 que tienen una viscosidad relativa (η_r) de ácido sulfúrico de 2,6, una cantidad de grupo amino terminal de $5,20 \times 10^{-5}$ mol/g y un punto de fusión de 215 °C se secaron mediante un método normal, por lo que el porcentaje de humedad pasó a ser del 0,05 % en masa o menos. La propiedad de este componente de poliamida se indica en la Tabla 7.

Las virutas de poliéster obtenidas se fundieron a una temperatura de fusión de 270 °C y las virutas de nylon 6 a 270 °C, en proporciones del 20 % en masa de las virutas de poliéster anteriores y el 80 % en masa de las virutas de nylon 6, individualmente en fundidores de presión separados, y se unieron en una confluencia en un paquete giratorio y una boquilla y se conformaron en un compuesto de núcleo-vaina, que se descargó de una boquilla. En cuanto a la boquilla, se usó una boquilla que, por hilo individual (orificio), forma un componente de la vaina en 8 porciones y en la que el número de orificios fue de 36. Además, la temperatura de hilado fue de 270 °C. Después de descargarse de la boquilla, la descarga se enfrió con un viento frío a 18 °C y se alimentó con agente de aceite, y a continuación se estiró 2,20 veces a una temperatura del primer rodillo de Godet de 90 °C y una temperatura del segundo rodillo de Godet de 150 °C, y se enrolló a una velocidad de bobinado de 4000 m/min para obtener una fibra compuesta de núcleo-vaina que tiene una estructura estrellada (FIG. 1 (a)) en la que se dividió una porción de la vaina hecha de nailon 6 de 54 dtex-18 filamentos en ocho divisiones.

60 MÉTODO DE EVALUACIÓN

La fibra compuesta de núcleo-vaina obtenida se evaluó con respecto a la propiedad de hilado, el porcentaje de exposición, el grado de finura, el porcentaje de alargamiento, el número de pelusas, la velocidad de reacción unitaria (A) del ácido tereftálico que causó la reacción de intercambio de éster-amida, la capacidad de elución alcalina y la suavidad. Los resultados de la evaluación se muestran en la Tabla 8.

<Ejemplos 17 a 20>

5 La polimerización y el hilado se llevaron a cabo sustancialmente de la misma manera que en el Ejemplo 16, excepto por que la relación de masa de poliéster-poliamida y la forma de la sección de fibra se ajustaron a las condiciones indicadas en las Tablas 7 y 8, para obtener fibras compuestas de núcleo-vaina que tienen estructuras estrelladas (FIG. 1 (a) a (c)) en las que una porción de la vaina hecha de nailon 6 de 54 dtex-18 filamentos se dividió en 5, 6 u 8 porciones.

10 Las fibras compuestas de núcleo-vaina obtenidas se evaluaron con respecto a la propiedad de hilado, el porcentaje de exposición, el grado de finura, el porcentaje de alargamiento, el número de pelusas, la velocidad de reacción unitaria (A) del ácido tereftálico que causó la reacción de intercambio de éster-amida, la capacidad de elución alcalina y la suavidad. Los resultados de la evaluación se muestran en la Tabla 8.

15 Los Ejemplos 16 a 20 eran buenos en cuanto a la propiedad de hilado, tenían poca cantidad de pelusas y eran excelentes en capacidad de elución alcalina.

20 Además, las telas tejidas lisas que emplean las fibras compuestas de núcleo-vaina obtenidas, junto con 20 g/l de solución acuosa de hidróxido de sodio, exhibieron una tasa de disolución de poliéster del 97 % o superior después de 60 minutos × 95 °C (aumento de temperatura de 2 °C), y la sensación (suavidad) de las telas tejidas lisas era buena. Los Ejemplos 16, 17, 19 y 20 cuyos grados de finura del hilo individual eran pequeños, eran excelentes en suavidad.

<Ejemplos 21 a 25>

25 La polimerización y el hilado se llevaron a cabo sustancialmente de la misma manera que en el Ejemplo 16, excepto por que el tipo de compuesto de titanio y el tipo y cantidad de compuesto de fosfato se ajustaron a las condiciones indicadas en la Tabla 7, para obtener fibras compuestas de núcleo-vaina que tienen estructuras estrelladas (FIG. 1 (a)) en las que una porción de la vaina hecha de nailon 6 de 54 dtex-18 filamentos se dividió en 8 porciones. Sucede que las características de las virutas de poliéster obtenidas se indican en la Tabla 7.

