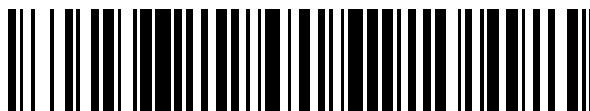


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 783 288**

51 Int. Cl.:

D01F 6/86 (2006.01)

C08G 63/20 (2006.01)

C08G 63/668 (2006.01)

C08G 63/672 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **09.09.2016 E 16188132 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **13.11.2019 EP 3141636**

54 Título: **Composición de poliéster con propiedades de teñido mejoradas**

30 Prioridad:

11.09.2015 US 201562217268 P

19.04.2016 US 201662324467 P

07.09.2016 US 201615258308

07.09.2016 US 201615258338

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

17.09.2020

73 Titular/es:

PARKDALE INCORPORATED (100.0%)

531 Cotton Blossom Circle

Gastonia, NC 28054, US

72 Inventor/es:

USHER, ROBERT, ALTON

74 Agente/Representante:

CURELL SUÑOL, S.L.P.

Observaciones:

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

ES 2 783 288 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

Composición de poliéster con propiedades de teñido mejoradas

5 **Solicitudes relacionadas**

La presente solicitud se refiere a las patentes nº de serie US 15/258.308 y nº US 15/258.338, ambas presentadas el 7 de septiembre de 2016, como "Polyester Composition with Improved Dyeing Properties" [Composición de poliéster con propiedades de teñido mejoradas].

10 **Antecedentes**

La presente invención se refiere a composiciones de copolímero de poliéster adecuadas para filamentos sintéticos y a fibras y tejidos que pueden producirse a partir de dichas composiciones. En particular, la invención se refiere a composiciones que producirán fibras que pueden mezclarse y teñirse con algodón bajo condiciones que típicamente resultan más favorables para el algodón que para el poliéster.

La utilización de composiciones sintéticas para producir filamentos, fibras y después tejidos está bien establecida. De acuerdo con lo anterior, las mejoras en dichas composiciones arraigadas pueden resultar particularmente ventajosas. Dichas mejoras evidentemente resultan más valiosas en el caso de que potencien características deseadas de los filamentos, fibras, tejidos y artículos (muy frecuentemente prendas de vestir) realizados a partir de dichas composiciones.

Desde el final, una prenda de vestir típicamente está formada de un tejido que se teje o se cose a partir de hilo. A su vez, el hilo se forma a partir de fibras individuales unidas entre sí, más comúnmente utilizando procedimientos de hilado bien conocidos y bien establecidos.

Las fibras naturales, muy comúnmente el algodón y la lana, poseen características que generan propiedades deseadas en los hilos, tejidos y prendas de vestir. Por ejemplo, la lana posee (entre otras ventajas) excelentes propiedades térmicas y sigue siendo aislante una vez mojada. Sin embargo, a menos que se trate correctamente, la lana puede ser abrasiva y, de esta manera, incómoda al contacto con la piel durante intervalos prolongados. El algodón produce tejidos que resultan cómodos y transpirables, pero pueden perder sus propiedades de aislamiento térmico al mojarse. Las ventajas adicionales del algodón, lana y otras fibras naturales son generalmente bien entendidas en la técnica.

De la misma manera, las fibras sintéticas poseen algunas propiedades que son subjetivamente mejores que las de las fibras naturales, algunas de las cuales pueden incluir (particularmente en el caso del poliéster), resistencia, durabilidad y "memoria".

De acuerdo con lo anterior, uno de los objetivos de producir, diseñar o desarrollar composiciones sintéticas para la utilización final como fibras, hilos y tejidos es aprovechar algunas de las propiedades favorables de los materiales sintéticos, imitando simultáneamente al máximo, o en algunos casos mejorando, las propiedades deseadas de las fibras naturales (por ejemplo, el aislamiento térmico de la lana, aunque con menos abrasividad; la comodidad del algodón, aunque con mejores propiedades térmicas en húmedo).

En la industria de la confección, la capacidad de producir prendas de vestir con colores deseados es una meta fundamental. La naturaleza de las fibras tanto naturales como sintéticas y sus composiciones químicas subyacentes requiere, sin embargo, que el color se obtenga mediante alguno tipo de procedimiento de teñido. Según las circunstancias, las fibras pueden teñirse como fibra, filamento, hilo, tejido o incluso como prenda de vestir. Además, debido a que en muchos casos el consumidor espera en muchas ocasiones poder lavar y secar las prendas de vestir a máquina, una meta asociada es obtener prendas de vestir que puedan resistir dicho lavado y secado a máquina repetido, manteniendo la mayor parte o la totalidad del color deseado. Entre las metas relacionadas se incluyen resistencia a la luz (típicamente con respecto a la exposición a la luz solar) y (utilizando la ropa deportiva como otro ejemplo) la estabilidad del color al exponerse a transpiración.

Fundamentalmente, la relación entre el color de una prenda de vestir y su tiempo de vida se basará en la composición química de las fibras subyacentes y la composición química de una composición de tinte apropiada. Tal como se entiende bien en la técnica, un tinte se define técnicamente como "un tinte que resulta dispersado molecularmente en algún punto durante la aplicación en un sustrato y que además muestra algún grado de permanencia", Tortora, FAIRCHILD'S DICTIONARY OF TEXTILES, séptima edición, Fairchild Publications, 2009.

El tinte se clasifica típicamente como natural (por ejemplo, procedente de plantas) o sintético (por ejemplo, típicamente desarrollado a partir de otras composiciones utilizando principios y técnicas de química orgánica).

Las características de teñido de una fibra se basan en la composición de la que está formada la fibra. La propiedad deseada se denomina "tintabilidad", que se define como la "capacidad de las fibras de aceptar tintes", (Tortora, *supra*).

En la producción de prendas de vestir, también es común mezclar fibras sintéticas con fibras naturales en proporciones que producen una prenda de vestir acabada con las propiedades deseadas. Por varios motivos las mezclas de algodón y poliéster han sido populares desde hace mucho tiempo. Basándose en lo anterior, las composiciones y procedimientos para producir color teñido en mezclas de algodón-poliéster ha sido y sigue siendo un resultado deseado. Las naturalezas de las dos fibras diferentes, sin embargo, adolecen de problemas prácticos. Por ejemplo, el algodón puede tintarse convenientemente con “tintes reactivos” que pueden añadirse con éxito a un sustrato de algodón a temperaturas de aproximadamente 66°C (150°F).

Por otra parte, las propiedades del poliéster (es decir, el polímero formado a partir de la esterificación por condensación seguido de la polimerización del ácido tereftálico y etilenglicol) requieren que el poliéster se tiña con “tintes dispersos”, es decir, pequeñas partículas de colorante suspendidas en agua.

El teñido de poliéster con tintes dispersos tiende a requerir temperaturas significativamente más elevadas, típicamente superiores a 120°C (250°F) y frecuentemente del orden de 132°C (270°F) o superiores. En muchos casos, también se requiere una presión elevada (es decir, superior a la presión atmosférica) para tinter con éxito el poliéster, o para alcanzar las temperaturas requeridas para tinter el poliéster. El documento n° US5272246 describe un copolímero que contiene ácido adípico y pentaeritritol para los fines de “propiedades frente a la tracción mejoradas y fijación mejorada del tinte”. El documento n° EP0843030 describe tejidos teñidos con tinte disperso formados a partir de mezclas de fibras de poliéster y algodón, lana, seda, fibra elástica, poliamida o fibras de acetato. La fibra de poliéster incluye rangos definidos de polietilenglicol y ácido adípico.

Como factores comparativos adicionales, el teñido del algodón tiende a estar controlado por el pH de la solución o composición de tinte (típicamente en un medio básico), mientras que el teñido del poliéster tiende a estar controlado por la temperatura, y convencionalmente requiere la adición y acción de productos químicos suplementarios comúnmente denominados “portadores” o “agentes niveladores”. Desde el punto de vista económico, los tintes dispersos (en ocasiones denominados tintes “de alta energía” debido a las condiciones requeridas) son más caros que los tintes reactivos y en ocasiones hasta en un factor de 5 a 10 veces a efectos comparativos.

Debido a las diferencias en las composiciones de teñido y las condiciones de teñido, es una práctica convencional tinter el algodón y el poliéster por separado.

En algunos procedimientos convencionales, el tejido de algodón-poliéster mezclado se tinter en dos etapas separadas. En una primera etapa, el tejido se tinter en un baño ligeramente ácido a una temperatura de aproximadamente 132°C (270°F) o superior (por ejemplo, utilizando un tinte disperso) con el fin de conseguir que el poliéster acepte el tinte. El tejido parcialmente teñido a continuación se friega o enjuaga y después se tinter con un tinte apropiado para el algodón (por ejemplo, un tinte directo o reactivo) a un pH básico y a una temperatura de aproximadamente 66°C (150°F). Debido a que muchos tintes para algodón se degradan a las temperaturas de teñido del poliéster, las dos etapas no pueden combinarse.

Otro factor al que debe atenderse es que las elevadas temperaturas de teñido tienden a degradar la elasticidad de las fibras elásticas, tales como el Spandex, que con frecuencia están incluidas en tejidos y prendas de vestir de algodón-poliéster. Algunas versiones de Spandex pueden resistir temperaturas de teñido elevadas (por ejemplo, 132°C (270°F)), aunque son proporcionalmente más caras que algunas versiones que presentan esencialmente las mismas propiedades de uso final, aunque tienden a degradarse al teñirse a dichas temperaturas más elevadas.

Todavía otro factor, el color percibido (por ejemplo, de una prenda de vestir) es una combinación de la interacción de la luz, el material que ilustra la luz y la percepción resultante del ojo humano. En términos de teñido textil, el color del tinte se basa en los grupos funcionales en las moléculas de tinte. En otras palabras, los diferentes colores en los textiles son una función de las moléculas de tinte de diferentes composiciones. Sin embargo, no todos los colores de tinte (es decir, las moléculas subyacentes) actúan de la misma manera con fibras, hilos y prendas de vestir naturales o sintéticas. De esta manera, una fibra, hilo, mezcla o tejido puede aceptar determinados colores de tinte de manera relativamente sencilla, mientras rechaza (en mayor o menor grado) otros colores de tinte bajo las mismas condiciones.

Además, con frecuencia se utilizan aditivos para controlar o ajustar las propiedades de un polímero fundido y las características de dichos aditivos es probable que modifiquen las características del teñido o las características de centrifugado, o ambas.

Como otro factor, las fibras sintéticas, y ciertamente incluyendo el poliéster, se fabrican típicamente mediante polimerización de los materiales de partida seguido de la extrusión de una masa fundida del polímero a través de pequeñas aberturas en un dispositivo denominado hilera, un procedimiento denominado “hilado”. El experto en la materia de las fibras sintéticas y naturales inmediatamente reconocerá que el término “hilado” se utiliza para referirse a dos procedimientos totalmente diferentes. En un significado (y desde la Antigüedad), el hilado se

refiere a la etapa de trenzar una con otras fibras individuales y estirarlas para formar un hilo. En la fabricación de fibras sintéticas, la extrusión de filamentos a partir de una masa fundida en filamentos de polímero solidificados también se denomina "hilado". La diferencia normalmente es clara a partir del contexto. Típicamente, la solidificación de los filamentos extruidos se estimula o se hace avanzar utilizando una etapa de enfriamiento, en la que se dirige un flujo de aire cuidadosamente controlado contra los filamentos extruidos.

Las propiedades requeridas de una composición que puede fundirse y centrifugarse de esta manera, sin embargo, pueden no estar relacionadas o resultar desventajosas en combinación con las propiedades que producen buenas características de teñido. Las características de la composición que producen la viscosidad apropiada para el hilado pueden no estar relacionadas en absoluto, y en algunos casos ser directamente contrarias, a las propiedades que producen buenas características de teñido. De esta manera, el diseño o ajuste de la composición de un polímero, copolímero o mezcla de copolímeros para mejorar las propiedades de hilado puede resultar en propiedades de teñido menos deseadas o incluso inaceptables.

Por ejemplo, con el fin de "hilar" apropiadamente, un polímero fundido debe presentar una determinada fluidez (viscosidad) que permita que la extrusión produzca filamentos líquidos coherentes (es decir, que no se separen) en la hilera, evitando simultáneamente una viscosidad que resulte excesivamente baja ("acuosa") para controlar el procedimiento de hilado para su propósito deseado. Debido a que la viscosidad de una masa fundida de polímero es proporcional a la temperatura, el grado de polimerización y otras propiedades del polímero, la temperatura del hilado también debe ser apropiada. En otras palabras, el polímero fundido debe ser capaz de funcionar a la temperatura indicada.

En el contexto de las fibras sintéticas y su fabricación, la expresión "viscosidad de la masa fundida" se refiere a la resistencia específica del polímero fundido a la deformación o al flujo bajo cualesquiera condiciones dadas. La expresión "viscosidad intrínseca" se utiliza para describir una característica que es directamente proporcional al peso molecular medio de un polímero. La viscosidad intrínseca se calcula basándose en la viscosidad de una solución de polímero (en un disolvente) extrapolada a una concentración cero. De esta manera, la viscosidad intrínseca es una característica que afectará a la viscosidad de la masa fundida, aunque la viscosidad de la masa fundida también está relacionada con otros factores, incluyendo particularmente la temperatura de una masa fundida.

Todavía como otro factor, debido a que las fibras sintéticas se originan en forma de un filamento, deben cortarse y texturizarse (no necesariamente en este orden) para adquirir otras propiedades que resultan deseables en un hilo, tejido o prenda de vestir acabada. En la mayoría de los casos, la etapa de texturización requiere que el filamento o fibra sintético sea conformado mecánicamente o térmicamente en una forma diferente de un filamento extruido recto. Por consiguiente, la necesidad de texturizar el poliéster añade otro conjunto de propiedades que deben tenerse en cuenta y que pueden competir con propiedades que potencian la polimerización, hilado o teñido.

De esta manera, existe una necesidad de que las composiciones de polímero puedan producir una fibra que pueda tintarse con algodón en una única etapa.

Sumario

Se proporcionan aspectos de la invención de acuerdo con las reivindicaciones adjuntas. En la presente memoria se divulga una composición con ventajas para las fibras textiles, incluyendo una masa fundida de precursores de poliéster seleccionados de entre el grupo que consiste en ácido tereftálico, tereftalato de dimetilo y etilenglicol; ácido adípico en una cantidad suficiente para proporcionar filamentos y fibras realizados en la masa fundida, un tinte receptivamente similar al algodón a presión atmosférica; pentaeritritol en una cantidad suficiente para proporcionar resistencia a la formación de bolitas a hilos mezclados de algodón y fibras realizadas a partir de la masa fundida, y polietilenglicol en una cantidad suficiente para proporcionar a la masa fundida la elasticidad necesaria para producir filamento extruido a partir de la masa fundida. La masa fundida se mantiene a una temperatura de entre 285°C y 295°C y a una viscosidad intrínseca de entre 0.58 y 0.82.

En un aspecto, la invención es una composición de copolímero con ventajas para las fibras textiles. En el presente aspecto, la invención incluye un copolímero de tereftalato de polietileno, entre 4.5 y 5.5 por ciento en peso de ácido adípico sobre la base de la cantidad de copolímero, entre 630 y 770 partes por millón (ppm) en peso de pentaeritritol sobre la base de la cantidad de copolímero, y entre 3.4 y 4.2 por ciento en peso de polietilenglicol sobre la base de la cantidad de copolímero.

En otro aspecto, la invención es un procedimiento de hilado de un filamento de copolímero de tereftalato de polietileno. El procedimiento incluye las etapas de polimerizar ácido tereftálico, etilenglicol, entre 4.5 y 5.5 por ciento en peso de ácido adípico, entre aproximadamente 630 y 770 ppm de pentaeritritol y entre aproximadamente 3.4 y 4.2 por ciento en peso de polietilenglicol con una masa fundida de copolímero con menos de 2 por ciento de DEG, a una viscosidad intrínseca de entre aproximadamente 0.58 y 0.82 y a una temperatura de entre aproximadamente 285°C y 295°C, estando basadas las cantidades proporcionales en la cantidad en peso de copolímero polimerizado, y después el hilado de la masa fundida de copolímero de poliéster resultante para formar un filamento.

En la presente memoria se divulga un procedimiento de coloración de hilo mezclado de algodón y fibra de copolímero de poliéster texturizado, en el que el hilo presenta entre aproximadamente 20 por ciento y 80 por ciento en peso de algodón. La fibra de poliéster texturizado presenta una composición de entre aproximadamente 4.5 y 5.5 por ciento de ácido adípico sobre la base de la cantidad de copolímero de poliéster, entre aproximadamente 630 y 770 partes por millón de pentaeritritol sobre la base de la cantidad de copolímero de poliéster, entre aproximadamente 3.4 y 4.2 por ciento de polietilenglicol sobre la base de la cantidad de copolímero de poliéster y menos de 2 por ciento de dietilenglicol sobre la base de la cantidad de copolímero de poliéster. La etapa de teñido se lleva a cabo a presión atmosférica y a una temperatura inferior a 100°C (212°F).

En la presente memoria se divulga un hilo mezclado. El hilo contiene entre aproximadamente 20 por ciento y 80 por ciento en peso de algodón y copolímero de poliéster texturizado como el resto. La fibra de poliéster texturizado presenta una composición de entre aproximadamente 4.5 y 5.5 por ciento de ácido adípico sobre la base de la cantidad de copolímero de poliéster, entre aproximadamente 630 y 770 partes por millón (ppm) de pentaeritritol sobre la base de la cantidad de copolímero de poliéster, entre aproximadamente 3.4 y 4.2 por ciento de polietilenglicol sobre la base de la cantidad de copolímero de poliéster y menos de 2 por ciento de dietilenglicol sobre la base de la cantidad de copolímero de poliéster.

Lo anteriormente expuesto y otros objetivos y ventajas de la invención y el modo en que se llevan a cabo los mismos se pondrán de manifiesto a partir de la descripción detallada posteriormente.

Breve descripción de los dibujos

Las figuras 1 a 6 son fotografías de tejidos tricotados que son tejidos de control o tricotados utilizando las fibras según la presente invención. Las fotografías corresponden a los datos presentados numéricamente en las tablas 3 y 4.

La figura 7 es una parte aislada ampliada de la figura 6 que muestra la diferencia entre una parte del tejido expuesta a la luz y una parte protegida de la luz.

La figura 8 muestra una comparación entre el tejido de control y tejido realizado con la invención utilizando un agente nivelador diferente que en la muestra en las figuras 1 a 6.

Descripción detallada

Tal como se explica en la presente memoria, el objetivo de la invención es producir una fibra que se basa en poliéster (tereftalato de polietileno) que pueda tintarse con el algodón en una única etapa.

Tal como se entiende bien en la técnica, el algodón típicamente se tiñe con tintes reactivos o directos a temperaturas de aproximadamente 66°C (150°F) (es decir, claramente inferiores al punto de ebullición del agua) y a presión atmosférica. El poliéster típica y necesariamente se tinte con tintes dispersos, que requieren temperaturas mucho más altas (superiores a 120°C (250°F)) en la mayoría de casos y, de esta manera, también pueden requerir equipos presurizados (condiciones de presión superior a la atmosférica) con el fin de que la dispersión de tinte penetre en el poliéster. El teñido del algodón tiende a ser sensible al pH, mientras que el poliéster típicamente requiere aditivos denominados portadores o agentes niveladores (tales como derivados de ácidos grasos) que actúan ayudando al tinte a migrar por el material de sustrato.

En la técnica textil, términos tales como "texturizado" y "frisado", se utilizan amplia y específicamente. En el sentido más amplio, se utiliza el texturizado y el frisado como sinónimos para referirse a etapas en las que filamento sintético, fibra discontinua o hilo se trata mecánicamente, se trata térmicamente, o ambos, para que presente un mayor volumen que el filamento, fibra o hilo no tratado. En un sentido más restringido, el término frisado se utiliza para describir la producción de una orientación bidimensional en dientes de sierra de un filamento, fibra o hilo, mientras que el término texturizado se utiliza para referirse a tratamientos que producen lazos o rizos. El significado generalmente es claro a partir del contexto. En la memoria y en las reivindicaciones, el término "textura" se utiliza en un sentido amplio para incluir todas las posibilidades para producir el efecto deseado en un filamento, fibra discontinua o hilo.

La solicitud provisional comúnmente asignada nº de serie 61970569, presentada el 26 de marzo de 2014, describe composiciones que incluyen una cantidad incrementada (en comparación con formulaciones convencionales) de ácido adípico y dietilenglicol ("DEG") con el fin de producir un poliéster que puede tintarse con tintes reactivos. Sin embargo, en trabajo adicional con la composición se ha encontrado que, aunque la composición de dicha solicitud nº 61970569 puede aceptar muchos colores, no aceptará determinados colores, un ejemplo de los cuales es uno de los tintes violeta NOVACRON® de Huntsman Textile Effects (Charlotte, NC; Dalton, GA; Woodlands, TX). De acuerdo con lo anterior, y sin limitación a ninguna teoría en particular, se llevó a cabo una serie de pruebas comparativas para eliminar o moderar componentes en los tipos de fórmulas proporcionados en el documento nº 61970569. Empíricamente, dichas pruebas indicaron que las cantidades más elevadas de dietilenglicol causaron la incapacidad para incorporar el tinte violeta en cantidades aceptables.

De esta manera, según la invención, inesperadamente se ha determinado que la presencia de dietilenglicol en porcentajes superiores a aproximadamente 2% conduce a problemas en el teñido de mezclas de algodón y poliéster con determinados colores de tinte bajo condiciones favorables para el algodón.

Basándose en composiciones de prueba adicionales, seguido de pruebas de teñido y firmeza del color, la invención proporciona un copolímero de poliéster que se tinte con algodón con resultados mucho mejores en un abanico más amplio de colores que en el documento n° 61970569 o en otros intentos. El copolímero mejorado puede producirse mediante la incorporación de ácido adípico en una cantidad de entre aproximadamente 4.5 y 5.5%; pentaeritritol en una cantidad de entre aproximadamente 630 y 770 ppm; entre aproximadamente 3.4 y 4.2% de polietilenglicol, manteniendo simultáneamente la cantidad de dietilenglicol (un producto secundario constante de la esterificación de ácido tereftálico y etilenglicol) en menos de 2%. Dichas cantidades respectivas se basan todas en sus proporciones en el copolímero acabado.