30 Las fibras compuestas de núcleo-vaina obtenidas se evaluaron con respecto a la propiedad de hilado, el porcentaje de exposición, el grado de finura, el porcentaje de alargamiento, el número de pelusas, la velocidad de reacción unitaria (A) del ácido tereftálico que causó la reacción de intercambio de éster-amida, la capacidad de elución alcalina y la suavidad. Los resultados de la evaluación se muestran en la Tabla 8.

35 Los Ejemplos 21 a 25 eran buenos en cuanto a la propiedad de hilado, tenían poca cantidad de pelusas y eran excelentes en su capacidad de elución alcalina.

40 Además, las telas tejidas lisas que emplean las fibras compuestas de núcleo-vaina obtenidas, junto con 20 g/l de solución acuosa de hidróxido de sodio, exhibieron una tasa de disolución de poliéster del 97 % o superior después de 60 minutos × 95 °C (aumento de temperatura de 2 °C), y la sensación (suavidad) de las telas tejidas lisas era excelente.

<Ejemplos 26 a 30>

45 La polimerización y el hilado se llevaron a cabo sustancialmente de la misma manera que en el Ejemplo 16, excepto por que el tipo y la cantidad de compuesto de titanio y el tipo y la cantidad de compuesto de fosfato se ajustaron a las condiciones indicadas en la Tabla 9, para obtener fibras compuestas de núcleo-vaina que tienen estructuras estrelladas (FIG. 1 (a)) en las que una porción de la vaina hecha de nailon 6 de 54 dtex-18 filamentos se dividió en 8 porciones.

Sucede que las características de las virutas de poliéster obtenidas se indican en la Tabla 9.

55 Las fibras compuestas de núcleo-vaina obtenidas se evaluaron con respecto a la propiedad de hilado, el porcentaje de exposición, el grado de finura, el porcentaje de alargamiento, el número de pelusas, la velocidad de reacción unitaria (A) del ácido tereftálico que causó la reacción de intercambio de éster-amida, la capacidad de elución alcalina y la suavidad. Los resultados de la evaluación se muestran en la Tabla 10.

60 Los Ejemplos 26 a 30 eran buenos en cuanto a la propiedad de hilado, tenían poca pelusa y eran excelentes en capacidad de elución alcalina.

65 Además, las telas tejidas lisas que emplean las fibras compuestas de núcleo-vaina obtenidas, junto con 20 g/l de solución acuosa de hidróxido de sodio, exhibieron una tasa de disolución de poliéster del 97 % o superior después de 60 minutos × 95 °C (aumento de temperatura de 2 °C), y la sensación (suavidad) de las telas tejidas lisas era muy buena.

<Ejemplos 31 a 32>

La polimerización y el hilado se llevaron a cabo sustancialmente de la misma manera que en el Ejemplo 16, excepto por que la cantidad del grupo amino terminal se ajustó a las condiciones indicadas en la Tabla 9, para obtener fibras compuestas de núcleo-vaina que tienen estructuras estrelladas (FIG. 1 (a)) en las que una porción de la vaina hecha de nailon 6 de 54 dtex-18 filamentos se dividió en 8 porciones.

<Ejemplo 33>

La polimerización y el hilado se llevaron a cabo sustancialmente de la misma manera que en el Ejemplo 16, excepto por que la cantidad de grupos amino terminales fue de $5,40 \times 10^{-5}$ mol/g, y la temperatura de fusión de las virutas de poliéster, la temperatura de fusión de las virutas de nylon 6 y la temperatura de hilado se ajustó a 290 °C, para obtener fibras compuestas de núcleo-vaina que tienen estructuras estrelladas (FIG. 1 (a)) en las que una porción de la vaina hecha de nailon 6 de 54 dtex-18 filamentos se dividió en 8 porciones.