En la composición más útil hasta hoy, el ácido adípico está presente en una proporción de aproximadamente 5%; el pentaeritritol, en una proporción de aproximadamente 700 ppm y el polietilenglicol, de aproximadamente 3.8%.

El nivel elevado (relatividad) de pentaeritritol incrementa la reactividad de la reacción de polimerización. De esta manera, la expectativa convencional es que se requiere una masa fundida de baja temperatura para moderar dicha reactividad. Sin embargo, en la invención, el pentaeritritol y la reactividad incrementada se deja que incrementen la viscosidad intrínseca del polímero y la viscosidad total de la masa fundida. Convencionalmente, la viscosidad intrínseca del poliéster utilizado para el filamento y después la fibra discontinua se mantiene en aproximadamente 0.52-0.65. Una masa fundida menos viscosa tiende a ser excesivamente "acuoso" y una masa fundida excesivamente viscosa tiende a separarse durante la extrusión respecto de la hilera (hilado).

En la invención, se deja que la viscosidad intrínseca se incremente significativamente, y en particular que alcance valores de entre aproximadamente 0.58 y 0.82, siendo ejemplar 0.75. Dado que los copolímeros convencionales tienden a actuar a viscosidades intrínsecas bajas, la viscosidad intrínseca más elevada de la invención resulta inesperada.

Convencionalmente, con el fin de obtener un polímero de viscosidad intrínseca baja para el hilado y enfriamiento correctos, se reduce la temperatura del hilado. En contraste con ello, se deja que la composición de la invención hile a temperaturas que son más convencionales para el poliéster producido a partir de un monómero (por ejemplo, 280°C-290°C en el alto polimerizador).

De esta manera, aunque la temperatura de hilado para un copolímero con entre 4.5 y 5.5 por ciento de polietilenglicol se reduciría convencionalmente a aproximadamente 280°C, en la invención el hilado se lleva a cabo a la misma temperatura que para el monómero de poliéster convencional, por ejemplo, a aproximadamente 285°C-290°C.

El pentaeritritol añadido reduce la tenacidad del filamento resultante, aunque en la invención esta característica resulta ventajosa ya que tiende a reducir la formación de bolitas al mezclar la fibra producida a partir del filamento con el algodón.

Tal como es conocido para el experto en textiles en general y en fibras de poliéster y mezclas de poliéster y algodón en particular, la expresión "formación de bolitas" se utiliza para describir pequeños enredos no deseados de fibras ("bolitas") que pueden resultar al frotar la superficie de un tejido (incluyendo el desgaste y desgarrar por uso normal) En mezclas de algodón-poliéster, la formación de bolitas puede ser más notable debido a que la resistencia del poliéster tiende a impedir que las bolitas formadas a partir de las fibras de poliéster se desprendan del tejido tan fácilmente como las bolitas de fibras de algodón. La formación de bolitas puede someterse a ensayo mediante la norma n° ASTM D3512 ("Procedimiento de ensayo estándar para la resistencia a la formación de bolitas y otros cambios superficiales relacionados en los tejidos textiles"), por ejemplo, los ensayos de caída aleatoria en tambor rotatorio, o procedimiento de ensayo AATCC 124-2014 ("Apariencia de suavidad de tejidos después de repetidos lavados domésticos").

La tabla 1 ilustra varias composiciones comparativas desarrolladas con el fin de identificar las composiciones más ventajosas para la invención. La tabla 1 ilustra una serie de ocho (8) experimentos, cada uno de los cuales fue diseñado para producir un lote de 1000 gramos (1 kg) de polímero. Estos lotes se produjeron en un reactor NCCATT de un kilogramo, seguido del hilado del filamento en un extrusor de escala de laboratorio. Estos materiales de partida se polimerizaron a una temperatura de 290°C y hasta alcanzar una viscosidad intrínseca diana de 0.620.

Tal como indica la tabla 1, los materiales de partida incluían catalizadores apropiados y por lo menos un abrillantador óptico (agente blanqueante fluorescente). Los abrillantadores ópticos son generalmente bien entendidos en la técnica y actúan mediante la absorción de la radiación UV (por ejemplo, en la región de entre 360 y 380 nanómetros) y la reemisión de luz visible azul-violeta de longitud de onda más larga en la parte visible

del espectro. Dichas composiciones pueden ser seleccionadas por el experto en la materia sin necesidad de experimentación indebida, y con la condición de que el abrillantador seleccionado no afecte indeseablemente a las propiedades deseadas del copolímero, fibra o tejido acabado. Los materiales de partida también incluían pequeñas cantidades de óxido de antimonio (0.35 g), 0,02 g de ácido fosfórico al 10% e hidróxido de tetrametilamonio (0.160 g de una solución al 5% en agua).

Tabla 1. Producción de lotes de 1000 gramos de copolímero.

		PD11	PD12	PD13	PD14	PD15	PD16	PD17	PD18
	Unidades								
AT	Gramos	861	828	828	828	828	828	828	828
EG	ml	406	391	391	391	391	391	391	391
Sb ₂ O ₃	Gramos	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3
Acetato de cobalto	Gramos	0.09	0.09	0.09	0.09	0.09	0.09	0.09	0.09
TiO ₂	Gramos	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0
AO	Gramos	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
PEG (PM=400)	ml	0.0	38.0	38.0	38.0	30.0	30.0	22.0	22.0
Observación nº 1									
DEG ml	50,0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
Ácido adípico	Gramos	50.0	50.0	50.0	50.0	50.0	30.0	50.0	50.0
Pentaeritritol	Gramos	0.9	1.0	0.7	0.5	0.7	0.7	0.7	0.9
Total de materias primas	Gramos	1242.5	1240.6	1240.3	1240.1	1242.3	1222.3	1239.3	1239.4
AT=ácido tereftálico; EG=etilenglicol; DEG = dietilenglicol; PEG=polietilenglicol; AO=abrillantador óptico									
Observación nº 1: añadir después de la esterificación y antes de la polimerización									

Los tejidos formados a partir de las composiciones en la tabla 1 pueden tintarse de la manera generalmente convencional siguiente. El tejido que debe tintarse se introduce en una solución acuosa que incluye opcionalmente auxiliares deseados (por ejemplo, agentes niveladores y sal) y se deja que se equilibre a medida que se eleva la temperatura desde la temperatura ambiente hasta la temperatura de teñido (por ejemplo, superior a aproximadamente 66°C (150°F), aunque inferior al punto de ebullición) durante el curso de aproximadamente 25 minutos. A continuación, la temperatura se mantiene generalmente constante mientras se añade el tinte (en una proporción de licor de aproximadamente 10:1) durante un periodo de aproximadamente 15 minutos, seguido de la elevación de la temperatura a aproximadamente 90°C (195°F) durante aproximadamente 30 minutos para permitir que migre el tinte. A continuación, se baja la temperatura durante un intervalo de aproximadamente 10 minutos hasta aproximadamente 70°C (158°F) y se mantiene en esa temperatura durante aproximadamente 35 minutos para permitir la fijación del tinte.

Seguidamente el tejido teñido se enjuaga durante aproximadamente 10 minutos a aproximadamente 50°C (122°F) y se enjuaga potencialmente más de una vez, según las circunstancias globales. A continuación, el tejido se neutraliza durante aproximadamente 10 minutos a aproximadamente 71°C (160°F), típicamente con ácido acético débil (por ejemplo, a no más de 1%). Seguidamente, el tejido puede enjabonarse durante 10 minutos durante uno o dos ciclos a aproximadamente 93°C (200°F), según la dureza del agua y el tono del color deseado.

A continuación, el tejido se enjuaga con agua caliente (aproximadamente 71°C (160°F)) y después con agua fría, cada vez durante aproximadamente 10 minutos. Si se desea o resulta necesario (por ejemplo, dependiendo del tono del tinte u otros factores), el tejido puede tratarse con fijadores (por ejemplo, los compuestos de amonio cuaternario poliméricos son a modo de ejemplo) y suavizantes.

De estas composiciones, PD11 aceptaría un tinte de alta energía a una temperatura de entre 127°C y 132°C (entre 260°F y 270°F), pero no aceptaría un tinte de baja energía a 96°C (205°F). Sin embargo, PD12 y PD13 aceptarían un tinte de baja energía en toda la fibra. La capacidad de tintarse apropiadamente con un tinte de baja energía proporciona ahorros de costes significativos debido a que los tintes de alta energía son proporcionalmente más caros (en ocasiones en un factor de 10) que los tintes reactivos.

Aunque la invención no se encuentra limitada a ninguna teoría en particular, puede plantearse la hipótesis de que el ácido adípico proporciona la receptividad del tinte; el pentaeritritol proporciona la resistencia a la formación de bolitas y el polietilenglicol proporciona la elasticidad para hilar la masa fundida en el filamento.

De acuerdo con lo anterior, se entenderá que, en un aspecto, la invención es la composición siguiente: poliéster, ácido adípico, pentaeritritol, polietilenglicol o cantidades pequeñas de dietilenglicol. A su vez, la composición puede entenderse como una masa fundida polimerizada, como un filamento de copolímero de poliéster producido a partir de la masa fundida, o como un filamento texturizado producido a partir de la composición.

El texturizado es bien conocido en la técnica y por lo tanto no se describirá en detalle, aparte de para señalar que, hasta el momento, la composición de la invención produce un filamento que puede texturizarse aplicando etapas convencionales (por ejemplo, el ajuste térmico mientras está en una posición torsionada).

- 5 Los aspectos de composición de la invención incluyen además la fabricación de fibras discontinuas cortadas a partir del filamento (típicamente de un filamento texturizado), hilos, particularmente mezclas de algodón y el copolímero de poliéster de la invención, hilos teñidos, tejidos, tejidos teñidos y prendas de vestir.

10 Se entenderá además que la etapa de teñido puede llevarse a cabo en un hilo mezclado, o en un tejido formado a partir del hilo mezclado o incluso en una prenda de vestir formada a partir del hilo mezclado.

15 En el contexto del procedimiento, la invención incluye las etapas de polimerizar una carga de ácido tereftálico, etilenglicol, ácido adípico en una cantidad de entre aproximadamente 4.5% y 5%, pentaeritritol en una cantidad de entre aproximadamente 630 y 770 ppm, polietilenglicol en una cantidad de entre aproximadamente 3.4% y 4.2% y menos de 2% de dietilenglicol. Dichas cantidades se expresan como porcentaje en peso del componente en relación al peso total del copolímero acabado.

20 La carga se procesa a (o hasta que alcanza) una viscosidad intrínseca de entre aproximadamente 0.68 y 0.82 y a una temperatura de entre aproximadamente 285°C y 295°C. La masa fundida se hila para formar filamento en un procedimiento de otro modo convencional.

25 El filamento producido mediante el procedimiento puede texturizarse y cortarse para formar fibra discontinua, se hila en un hilo mezclado con algodón (típicamente con algodón en el intervalo de entre 5% y 95% en peso) y se tinta como hilo. Alternativamente, el hilo mezclado puede tejerse o tricotarse formando tejido y después tintarse y transformarse en una prenda de vestir. En algunas circunstancias, la etapa de teñido se llevará a cabo en la prenda de vestir, aunque el teñido del hilo es probablemente más común.

30 Sin embargo, los expertos en la materia también apreciarán que el filamento puede utilizarse como hilo ("hilo de filamento"), es decir, sin cortar en fibra o sin mezclar con otra fibra (por ejemplo, algodón). Dichos hilos de filamento resultan particularmente ventajosos en la industria de la ropa deportiva. En particular, el hilo de filamento según la invención proporciona la oportunidad de utilizar Spandex que puede tintarse a las temperaturas de teñido inventivas (aproximadamente 96°C (205°F)), manteniendo simultáneamente todas las propiedades deseadas del Spandex. Tal como se explica en los antecedentes, se encuentran disponibles variaciones de Spandex que pueden tintarse a alta temperatura, aunque a mayor coste, y sin ninguna ventaja correspondiente de elasticidad o recuperación, con fines de ropa deportiva.

40 Debido a que las mezclas de polialgodón se fabrican, comercializan y utilizan en una diversidad de proporciones, en la presente memoria se expresa un intervalo potencialmente amplio (entre 5% y 95% de algodón). Sin embargo, se entenderá que, aunque la invención ciertamente ofrece ventajas para las mezclas ricas en algodón, la invención proporciona ventajas particulares para las mezclas de polialgodón con una mayor proporción (50% o más) de poliéster.

45 Tal como se ha indicado anteriormente, con respecto a la composición, en las etapas del procedimiento, los mejores resultados hasta el momento se han obtenido con aproximadamente 5% de ácido adípico, aproximadamente 700 ppm de pentaeritritol y aproximadamente 3.8% de polietilenglicol, todos sobre la base del peso total de la composición de copolímero.

50 En otro aspecto, la invención puede considerarse como el procedimiento de teñido de un hilo mezclado formado de algodón y fibra de poliéster texturizada que se inicia con la composición indicada en la presente memoria. De esta manera, la etapa de teñido se lleva a cabo en un hilo que incluye entre aproximadamente 5 y 95 por ciento en peso de algodón, junto con poliéster que incluye las cantidades ácido adípico, pentaeritritol, polietilenglicol y dietilenglicol indicadas con respecto a la composición y procedimiento de producción del filamento.

55 En otro aspecto, la invención es el hilo mezclado mismo que contiene aproximadamente entre 5% y 95% en peso de algodón, siendo el resto de poliéster texturizado. El poliéster texturizado presenta la composición descrita con respecto a las demás formas de realización. En aras de la completitud, estas son aproximadamente de entre 4.5% y 5.5% de ácido adípico (5% a modo de ejemplo), entre 630 y 770 ppm de pentaeritritol (700 ppm a modo de ejemplo), entre aproximadamente 3.4% y 4.2% de polietilenglicol (3.8% a modo de ejemplo) y menos de 2% de producto secundario de dietilenglicol. Nuevamente, dichas cantidades están basadas en el peso del copolímero acabado.

60 Al igual que con las otras formas de realización, el hilo puede tintarse y formarse en tejido y prendas de vestir, llevando a cabo el teñido en la mezcla y no en las etapas convencionales de teñido de algodón separadamente del poliéster.

65 De esta manera, utilizando la invención, puede tintarse con éxito un tejido de mezcla utilizando un único tinte. Alternativamente, en el caso de que resulten preferentes dos tintes, la invención permite mantener ambos productos de tinte en un único baño, eliminando de esta manera la etapa convencional de enjuague y fregado entre una etapa de teñido disperso para el poliéster y una etapa de teñido directo para el algodón. A su vez, la

invención proporciona las ventajas de menor uso de agua y menos producción de efluentes.

En una producción a escala continua, se espera que la invención se forme y utilice en etapas que resultarán bastante familiares para el experto en la materia. De esta manera, como ejemplo predictivo, se mezclan ácido tereftálico y etilenglicol formando una pasta (o suspensión) en una proporción molar de entre aproximadamente 1:1 y 1.2:1 (AT a EG). A continuación, se transfiere la pasta a un esterificador primario ("EP") bajo presión superior a la atmosférica y temperaturas superiores a 250°C (típicamente entre 260°C y 280°C). La composición forma el monómero esterificado (habitualmente representa aproximadamente 90 por ciento de esterificación). A continuación, dicho producto se transfiere a un esterificador secundario, en cuyo punto puede añadirse el pentaeritritol y el ácido adípico. Las presiones en el esterificador secundario son inferiores a las del esterificador primario, aunque las temperaturas son ligeramente más elevadas, por ejemplo, entre 270°C y 275°C y la esterificación alcanza (por ejemplo) aproximadamente 94%.

A continuación, la composición esterificada se transfiere a un bajo polimerizador y, si se desea, pueden añadirse alternativamente el pentaeritritol y el ácido adípico entre el esterificador secundario y el bajo polimerizador. El bajo polimerizador funciona a una temperatura de aproximadamente entre 275°C y 280°C y bajo un vacío para eliminar el vapor de agua (la polimerización es una reacción de condensación) y los monómeros alcanzan un grado de polimerización de aproximadamente entre 75 y 100%. A continuación, la composición se transfiere a un alto polimerizador, donde la polimerización alcanza un número mucho más elevado, típicamente del orden de 20.000 unidades.

El alto polimerizador típicamente funciona a temperaturas de aproximadamente entre 270°C y 310°C para polímeros PET estándares, siendo entre 285°C y 290°C particularmente representativa. Los copolímeros convencionales, que contienen polietilenglicol, normalmente actuarían a temperaturas inferiores en dicho intervalo, por ejemplo, aproximadamente 280°C. En la invención, sin embargo, la temperatura puede mantenerse más elevada (por ejemplo, entre 285°C y 290°C) dentro del intervalo estándar, aunque se permite que la viscosidad intrínseca alcance un valor entre aproximadamente 0.58 y 0.82, resultando favorable aproximadamente 0.75 en muchas circunstancias.

La viscosidad intrínseca típicamente se mide en un viscosímetro capilar utilizando una muestra del polímero disuelta en un solvente apropiado. Como alternativa, se encuentran disponibles instrumentos que pueden medir la viscosidad intrínseca directamente y sin la etapa de disolución del polímero en un disolvente. Las viscosidades intrínsecas indicadas en la presente memoria se miden o se confirman utilizando, por ejemplo, la norma ASTM D5225 ("Procedimiento de prueba estándar para medir la viscosidad en solución de polímeros con un viscosímetro diferencial"). Puede utilizarse otra prueba o instrumento que proporcione los mismos resultados dentro de una tolerancia o margen de error aceptable.

Con respecto a la invención (y en muchos casos, en general), la firmeza del color representa la resistencia de un color teñido a la decoloración o corrimiento bajo diversos tipos de influencia sobre el hilo, tejido o prenda. La exposición a agua, luz, frote, lavado y transpiración son típicos. Las pruebas de firmeza del color buscan identificar las propiedades del material de una manera que resulte útil y reproducible.

En una prueba típica (procedimiento de ensayo AATCC 61-2013: firmeza del color frente al lavado acelerado), la pérdida de color del tejido y los cambios superficiales resultantes de la solución de detergente y la acción abrasiva de cinco lavados típicos a mano o domésticos, con o sin cloro, se simulan aproximadamente con una prueba de 45 minutos. Las muestras se exponen a condiciones de temperatura, solución de detergente, blanqueamientos y acción abrasiva que se espera que produzcan un cambio del color representativo de cinco lavados a mano o domésticos. La Society of Dyers and Colorists (SDC, www.sdc.org.uk, acceso el 24 de julio de 2015) y la International Organization for Standardization (ISO, www.iso.org, acceso el 24 de julio de 2015) también han desarrollado pruebas estándares.

La resistencia a la luz (es decir, la firmeza del color bajo la exposición a luz) también puede llevarse a cabo utilizando un fadómetro de xenón de alta energía bajo condiciones definidas de intensidad de radiación, tiempo de ciclado (luz, oscuridad) y temperatura. El procedimiento de ensayo AATCC 169-2009, "Resistencia a la intemperie de los materiales textiles: exposición a lámpara de xenón" es una prueba apropiada.

Las diferencias de color resultantes pueden evaluarse utilizando una escala de grises estandarizada y procedimientos de ensayo de escala de grises (por ejemplo, ASTM D2616 - 12: "Procedimiento de ensayo estándar para la evaluación de la diferencia de color visual con una escala de grises").

Tabla 2

Ensayo RTP en FRC		Ensayos de formación de bolitas PD13	
		30 min	60 min
control 40A	20/1 50/50 KPOE	222	111
PD 13	20/1 50/50 KPOE	333	333
control 40A	20/1 100% OE	333	222
PD 13	20/1 100% OE	333	333

		Ensayos de formación de bolitas PD13	
Ensayo 3HL en Delta			3HL
control 40A	20/1 50/50 KPOE		3.5
PD 13	20/1 50/50 KPOE		3.0
control 40A	20/1 100% OE		2.5
PD 13	20/1 100% OE		2.5

La tabla 2 proporciona los resultados de los ensayos de caída aleatoria en tambor giratorio ("RTP", por sus siglas en inglés) y lavado doméstico ("LD") tanto para tejidos de control como tejidos fabricados con la presente invención. Tal como se indica en la tabla 2, la formulación PD 13 de la tabla 1 se utilizó como componente sintético representativo de la invención. Los ensayos se llevaron a cabo utilizando las normas ASTM RTP y ASTM D3512 HL (<http://www.astm.org/Standards/D3512.htm>; acceso el 3 de marzo de 2016). Los ensayos se encuentran disponibles por suscripción, aunque generalmente consisten en una acción estandarizada de frote aplicada entre un tejido de muestra y un tejido estándar. Se lleva a cabo un número particular de frotos, y a continuación se examinan las muestras para determinar el número de bolitas creado. Los tejidos se colocan sobre bloques rectangulares para llevar a cabo el movimiento de frote.

En la tabla 2, 20/1 es el recuento de algodón inglés ("sistema de recuento de hilos de algodón", Totorá, *supra*). Algunos de los tejidos eran mezclas 50/50 de algodón cardado y fibras discontinuas sintéticas, hilado de fibras liberadas, siendo la fibra sintética la de la invención (PD 13) o un control Dupont AKRA (poliéster DuPont-Akra, LLC, Charlotte, NC 28210, EE.UU.). Se formaron otros tejidos a partir de 100% de fibra discontinua según la invención o (para el control) 100% del poliéster Dupont AKRA. Según la ficha de datos de seguridad del material de DuPont (MSDS n° DU005415), la composición es tereftalato de polietileno (CAS número 25038-59-9), que puede incluir una terminación del hilado de entre aproximadamente 0.2% y 3% de lubricante y menos de 5% de dióxido de titanio.

La tercera y cuarta columnas representan los tiempos del ensayo antes de la inspección visual, junto con la valoración del tejido en cada ocasión, siendo los números más altos valorados como mejores en la industria.

Los ensayos de lavado doméstico indicaron que el control y la invención se valorarían como equivalentes desde el punto de vista visual, o el control se consideraría ligeramente mejor en un caso. Sin embargo, y aunque ciertamente es una determinación subjetiva, la invención es comercialmente equivalente al control a todos los efectos prácticos y proporciona las demás ventajas indicadas en la presente memoria.