<Ejemplo 34>

La polimerización y el hilado se llevaron a cabo sustancialmente de la misma manera que en el Ejemplo 16, excepto por que la cantidad de grupos amino terminales fue de $5,40 \times 10^{-5}$ mol/g, y la temperatura de fusión de las virutas de poliéster, la temperatura de fusión de las virutas de nylon 6 y la temperatura de hilado se fijó a 260 °C, para obtener fibras compuestas de núcleo-vaina que tenían estructuras estrelladas (FIG. 1 (a)) en las que una porción de la vaina hecha de nailon 6 de 54 dtex-18 filamentos se dividió en 8 porciones.

<Ejemplo 35>

La polimerización y el hilado se llevaron a cabo sustancialmente de la misma manera que en el Ejemplo 16, excepto por que la cantidad de grupos amino terminales fue de $4,50 \times 10^{-5}$ mol/g, la cantidad de grupos carboxilo terminales fue de 32,0 eq/t, la viscosidad intrínseca 280 fue de 0,035, y la temperatura de fusión de las virutas de poliéster, la temperatura de fusión de las virutas de nailon 6 y la temperatura de hilado se ajustaron a 260 °C, para obtener fibras compuestas de núcleo-vaina que tienen estructuras estrelladas (FIG. 1 (a)) en las que una porción de la vaina hecha de nailon 6 de 54 dtex-18 filamentos se dividió en 8 porciones.

Las fibras compuestas de núcleo-vaina obtenidas en los Ejemplos 31 a 35 se evaluaron con respecto a la propiedad de hilado, el porcentaje de exposición, el grado de finura, el porcentaje de elongación, el número de pelusas, la velocidad de reacción unitaria (A) del ácido tereftálico que causó la reacción de intercambio de éster-amida, la capacidad de elución alcalina y la suavidad. Los resultados de la evaluación se muestran en la Tabla 10.

Los Ejemplos 31 a 35 eran buenos en cuanto a la propiedad de hilado, tenían poca pelusa y eran excelentes en capacidad de elución alcalina.

Además, las telas tejidas lisas que emplean las fibras compuestas de núcleo-vaina obtenidas, junto con 20 g/l de solución acuosa de hidróxido de sodio, exhibieron una tasa de disolución de poliéster del 97 % o superior después de 60 minutos \times 95 °C (aumento de temperatura de 2 °C), y la sensación (suavidad) de las telas tejidas lisas era muy buena.

<Ejemplos comparativos 8 a 13>

La polimerización y el hilado se llevaron a cabo sustancialmente de la misma manera que en el Ejemplo 16, excepto por que la cantidad de compuesto de ácido adípico y la cantidad de componente de ácido isoftálico se ajustaron a las condiciones indicadas en la Tabla 11, para obtener fibras compuestas de núcleo-vaina que tienen estructuras estrelladas (FIG. 1 (a)) en las que una porción de la vaina hecha de nailon 6 de 54 dtex-18 filamentos se dividió en 8 porciones. Sucede que las características de las virutas de poliéster obtenidas (valor b, Δ viscosidad intrínseca 280, cantidad del grupo carboxilo terminal y punto de fusión) se indican en la Tabla 11.

Las fibras compuestas de núcleo-vaina obtenidas se evaluaron con respecto a la propiedad de hilado, el porcentaje de exposición, el grado de finura, el porcentaje de alargamiento, el número de pelusas, la velocidad de reacción unitaria (A) del ácido tereftálico que causó la reacción de intercambio de éster-amida, la capacidad de elución alcalina y la suavidad. Los resultados de la evaluación se muestran en la Tabla 12.

Los Ejemplos comparativos 8, 10 y 12, aunque son buenos en cuanto a la propiedad de confección del hilo y tienen poca presencia de pelusas, fueron inferiores en capacidad de elución alcalina. Además, las telas tejidas lisas que emplean las fibras compuestas de núcleo-vaina obtenidas, junto con 20 g/l de solución acuosa de hidróxido de sodio, exhibieron una tasa de disolución de poliéster inferior al 90 % después de 60 minutos \times 95 °C (aumento de temperatura de 2 °C), que era un estado en el que el poliéster quedaba sin disolver, y la sensación (suavidad) de las telas tejidas lisas era inferior.

Los Ejemplos comparativos 9, 11 y 13, aunque pequeños en la aparición de pelusas y excelentes en la capacidad de elución alcalina, fueron inferiores en la propiedad de confección del hilo ya que con frecuencia se produjo la rotura del hilo debido a la baja resistencia térmica del poliéster.