Los tejidos de mezcla en las figuras 3 a 6 se tintaron utilizando un procedimiento de tinte de un baño-dos etapas que presenta ahorros significativos tanto de recursos como de energía. En dicho procedimiento de tinte, se añaden agua y tinte disperso (para el poliéster) y tinte reactivo (para el algodón) juntos para formar la solución de tinte. En la primera etapa, se añade un ácido débil (típicamente ácido acético) para llevar el pH a un valor entre aproximadamente 5.5 y 6.5. A continuación, se calienta la mezcla hasta una temperatura de aproximadamente 96°C (205°F), es decir, una temperatura a la que se tinte el poliéster inventivo, pero no el poliéster estándar.

En una segunda etapa, en el mismo baño, lo que no resulta posible con el poliéster estándar, se añade sal y cáustico (es decir, una base, típicamente hidróxido sódico, NaOH) al mismo baño a fin de activar el tinte reactivo del algodón y llevar el pH al lado básico (p.ej., aproximadamente 8).

Este procedimiento de un baño-dos etapas evita la necesidad de vaciar el recipiente de tinte ("pote") después de la etapa de tinte del poliéster y de rellenarlo para la etapa de tinte del algodón. Como mínimo, lo anterior proporciona un ahorro de tiempo significativo que se vuelve progresivamente más ventajoso en etapas de tinte repetido. En segundo lugar, debido a que la temperatura del baño puede ser la misma para las etapas de tinte tanto de algodón como de poliéster, se requiere menos calentamiento, además de menos tiempo para un nuevo calentamiento. El resultado es un tejido de mezcla totalmente teñido a partir de un único baño de tinte.

Tabla 3

140575 Resistencia a la luz Interno-Parkdale 11-12-15.txt

Procedimiento: cambio de tono (ISO 105-A05)
 Id de tarea (estándar): Interno-Parkdale 2015
 Id de tarea (muestras): Interno-Parkdale 2015
 Estándar: 140575 n° 101315A control

Muestra:	dEF	Valoración
140575 n° 101315A 20 h	2.79	3-4
140575 n° 101315A 40 h	4.28	2-3
140575 n° 101315A Transp.ácida/20 h	2.84	3-4
140575 n° 101315A Transp. básica/20 h	2.68	3-4

140575 Resistencia a la luz Interno-Parkdale 11-12-15.txt

Procedimiento: cambio de tono (ISO 105-A05)		
Id de tarea (estándar): interno-Parkdale 2015		
Id de tarea (muestras): Interno-Parkdale 2015		
Estándar: 140575 nº 101315B control		
Muestra:	dEF	Valoración
140575 nº 101315B 20 h	5.58	2-3
140575 nº 101315B 40 h	8.65	1-2
140575 nº 101315B Transp. ácida/20 h	4.87	2-3
140575 nº 101315B Transp. básica/20 h	5.18	2-3
Procedimiento: cambio de tono (ISO 105-A05)		
Id de tarea (estándar): Interno-Parkdale 2015		
Id de tarea (muestras): Interno-Parkdale 2015		
Estándar: 140575 nº 101415 control		
Muestra:	dEF	Valoración
140575 nº 101415 20 h	3.32	3
140575 nº 101415 40 h	5.81	2
140575 nº 101415 Transp. ácida/20 h	5.74	2-3
140575 nº 101415 Transp. básica/20 h	4.29	2-3
Procedimiento: cambio de tono (ISO 105-A05)		
Id de tarea (estándar): Interno-Parkdale 2015		
Id de tarea (muestras): Interno-Parkdale 2015		
Estándar: 140575 nº 101515 control		
Muestra:	dEF	Valoración
140575 nº 101515 20 h	3.70	3
140575 nº 101515 40 h	6.07	2
140575 nº 101515 Transp. ácida/20 h	6.14	2
140575 nº 101515 Transp. básica/20 h	4.48	2-3
Procedimiento: cambio de tono (ISO 105-A05)		
140575 Resistencia a la luz Interno-Parkdale 11-12-15.txt		
Id de tarea (estándar): Interno-Parkdale 2015		
Id de tarea (muestras): Interno-Parkdale 2015		
Estándar: 140575 nº 101615 control		
Muestra:	dEF	Valoración
140575 nº 101615 20 h	4.91	2-3
140575 nº 101615 40 h	8.24	1-2
140575 nº 101615 Transp. ácida/20 h	5.17	2-3
140575 nº 101615 Transp. básica/20 h	5.53	2-3
Procedimiento: cambio de tono (ISO 105-A05)		
Id de tarea (estándar): Interno-Parkdale 2015		
Id de tarea (muestras): Interno-Parkdale 2015		
Estándar: 140575 nº 102215 control		
Muestra:	dEF	Valoración
140575 nº 102215 20 h	3.87	3
140575 nº 102215 40 h	6.88	2
140575 nº 102215 Transp. ácida/20 h	6.17	2
140575 nº 102215 Transp. básica/20 h	5.03	2-3

- 5 Las tablas 3 y 4 se interpretan mejor de la manera siguiente. Los tejidos de muestra en las tablas corresponden a un número de lote en la esquina superior izquierda de cada una de las figuras 1 a 6 (por ejemplo, "101315A" para la figura 1). Como clave:

Figura 1	101315A
Figura 2	101315B
Figura 3	101415
Figura 4	101515
Figura 5	101615
Figura 6	102215

- 10 Para ayudar a clarificar las fotografías, en cada una de las figuras 1 a 6, los números de referencia siguientes corresponden a los resultados siguientes: 10-2A lavado; 11-3A lavado; 12-manchado por frotamiento en seco; 13-manchado por frotamiento en húmedo; 14-corrimiento en agua fría; 15-transpiración ácida; 16 transpiración alcalina; 17-resistencia a la luz-20 horas; 18-resistencia a la luz-40 horas; 21 transpiración ácida-resistencia a la luz; 22 transpiración alcalina-resistencia a la luz; 23-(para los tejidos de mezcla en las figuras 3 a 6) se recorta una muestra de color de tejido después de eliminar el algodón (típicamente "quemándolo" con ácido sulfúrico,

H₂SO₄).

La tabla 3 es una combinación de seis subtablas que proporcionan los resultados de ensayo para cada uno de los seis tejidos diferentes ilustrados en las figuras 1 a 6. De esta manera, la primera subparte proporciona los resultados para 101315A para un ensayo de resistencia a la luz de 20 horas (ISO 105 A05), seguido de un ensayo de resistencia a la luz de 40 horas, de un ensayo de transpiración ácida de 20 horas y de un ensayo de transpiración alcalina de 20 horas.

La segunda subparte de la tabla 3 corresponde a la figura 2 (101315B) y después la figura 3 (101415), la figura 4 (101515), la figura 5 (101615) y la figura 6 (102215).

En cada caso, se calculó la puntuación dEF bajo la norma ISO 105-A05. En general, la norma ISO 105-A05 es un ensayo instrumental para evaluar el cambio de color de un espécimen de ensayo en comparación con el cambio de color de un espécimen de control, seguido de una serie de cálculos para convertir las mediciones del instrumento en una puntuación en una escala de grises.

El ensayo de resistencia a la luz es propiedad de la Organización Internacional de Estándares, aunque se encuentra disponible públicamente (es decir, no es confidencial) por suscripción. En general, las coordenadas de color para Luminosidad (L*), Croma (C*) y Tono H_{AB} se miden para especímenes de control y de ensayo, y se calculan las diferencias y se convierten en las puntuaciones de la escala de grises dEF mediante la utilización de ecuaciones que forman parte del protocolo de ensayo.

Tabla 4

140575 - Resultados de resistencia interno-Parkdale						
2A	101615	101415	102215	101515	101315A	101315B
CA	4	3.5	4	4	3.5	4
CO	5	5	5	5	5	5
PES	4	3.5	4	4	3.5	4
PA	5	5	5	5	5	5
PAC	5	5	5	5	5	5
WO	5	5	5	5	5	5

3A	101615	101415	102215	101515	101315A	101315B
CA	3	3	3	3	3	3
CO	4	4.5	4	4	4.5	4
PES	3	3	3	3	3	2.5
PA	4	4.5	4	4	4.5	4
PAC	4	4.5	4	4	4.5	4
WO	4	4.5	3.5	3.5	4.5	3.5
Corrimiento en agua fría	101615	101415	102215	101515	101315A	101315B
CA	5	5	5	5	5	5
CO	5	5	5	5	5	5
PES	5	5	5	5	5	5
PA	5	5	5	5	5	5
PAC	5	5	5	5	5	5
WO	5	5	5	5	5	5

Transpiración ácida	101615	101415	102215	101515	101315A	101315B
CA	5	5	5	5	5	5
CO	4	5	5	5	5	5
PES	5	5	5	5	5	5
PA	5	5	5	5	5	5
PAC	5	5	5	5	5	5
WO	5	5	5	5	5	5

Transpiración básica	101615	101415	102215	101515	101315A	101315B
CA	5	5	5	5	5	5
CO	4.5	5	5	5	5	5
PES	5	5	5	5	5	5

Transpiración básica	101615	101415	102215	101515	101315A	101315B
PA	5	5	5	5	5	5
PAC	5	5	5	5	5	5
WO	5	5	5	5	5	5

La tabla 4 resume resultados similares para cinco tipos de ensayo: 2A resistencia al lavado (AATCC 61 CAN/CGSB e ISO 105-C06 Ensayo nº BIM), 3A resistencia al lavado (AATCC 61 CAN/CGSB e ISO 105-C06 Ensayo nº BIM), corrimiento en agua fría (remojo del tejido durante un intervalo definido en agua a 25°C), resistencia a la transpiración ácida: (ISO 105-E04) y resistencia a la transpiración alcalina (ISO nº 105-E04).

Los tejidos de muestra (correspondientes a las figuras 1 a 6) se listan como fila de encabezamiento de cada una de las cinco subtablas, frente a una columna que representa acetato de celulosa (AC), algodón (A), poliéster (PES), nilón (PA), acrílico (PAC) y lana (L). Estos son los tejidos en las tiras en las partes correspondientes de las fotografías de las figuras 1 a 6. Los resultados indican la potencial estabilidad del color del tejido al formar un tejido de una mezcla de la invención y uno o más cualesquiera de estos otros tipos de fibra.

De la misma manera que las fotografías ilustran los excelentes resultados con respecto a (tejidos), los ensayos comparativos de la tabla 4 confirman los resultados. Los valores son los obtenidos de ISO-C06.

Entre otros ensayos utilizados o utilizables para identificar y comparar las propiedades de la invención se incluyen uno o más de los siguientes:

AATCC 61 es un ensayo desarrollado por la American Association of Textile Chemists and Colorists (Research Triangle Park North Carolina, EE.UU.). Los datos del ensayo se encuentran disponibles en la asociación en AATCC.org/test/methods/test-method-61/; acceso el 3 de marzo de 2016.

El ensayo evalúa la resistencia del color con respecto al lavado de los materiales textiles que se espera que resistan el lavado frecuente. Los especímenes se someten a ensayo "bajo condiciones apropiadas de temperatura, solución de detergente, blanqueamiento y acción abrasiva de manera que el cambio de color es similar al producido en cinco lavados a mano o domésticos".