- 5 Además, las telas tejidas lisas que emplean las fibras compuestas de núcleo-vaina obtenidas, junto con 20 g/l de solución acuosa de hidróxido de sodio, exhibieron una tasa de disolución de poliéster del 97 % o más después de 60 minutos \times 95 °C (aumento de temperatura de 2 °C), y la sensación (suavidad) de las telas tejidas lisas era buena.

<Ejemplo comparativo 14>

- 10 Virutas de polietileno tereftalato no copolimerizadas (una viscosidad intrínseca de 0,62, un contenido de DEG del 1,0 % en masa, un valor de b de 7,8, una viscosidad intrínseca Δ 280 de 0,026, una cantidad del grupo carboxilo terminal de 32,8 eq/t y un punto de fusión de 255 °C) se secó mediante un método normal, de modo que el porcentaje de humedad llegó a ser del 0,01 % en masa o menos. Además, en cuanto a la poliamida, las virutas eran
- 15 virutas de nailon 6 con una viscosidad relativa (η_r) en ácido sulfúrico, una cantidad de grupo amino terminal de $4,90 \times 10^{-5}$ mol/g y un punto de fusión de 215 °C, y se secaron por un método normal, de modo que el porcentaje de humedad sea del 0,05 % en masa o menos.

- 20 La hilatura se llevó a cabo sustancialmente de la misma manera que en el Ejemplo 16, excepto por que la temperatura de fusión de las virutas de poliéster obtenidas fue de 280 °C, la temperatura de fusión de las virutas de nylon 6 fue de 280 °C y la temperatura de hilado de 280 °C, para obtener una fibra compuesta de núcleo-vaina que tiene una estructura estrellada (FIG. 1 (a)) en las que una porción de la vaina hecha de nailon 6 de 54 dtex-18 filamentos se dividió en 8 porciones.

- 25 La fibra compuesta de núcleo-vaina obtenida se evaluó con respecto a la propiedad de hilado, el porcentaje de exposición, el grado de finura, el porcentaje de alargamiento, el número de pelusas, la velocidad de reacción unitaria (A) del ácido tereftálico que causó la reacción de intercambio de éster-amida, la capacidad de elución alcalina y la suavidad. Los resultados de la evaluación se muestran en la Tabla 12.

- 30 El Ejemplo comparativo 14, aunque bueno en cuanto a la propiedad de hilado, fue alto en la aparición de pelusas e inferior en capacidad de elución alcalina.

- Además, las telas tejidas lisas que emplean la fibra compuesta de núcleo-vaina obtenida, junto con 20 g/l de solución acuosa de hidróxido de sodio, exhibieron una tasa de disolución de poliéster inferior al 90 % después de 60 minutos \times 95 °C (aumento de temperatura de 2 °C), que era un estado en el que el poliéster quedaba sin disolver, y la sensación (suavidad) de las telas tejidas lisas era inferior.
- 35

[Tabla 7]

Componente de poliéster				Compuesto de fósforo				Propiedad polimérica				Componente de poliamida	
Componente de ácido adípico	Componente de ácido 5-sulfisofalato de sodio		Compuesto de titanio		Tipo	Contenido equivalente de fósforo elemental ppm	Valor del polímero b	Viscosidad intrínseca Δ 280	Cantidad de grupos carboxilo terminales eq/t	Punto de fusión °C	η _r	Cantidad de grupos amino terminales x 10 ⁻⁵ mol/g	Punto de fusión °C
	Contenido	% mol	Tipo	Contenido equivalente de titanio elemental ppm									
Ejemplo 16	5,1	2,4	Lactato de Ti	5	Compuesto de fósforo A	10	17,9	0,020	47,4	235	2,60	5,20	215
Ejemplo 17	5,1	2,4	Lactato de Ti	5	Compuesto de fósforo A	10	17,9	0,020	47,4	235	2,60	5,20	215
Ejemplo 18	5,1	2,4	Lactato de Ti	5	Compuesto de fósforo A	10	17,9	0,020	47,4	235	2,60	5,20	215
Ejemplo 19	5,1	2,4	Lactato de Ti	5	Compuesto de fósforo A	10	17,9	0,020	47,4	235	2,60	5,20	215
Ejemplo 20	5,1	2,4	Lactato de Ti	5	Compuesto de fósforo A	10	17,9	0,020	47,4	235	2,60	5,20	215
Ejemplo 21	5,1	2,4	Lactato de Ti	5	Fósforo compuesto B	10	17,5	0,020	49,1	235	2,60	5,20	215
Ejemplo 22	5,1	2,4	Lactato de Ti	5	Fósforo compuesto C	10	18,3	0,020	48,8	235	2,60	5,20	215
Ejemplo 23	5,1	2,4	Lactato de Ti	5	Fósforo compuesto D	15	15,5	0,020	47,5	235	2,60	5,20	215
Ejemplo 24	5,1	2,4	Ti manitol	5	Compuesto de fósforo A	10	17,7	0,019	47,6	235	2,60	5,20	215
Ejemplo 25	5,1	2,4	Ti manitol	5	Fósforo compuesto D	10	12,8	0,010	47,5	235	2,60	5,20	215
Compuesto de fósforo A: tetraquis (2,4-di-t-butil-5-metilfenil) [1,1-bifenil]-4,4'-diilbisfosfonito (GSY-P101, por Osaki Industry Co., LTD.) Compuesto de fósforo B: tris [2-((2,4,8,10-tetra-t-butildibenz [d, f] [1,3,2]-dioxafosfepin-6-il) oxil) etil] amina (IRGAFOS 12, por Ciba Specialty Chemicals) Compuesto de fósforo C: bis (2,4-di-terc-butil-5-metilfenil) [1,1-bifenil]-4-ilfosfonito Compuesto de fósforo D: trimetilfosfato													

[Tabla 8]

Ejemplo	Condición de producción		Relación de masa de poliéster a poliamida	Forma transversal de la fibra	Propiedad de hilado	Porcentaje de exposición	Grado de finura	Porcentaje de alargamiento	Número de pelusas	Capacidad de elución alcalina	Suavidad	A (% · mm)
	Temperatura de hilado de la fibra	°C										
Ejemplo 16	270		20: 80	FIG. 1 (a)	a	7	dtex 54,2	% 46,1	0 (Piezas/12.000m)	⊙	⊙	0,0017
Ejemplo 17	270		20: 80	FIG. 1 (b)	a	5	54,3	44,7	0	⊙	⊙	0,0016
Ejemplo 18	270		20: 80	FIG. 1 (c)	a	4	54,2	45,4	0	⊙	○	0,0015
Ejemplo 19	270		10: 90	FIG. 1 (a)	a	7	53,9	45,1	0	⊙	⊙	0,0006
Ejemplo 20	270		30:70	FIG. 1 (a)	a	7	54,5	45,9	0	⊙	⊙	0,0023
Ejemplo 21	270		20:80	FIG. 1 (a)	a	7	54,0	43,1	0	⊙	⊙	0,0019
Ejemplo 22	270		20:80	FIG. 1 (a)	a	7	54,5	44,9	1	⊙	⊙	0,0018
Ejemplo 23	270		20: 80	FIG. 1 (a)	a	7	54,4	45,8	0	⊙	⊙	0,0015
Ejemplo 24	270		20: 80	FIG. 1 (a)	a	7	54,1	43,9	0	⊙	⊙	0,0016
Ejemplo 25	270		20: 80	FIG. 1 (a)	a	7	54,2	46,3	0	⊙	⊙	0,0015

[Tabla 9]