El ensayo de encogimiento es AATCC 135. Nuevamente, es propiedad en sus detalles, aunque generalmente consiste en marcar una sección de muestra del tejido a distancias medidas seleccionadas, el lavado del tejido de una manera predeterminada, incluyendo el teñido y después la medición nuevamente de la posición de las marcas a fin de determinar la magnitud del encogimiento.

Se utilizó la descarga al frote (AATCC 8) para determinar la cantidad de color que se transfería de un tejido de muestra a otro tejido mediante frotamiento. El tejido de muestra que debe someterse a ensayo se fija a un medidor de resistencia al frote y después se frota contra un paño de ensayo blanco. El ensayo se llevó a cabo con un paño de ensayo seco y después con un paño de ensayo húmedo. La cantidad de color transferida al paño de ensayo se evaluó mediante comparación con la escala de transferencia cromática de AATCC. Los detalles del ensayo son propiedad de AATCC, aunque se encuentran públicamente disponibles y son bien entendidos por el experto en la materia.

Los tejidos también se sometieron a ensayo mediante el procedimiento de ensayo de asimetría (sesgo, asimetría) 179 AATCC, que nuevamente es propiedad de AATCC, aunque se encuentra disponible públicamente y es bien entendido en la técnica. El ensayo determina el cambio de asimetría de tipo sesgo en materiales tejidos y de punto, o en la torsión de prendas al someterlas a ensayo que imita los procedimientos de lavado automático repetido utilizados comúnmente en el lavado doméstico. El ensayo define procedimientos particulares de lavado y secado para obtener los resultados medidos. En cierto grado, los ensayos de asimetría tipo sesgo proporcionan una indicación del grado en que los hilos o cursores en un tejido resultarán torsionados respecto de su diseño deseado y de fabricación.

La resistencia del color con respecto al lavado en caliente comercial y doméstico también puede determinarse utilizando el ensayo ISO número 105-C06. El aparato de ensayo, materiales y reactivos y procedimientos exactos son propiedad de la Organización Internacional de Estándares (dirección de internet), aunque nuevamente se encuentran disponibles públicamente (por suscripción o coste individual de adquisición) y resultarán bien entendidos por el experto en la materia.

Los ensayos relacionados se refieren a la resistencia a la transpiración (ISO 105-E04), la resistencia al agua (ISO 105-E01) y la resistencia a la luz (ISO 105-B02).

En general, los ensayos de transpiración se llevan a cabo utilizando dos soluciones estándares que imitan la transpiración, aunque uno es ligeramente ácido (por ejemplo, pH 5.5) y uno es ligeramente básico (por ejemplo, pH 8.0).

Una muestra de un tejido que debe someterse a ensayo se pone en contacto inmediato (con frecuencia mediante cosido) con un tejido no teñido que, de otro modo, es idéntico. A continuación, dicha muestra compuesta se sumerge en una solución ácida o básica durante aproximadamente 30 minutos y después se mantiene a una temperatura elevada (por ejemplo, 35°C a 39°C) bajo una presión ligera durante aproximadamente cuatro horas.

Los ensayos complementarios (ácidos o básicos) se llevan a cabo exactamente de la misma manera. A continuación, las muestras compuestas pueden separarse del paño blanco y secarse, y el cambio de color del espécimen y la tinción del paño blanco pueden compararse frente a una escala de grises estandarizada.

La figura 8 ilustra los resultados de un subgrupo de ensayos llevados a cabo con tejidos (de control y de la invención) teñidos utilizando agentes niveladores diferentes de los seleccionados para las muestras en las figuras 1 a 6.

En la figura 8, se ilustran (y numeran) seis tejidos diferentes a lo largo de la fila superior: Dacron teñido en Univadine DLS al 1% (25); la invención se teñió utilizando Univadine DLS al 1% (26); Dacron teñido en Univadine DFM al 1% (27); la invención se teñió en Univadine DFM al 1% (30); Dacron teñido en Univadine DFM al 10% (31), y la invención se teñió en Univadine DFM al 10% (32). Los agentes niveladores Univadine se encuentran disponibles en Huntsman Textile Effects 3400, Westinghouse Boulevard Charlotte, NC 28273, EE.UU.

La fila intermedia muestra los resultados de residuos de tinte basados en seis muestras de Dacron no teñidas, cada una de las cuales se introdujo en un baño de tinte después de la etapa de teñido. En la medida en que los tejidos originales (25-27 y 30-32) no consiguieron incorporar el tinte eficientemente, los resultados se indican en la segunda fila. De esta manera, los resultados menos teñidos son mejores que los resultados con un color pálido (o incluso un color predominante).

De acuerdo con lo anterior, estos resultados muestran la incorporación de tinte residual con las correspondientes relaciones: 25 y 33, 26 y 34, 27 y 35, 30 y 36, 31 y 37, y 32 y 40.

Las hojas de ensayo 33, 35 y 37 muestran todas ellas un color evidente, indicando que quedaba tinte residual después de teñir las muestras de Dacron 25, 27 y 31. Las hojas de ensayo 34, 36 y 40 eran esencialmente blancas, indicando una incorporación de tinte que funcionó mucho mejor por parte de las muestras de tejido inventivo 26, 30 y 32, respectivamente.

La fila del fondo de la figura 8 muestra los resultados del ensayo de resistencia a la luz realizados en los mismos tejidos, con fines comparativos. En esta fila, las relaciones son en cada caso, el tejido formado de la composición inventiva proporciona resultados superiores a los del estándar de Dacron.

En la memoria se ha explicado una forma de realización preferida de la invención, y aunque se han utilizado términos específicos, se utilizan en un sentido genérico y descriptivo únicamente y no con fines limitativos, estando definido el alcance de la invención por las reivindicaciones.

Entre los aspectos generales de la invención se incluyen:

Una composición con ventajas para las fibras textiles, y que comprende una fusión de:

precursores de poliéster seleccionados de entre el grupo que consiste en ácido tereftálico, tereftalato de dimetilo y etilenglicol,

ácido adípico en una cantidad suficiente para proporcionar a los filamentos y fibras producidos a partir de dicha masa fundida, un tinte receptivamente similar al algodón a presión atmosférica,

pentaeritritol en una cantidad suficiente para proporcionar resistencia a la formación de bolitas a hilos mezclados de algodón con fibras producidas a partir de dicha masa fundida,

polietilenglicol en una cantidad suficiente para proporcionar a dicha masa fundida la elasticidad necesaria para producir filamento extruido a partir de la masa fundida,

manteniendo dicha masa fundida a una temperatura de entre aproximadamente 285°C y 295°C y a una viscosidad intrínseca de entre aproximadamente 0.58 y 0.82.

Preferentemente, la composición contiene menos de 2 por ciento de dietilenglicol (DEG). Preferentemente, la composición presenta una viscosidad intrínseca de 0.75.

Un filamento de copolímero de poliéster producido a partir de la composición. Un hilo teñido formado de una mezcla de: fibras de algodón y fibras discontinuas cortadas a partir de un filamento texturizado producido a partir del filamento.

Una composición de copolímero con ventajas para las fibras textiles, comprendiendo dicha composición:

- 5 copolímero de poliéster,
entre aproximadamente 4.5 y 5.5 por ciento en peso de ácido adípico sobre la base de la cantidad de copolímero,
entre aproximadamente 630 y 770 partes por millón (ppm) de pentaeritritol sobre la base de la cantidad de copolímero, y
entre aproximadamente 3.4 y 4.2 por ciento en peso de polietilenglicol sobre la base de la cantidad de copolímero. Preferentemente, dietilenglicol (DEG) en una cantidad inferior a 2 por ciento en peso sobre la base de la cantidad de copolímero. Preferentemente, dicho pentaeritritol se encuentra presente en una cantidad de aproximadamente 700 ppm sobre la base de la cantidad de copolímero. Preferentemente, dicho ácido adípico se encuentra presente en una cantidad de aproximadamente 5 por ciento sobre la base de la cantidad de copolímero.
Preferentemente, dicho polietilenglicol se encuentra presente en una cantidad de aproximadamente 3.8 por ciento en peso sobre la base de la cantidad de copolímero. Más preferentemente, dicho polietilenglicol presenta un peso molecular de aproximadamente 400 gramos por mol.
Un tejido de punto teñido producido a partir del tejido textil. Preferentemente, un material tejido teñido.
- 25 Un filamento de copolímero de poliéster que comprende:
una composición de entre aproximadamente 4.5 y 5.5 por ciento en peso de ácido adípico sobre la base de la cantidad de copolímero de poliéster, entre aproximadamente 630 y 770 partes por millón (ppm) de pentaeritritol sobre la base de la cantidad de copolímero de poliéster, entre aproximadamente 3.4 y 4.2 por ciento en peso de polietilenglicol sobre la base de la cantidad de copolímero de poliéster, y menos de 2 por ciento en peso de dietilenglicol sobre la base de la cantidad de copolímero de poliéster.
Un filamento texturizado producido a partir del filamento de copolímero de poliéster. Preferentemente, un filamento texturizado que recibe y retiene el tinte reactivo a presión atmosférica y a temperaturas inferiores a 100°C (212°F).
- 35 Fibras discontinuas cortadas del filamento de copolímero de poliéster texturizado. Preferentemente, una mezcla de fibras de algodón y fibras discontinuas cortadas del filamento de copolímero de poliéster texturizado.
- 40 Un hilo de color resistente según el hilo mezclado que comprende además un tinte reactivo. Un tejido formado a partir del hilo mezclado. Preferentemente, el tejido se selecciona del grupo que consiste en material tejido y tejido de punto.
Un tejido de color resistente que comprende el hilo mezclado y un tinte reactivo. Una prenda formada a partir del hilo mezclado.
- 45 Un procedimiento de hilado de un filamento de copolímero de poliéster, que comprende las etapas de:
50 polimerizar ácido tereftálico, etilenglicol, entre aproximadamente 4.5 y 5.5 por ciento en peso de ácido adípico, entre aproximadamente 630 y 770 ppm de pentaeritritol, y entre aproximadamente 3.4 y 4.2 por ciento en peso de polietilenglicol, formando una masa fundida de copolímero con menos de 2 por ciento en peso de DEG,
55 a una viscosidad intrínseca de entre aproximadamente 0.58 y 0.82 y a una temperatura de entre aproximadamente 285°C y 295°C,
estando basadas las cantidades proporcionales en la cantidad de copolímero polimerizado, y
hilado de la masa fundida de copolímero de poliéster en filamento.
- 60 Preferentemente, el procedimiento comprende además el texturizado del filamento producido mediante el procedimiento. Más preferentemente, el procedimiento comprende además cortar el filamento texturizado en fibra discontinua. Preferentemente, el procedimiento comprende además el hilado de la fibra discontinua de poliéster con algodón para formar un hilo mezclado. Más preferentemente, el procedimiento comprende además el teñido del hilo mezclado. Preferentemente, el procedimiento comprende además teñir el hilo con el tinte reactivo a presión atmosférica.
- 65

Preferentemente, el procedimiento comprende además formar un tejido a partir del hilo. Más preferentemente, el procedimiento comprende además el teñido del tejido. Preferentemente, el procedimiento comprende además teñir el tejido con un tinte reactivo a presión atmosférica.

5 Preferentemente, el procedimiento comprende además formar una prenda de vestir a partir del tejido teñido. Preferentemente, el procedimiento comprende además formar un tejido a partir del hilo. Preferentemente, el procedimiento comprende además formar una prenda de vestir a partir del tejido.

10 Preferentemente, el procedimiento de hilado comprende:

polimerizar ácido tereftálico, etilenglicol, 5 por ciento en peso de ácido adípico y pentaeritritol formando una masa fundida de copolímero con aproximadamente 3.8 por ciento en peso de PEG, menos de 2 por ciento en peso de DEG, una viscosidad intrínseca de aproximadamente 0.75 y una temperatura de entre aproximadamente 285°C y 15 295°C.

El filamento producido mediante el procedimiento. Una fibra discontinua texturizada producida a partir del filamento. Un hilo mezclado a partir de algodón y la fibra discontinua texturizada formada a partir del filamento extruido realizado con la composición. Un tejido formado a partir de los hilos mezclados.

20 Un procedimiento de proporcionar color al hilo, que comprende:

teñir un hilo mezclado de algodón y fibra discontinua de copolímero de poliéster texturizado,

25 en el que el hilo es entre aproximadamente 20 por ciento y 80 por ciento en peso de algodón, y

en el que la fibra discontinua de poliéster texturizado presenta una composición de entre aproximadamente 4.5 y 5.5 por ciento en peso de ácido adípico sobre la base de la cantidad de copolímero de poliéster, entre aproximadamente 630 y 770 partes por millón (ppm) de pentaeritritol sobre la base de la cantidad de copolímero de poliéster, entre aproximadamente 3.4 y 4.2 por ciento en peso de polietilenglicol respecto a la 30 cantidad de copolímero de poliéster, y menos de 2 por ciento en peso de dietilenglicol sobre la base de la cantidad de copolímero de poliéster, y

35 llevar a cabo la etapa de teñido a presión atmosférica y a una temperatura inferior a 100°C (212°F).

Preferentemente, el procedimiento comprende además tricotar el hilo para formar un tejido. Preferentemente, el procedimiento comprende formar una prenda de vestir a partir del tejido de punto. Preferentemente, el procedimiento comprende además tejer el hilo formando un tejido. Preferentemente, el procedimiento comprende 40 formar una prenda de vestir a partir del material tejido.

Preferentemente, el procedimiento comprende teñir un hilo en el que la fibra discontinua de poliéster presenta una composición de aproximadamente 5 por ciento en peso de ácido adípico sobre la base de la cantidad de copolímero de poliéster, aproximadamente 700 partes por millón (ppm) de pentaeritritol sobre la base de la cantidad de copolímero de poliéster, aproximadamente 3.8 por ciento en peso de polietilenglicol sobre la base de la 45 cantidad de copolímero de poliéster y menos de 2 por ciento en peso de dietilenglicol sobre la base de la cantidad de copolímero de poliéster.

Preferentemente, el procedimiento comprende teñir el hilo con un tinte reactivo. Preferentemente, el procedimiento comprende teñir el hilo con un tinte disperso.

REIVINDICACIONES

1. Composición de copolímero con ventajas para las fibras textiles, comprendiendo dicha composición:

copolímero de tereftalato de polietileno;
entre 4.5 y 5.5 por ciento en peso de ácido adípico sobre la base de la cantidad de copolímero;
entre 630 y 770 partes por millón en peso de pentaeritritol sobre la base de la cantidad de copolímero; y
entre 3.4 y 4.2 por ciento en peso de polietilenglicol sobre la base de la cantidad de copolímero.

2. Composición según la reivindicación 1, que contiene dietilenglicol en una cantidad inferior a 2 por ciento en peso sobre la base de la cantidad de copolímero.

3. Composición según la reivindicación 1 o 2, en la que dicho pentaeritritol se encuentra presente en una cantidad de 700 partes por millón en peso sobre la base de la cantidad de copolímero.

4. Composición según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que dicho ácido adípico se encuentra presente en una cantidad de 5 por ciento en peso sobre la base de la cantidad de copolímero.

5. Composición según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que:

dicho polietilenglicol se encuentra presente en una cantidad de 3.8 por ciento en peso sobre la base de la cantidad de copolímero en peso; y

dicho polietilenglicol presenta un peso molecular de 400 gramos por mol.

6. Filamento texturizado realizado a partir de la composición según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5.

7. Hilo formado de una mezcla de fibras de algodón y fibras discontinuas cortadas a partir del filamento texturizado según la reivindicación 6.

8. Procedimiento de hilado de un filamento de copolímero de tereftalato de polietileno, que comprende las etapas de polimerizar ácido tereftálico, etilenglicol, entre 4.5 y 5.5 por ciento en peso de ácido adípico, entre 630 y 770 partes por millón en peso de pentaeritritol, y entre 3.4 y 4.2 por ciento en peso de polietilenglicol en una masa fundida de copolímero con menos de 2 por ciento en peso de dietilenglicol; a una viscosidad intrínseca de entre 0.58 y 0.82 y a una temperatura de entre 285°C y 295°C, estando basadas las cantidades proporcionales en la cantidad en peso de copolímero polimerizado; e hilar la masa fundida de copolímero de poliéster resultante para formar un filamento, mientras que la viscosidad intrínseca se mide según la norma ASTM D5225.

9. Procedimiento según la reivindicación 8, que comprende además texturizar el filamento,

cortar el filamento texturizado en fibra discontinua, e
hilar la fibra discontinua de poliéster con algodón para formar un hilo mezclado.

10. Procedimiento según la reivindicación 9, que comprende además teñir el hilo mezclado.

11. Procedimiento de hilado según la reivindicación 8, que comprende: polimerizar ácido tereftálico, etilenglicol, 5 por ciento en peso de ácido adípico y pentaeritritol en una masa fundida de copolímero con 3.8 por ciento en peso de polietilenglicol, menos de 2 por ciento en peso de dietilenglicol, una viscosidad intrínseca de 0.75 y a una temperatura de entre 285°C y 295°C.

12. Procedimiento de proporcionar color a un hilo, que comprende: teñir un hilo según la reivindicación 9, llevando a cabo la etapa de teñido a presión atmosférica y a una temperatura inferior a 100°C.

13. Procedimiento según la reivindicación 12, que comprende teñir un hilo en el que la fibra discontinua de poliéster presenta una composición de 5 por ciento en peso de ácido adípico sobre la base de la cantidad de copolímero de poliéster, 700 partes por millón en peso de pentaeritritol sobre la base de la cantidad de copolímero de poliéster, 3.8 por ciento en peso de polietilenglicol sobre la base de la cantidad de copolímero de poliéster y menos de 2 por ciento en peso de dietilenglicol sobre la base de la cantidad de copolímero de poliéster.

14. Tejido textil que incluye:

Spandex; y

un filamento de copolímero de poliéster en el que la composición del copolímero comprende:

copolímero de poliéster;

entre 4.5 y 5.5 por ciento en peso de ácido adípico sobre la base de la cantidad de copolímero;

5 entre 630 y 770 partes por millón en peso de pentaeritritol sobre la base de la cantidad de copolímero; y

entre 3.4 y 4.2 por ciento en peso de polietilenglicol sobre la base de la cantidad de copolímero.