Componente de poliéster				Compuesto de titanio o Sb ₂ O ₃				Compuesto de fósforo				Propiedad polimérica						Componente de poliamida		
Componente de ácido adipico		Componente de 5-sulfoisofalato de sodio		Compuesto de titanio o Sb ₂ O ₃		Compuesto de fósforo		Compuesto de fósforo		Propiedad polimérica		Propiedad polimérica		Propiedad polimérica		Componente de poliamida				
Contenido	% mol	Contenido	% mol	Tipo	Contenido equivalente de titanio elemental ppm	Tipo	Contenido equivalente de fósforo elemental ppm	Valor del polímero b	Viscosidad intrínseca Δ 280	Cantidad de grupos carboxilo terminales eq/ft	Punto de fusión °C	η _r	Cantidad de grupos amino terminales x 10 ⁻⁵ mol/g	Punto de fusión °C	Componente de poliamida					
Ejemplo 26	5,1		2,4	Lactato de Ti	15	Compuesto de fósforo A	3	20,5	0,030	45,0	235	2,60	5,20	215						
Ejemplo 27	5,1		2,4	Lactato de Ti	2	Compuesto de fósforo A	45	20,2	0,010	47,4	235	2,60	5,20	215						
Ejemplo 28	5,1		2,4	Sb ₂ O ₃	N/D. Contenido de Sb ₂ O ₃ = 400	Compuesto de fósforo A	10	13,5	0,015	47,5	235	2,60	5,20	215						
Ejemplo 29	5,1		2,4	Ti manitol	15	Compuesto de fósforo A	3	20,2	0,028	47,9	235	2,60	5,20	215						
Ejemplo 30	5,1		2,4	Ti manitol	2	Compuesto de fósforo A	45	20,1	0,009	46,3	235	2,60	5,20	215						
Ejemplo 31	5,1		2,4	Lactato de Ti	5	Compuesto de fósforo A	10	17,9	0,020	47,4	235	2,60	5,00	215						
Ejemplo 32	5,1		2,4	Lactato de Ti	5	Compuesto de fósforo A	10	17,9	0,020	47,4	235	2,60	5,40	215						
Ejemplo 33	5,1		2,4	Lactato de Ti	5	Compuesto de fósforo A	10	17,9	0,020	47,4	235	2,60	5,40	215						
Ejemplo 34	5,1		2,4	Lactato de Ti	5	Compuesto de fósforo A	10	17,9	0,020	47,4	235	2,60	5,40	215						
Ejemplo 35	5,1		2,4	Lactato de Ti	5	Compuesto de fósforo A	10	17,9	0,035	32,0	235	2,80	4,50	215						

Compuesto de fósforo A: tetraquis (2,4-di-t-butil-5-metilfenil) [1,1-bifenil]-4,4'-diilbisfosfonito (GSY-P101, por Osaki Industry Co., LTD.) Sb₂O₃: trióxido de diantimonio (por NIHON SEIKO CO., LTD.)

[Tabla 10]

Ejemplo	Condición de producción		Relación de masa de poliéster a poliamida	Forma transversal de la fibra	Propiedad de hilado	Porcentaje de exposición	Grado de finura	Porcentaje de alargamiento	Número de pelusas	Capacidad de elución alcalina	Suavidad	A (% mm)
	Temperatura de hilado de la fibra	°C										
Ejemplo 26	270		20: 80	FIG. 1 (a)	c	7	dtex	%	(Piezas/12.000 m)	0	⊙	0,0012
Ejemplo 27	270		20: 80	FIG. 1 (a)	c	7	54,5	43,4	1	⊙	⊙	0,0015
Ejemplo 28	270		20: 80	FIG. 1 (a)	c	7	54,0	44,9	0	⊙	⊙	0,0015
Ejemplo 29	270		20: 80	FIG. 1 (a)	c	7	54,1	45,2	0	⊙	⊙	0,0018
Ejemplo 30	270		20: 80	FIG. 1 (a)	c	7	54,0	44,1	1	⊙	⊙	0,0014
Ejemplo 31	270		20: 80	FIG. 1 (a)	a	7	54,3	44,9	2	⊙	⊙	0,0007
Ejemplo 32	270		20: 80	FIG. 1 (a)	b	7	54,2	43,1	0	⊙	⊙	0,0023
Ejemplo 33	290		20: 80	FIG. 1 (a)	c	7	53,9	44,5	1	⊙	⊙	0,0032
Ejemplo 34	260		20: 80	FIG. 1 (a)	a	7	54,4	44,1	0	⊙	⊙	0,0009
Ejemplo 35	260		20: 80	FIG. 1 (a)	a	7	53,5	43,8	3	⊙	⊙	0,0003

[Tabla 11]

Componente de poliéster				Componente de poliámmida										
Componente de ácido adipico		Componente de 5-sulfoisotato de sodio		Compuesto de titanio		Compuesto de fósforo		Propiedad polimérica						
Contenido	% mol	Contenido	% mol	Tipo	Contenido equivalente de titanio elemental	Tipo	Contenido equivalente de fósforo elemental	Valor del polímero b	Viscosidad intrínseca Δ 280	Cantidad de grupos carboxilo terminales	Punto de fusión	nr	Cantidad de grupos amino terminales	Punto de fusión
					ppm		ppm			eq/t	°C		10 ⁻⁵ mol/g	°C
Ejemplo comparativo 8	2,5		2,4	Lactato de Ti	5	Compuesto de fósforo A	10	14,0	0,015	49,0	240	2,60	5,20	215
Ejemplo comparativo 9	6,3		2,4	Lactato de Ti	5	Compuesto de fósforo A	10	18,0	0,028	46,2	235	2,60	5,20	215
Ejemplo comparativo 10	2,8		1,8	Lactato de Ti	5	Compuesto de fósforo A	10	13,3	0,012	47,8	242	2,60	5,20	215
Ejemplo comparativo 11	6,2		5,8	Lactato de Ti	5	Compuesto de fósforo A	10	16,0	0,035	47,3	230	2,60	5,20	215
Ejemplo comparativo 12	5,1		1,7	Lactato de Ti	5	Compuesto de fósforo A	10	18,3	0,017	41,0	238	2,60	5,20	215
Ejemplo comparativo 13	5,1		6,5	Lactato de Ti	5	Compuesto de fósforo A	10	15,2	0,032	44,5	235	2,60	5,20	215
Ejemplo comparativo 14	0		0	-	-	-	-	7,8	0,026	32,8	255	2,60	4,50	215
Compuesto de fósforo A: tetraquis (2,4-di-t-butil-5-metilfenil) [1,1-bifenil]-4,4'-diilbisfosfonito (GSY-P101, por Osaki Industry Co., LTD.)														

[Tabla 12]

	Condición de producción		Relación de masa de poliéster a poliamida	Forma transversal de la fibra	Propiedad de hilado	Porcentaje de exposición	Grado de finura	Porcentaje de alargamiento	Número de pelusas	Capacidad de elución alcalina	Suavidad	A (% mm)
	Temperatura de hilado de la fibra	°C										
Ejemplo comparativo 8	270		20:80	FIG.1 (a)	a	7	54,4	45,3	1	x	x	0,0018
Ejemplo comparativo 9	270		20:80	FIG.1 (a)	d	7	54,4	45,5	0	⊙	⊙	0,0014
Ejemplo comparativo 10	270		20:80	FIG.1 (a)	a	7	54,0	44,1	1	x	x	0,0018
Ejemplo comparativo 11	270		20:80	FIG.1 (a)	d	7	54,5	44,4	0	⊙	⊙	0,0016
Ejemplo comparativo 12	270		20:80	FIG.1 (a)	a	7	53,9	46,3	0	Δ	Δ	0,0011
Ejemplo comparativo 13	270		20:80	FIG.1 (a)	d	7	54,2	45,6	0	⊙	⊙	0,0014
Ejemplo comparativo 14	280		20:80	FIG.1 (a)	a	7	53,7	44,6	9	xx	x	0,0002

5 Como es evidente a partir de los resultados en las Tablas 7 a 10, la fibra compuesta de núcleo-vaina de la invención, en comparación con la fibra compuesta de núcleo-vaina convencional, restringió la separación en la interfaz interna de la fibra compuesta de poliéster y poliamida en el momento del hilado de la fibra compuesta de núcleo-vaina, por lo que se mejora considerablemente la formación de pelusa, y se puede decir que es una fibra compuesta de núcleo-vaina que es buena para el hilado de la fibra, presenta una excelente solubilidad en los álcalis y logra unos efectos notables.

Descripción de los caracteres de referencia

10 1: porción de la vaina
2: porción del núcleo

REIVINDICACIONES

1. Fibra compuesta de núcleo-vaina **caracterizada por que** un componente del núcleo es un poliéster fácilmente eluible con compuestos alcalinos cuya unidad de repetición principal está formada por tereftalato de etileno y que
 5 contiene del 2,0 al 5,5 % en moles de un componente de ácido isoftálico que contiene un grupo de sulfonato metálico con respecto a un componente ácido total y del 3,0 al 6,0 % en moles de un componente de ácido adípico en relación con el componente ácido total, y un componente de la vaina es una poliamida; en donde la velocidad de reacción unitaria (T/S) de un ácido tereftálico que causó una reacción de intercambio de éster-amida es del 0,0005 al 0,0025 %·mm en donde T es la velocidad de reacción (%) del ácido tereftálico que
 10 causó la reacción de intercambio de éster-amida y S es el área de superficie del núcleo de una porción de eje de fibra por 1 mm³ de la fibra de sección compuesta de tipo núcleo-vaina (mm²/mm³), y en donde T y S se determinan tal como se especifica en la descripción.
2. La fibra compuesta de núcleo-vaina de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizada por que**, en una forma de
 15 sección de fibra, una porción de la vaina que comprende la poliamida está dividida en tres o más porciones por el poliéster fácilmente eluible con compuestos alcalinos, y al menos el poliéster fácilmente eluible con compuestos alcalinos está parcialmente expuesto sobre una superficie de fibra.
3. La fibra compuesta de núcleo-vaina de acuerdo con las reivindicaciones 1 o 2, **caracterizada por que** el poliéster
 20 fácilmente eluible con compuestos alcalinos contiene un compuesto de titanio soluble en un poliéster a razón de 3 a 10 ppm en una base equivalente de titanio elemental, y contiene un compuesto de fósforo a razón de 5 a 40 ppm sobre una base equivalente de fósforo elemental.
4. La fibra compuesta de núcleo-vaina de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizada
 25 por que** la relación de masa entre el poliéster fácilmente eluible con compuestos alcalinos y la poliamida está en el intervalo de 5:95 a 40:60.
5. Un método para fabricar una fibra compuesta de núcleo-vaina **caracterizado por:**
 30 realizar la hilatura por fusión con un componente del núcleo que es un poliéster fácilmente eluible con compuestos alcalinos y un componente de la vaina que es una poliamida, la temperatura de hilado está dentro de +70 °C del punto de fusión del polímero que tiene el punto de fusión más bajo entre la poliamida y el poliéster que eluye fácilmente con compuestos alcalinos, en donde los puntos de fusión son determinados por calorimetría de barrido diferencial a una velocidad de 20 °C/min, el poliéster fácilmente eluible con compuestos alcalinos tiene una unidad
 35 de repetición principal que está formada por tereftalato de etileno y que contiene del 2,0 al 5,5 % en moles de un componente ácido isoftálico que contiene un grupo sulfonato metálico con respecto a un componente ácido total y del 3,0 al 6,0 % en moles de un componente de ácido adípico con respecto al componente ácido total; una cantidad de grupo amino terminal de la poliamida que constituye el componente de la vaina que es de 5×10^{-5} a $5,5 \times 10^{-5}$ mol/g según se determina mediante titulación ácida; y
 40 una cantidad del grupo carboxilo terminal del poliéster que constituye el componente del núcleo de 35 a 55 eq/t según lo determinado por titulación básica, y en donde la determinación del punto de fusión y las titulaciones ácida y básica se miden tal como se especifica en la descripción.
6. Una tela tejida o tricotada en la que se utiliza una fibra de material compuesto de núcleo-vaina al menos en una
 45 parte de la tela tejida o tricotada, en donde la fibra de material compuesto de núcleo-vaina es de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4 o la fibra compuesta de núcleo-vaina se obtiene utilizando el método para fabricar la fibra compuesta de núcleo-vaina según la reivindicación 5.

FIG. 1

FIG. 1(a)

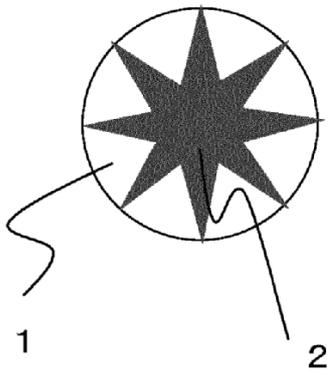


FIG. 1(b)

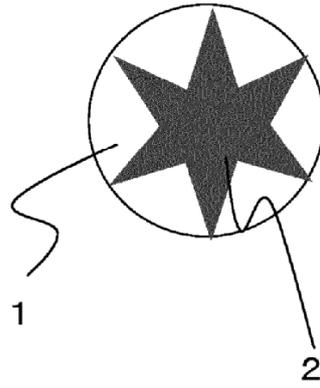


FIG. 1(c)