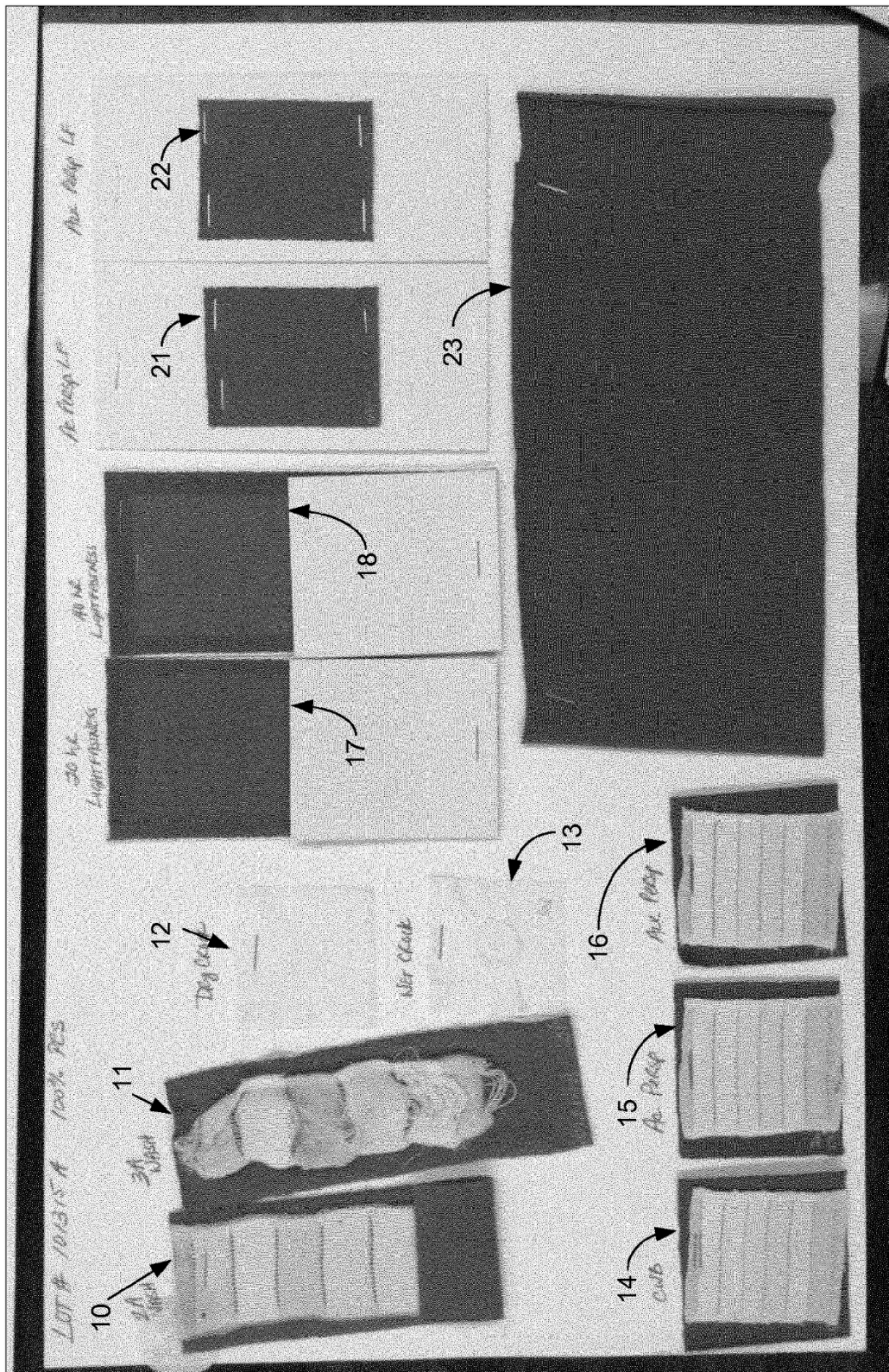


Figura 1

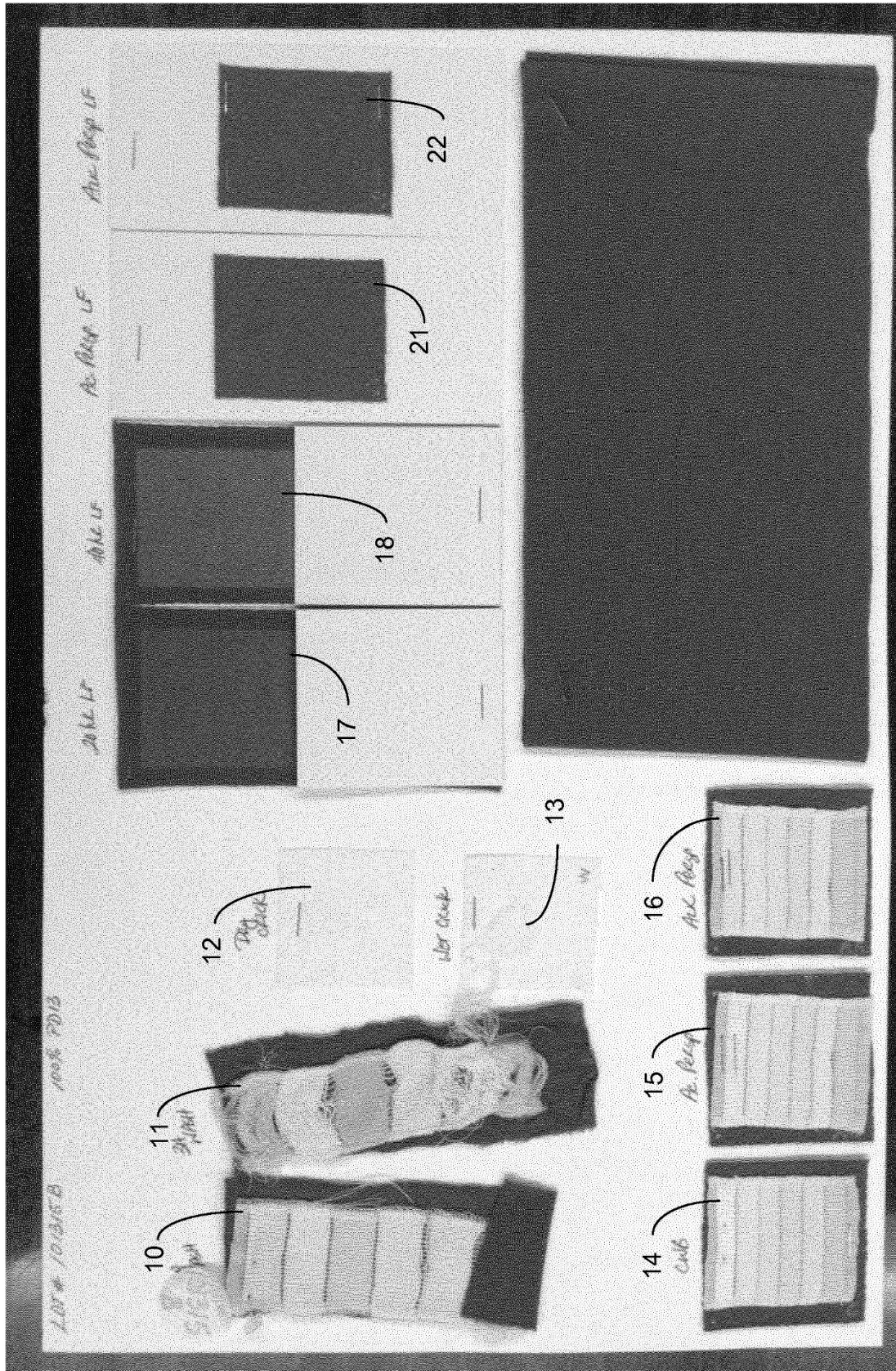


Figura 2

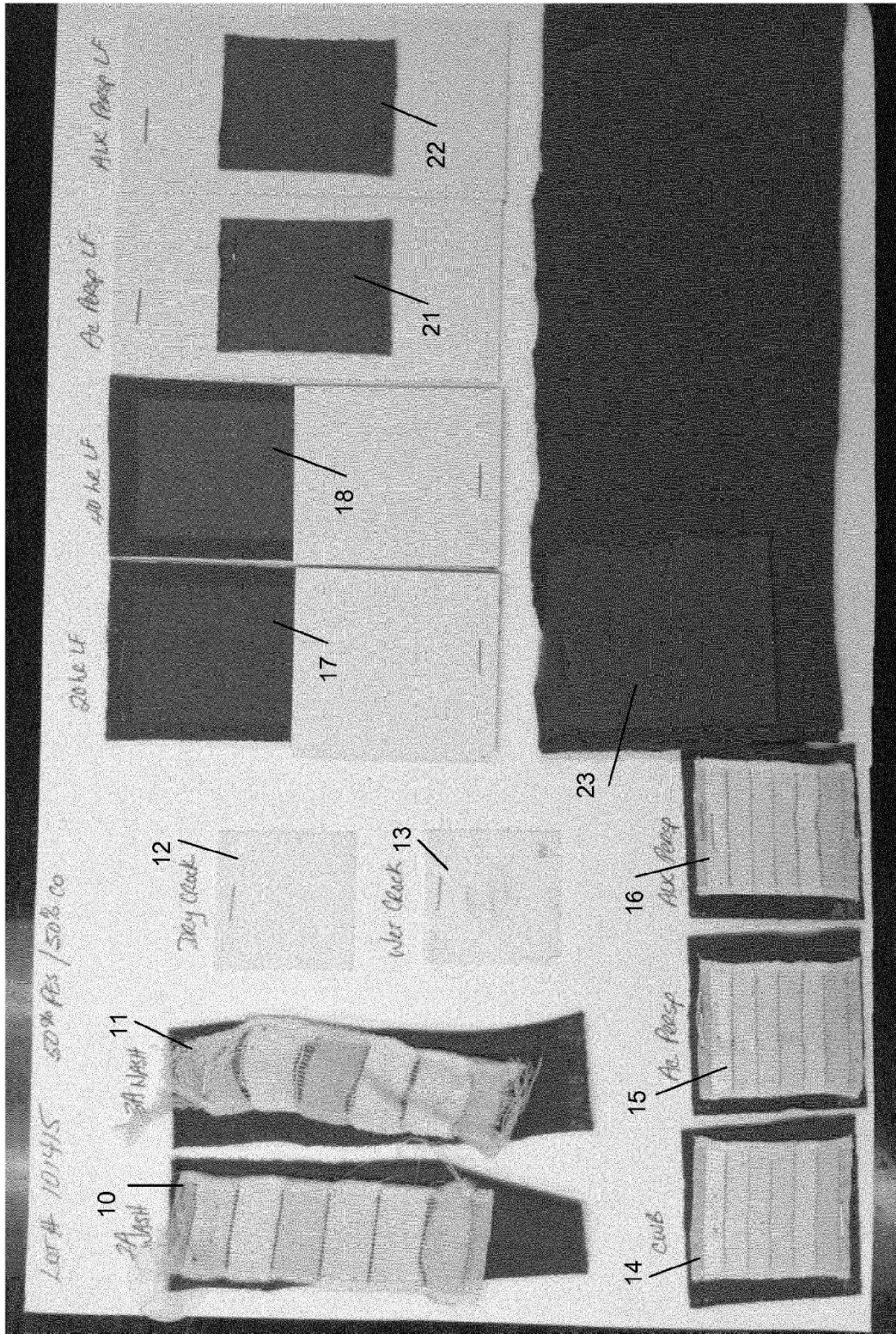


Figura 3

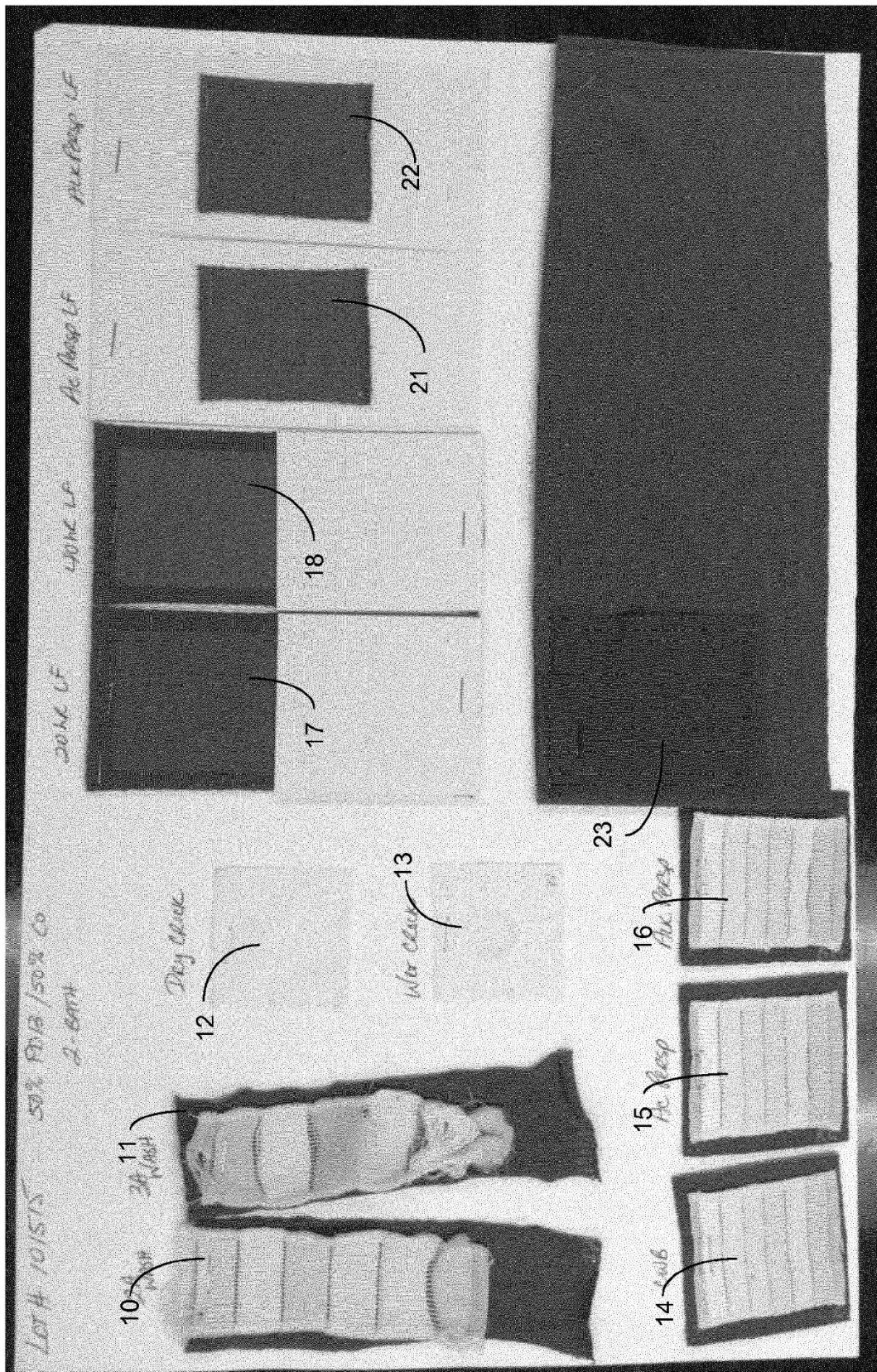


Figure 4

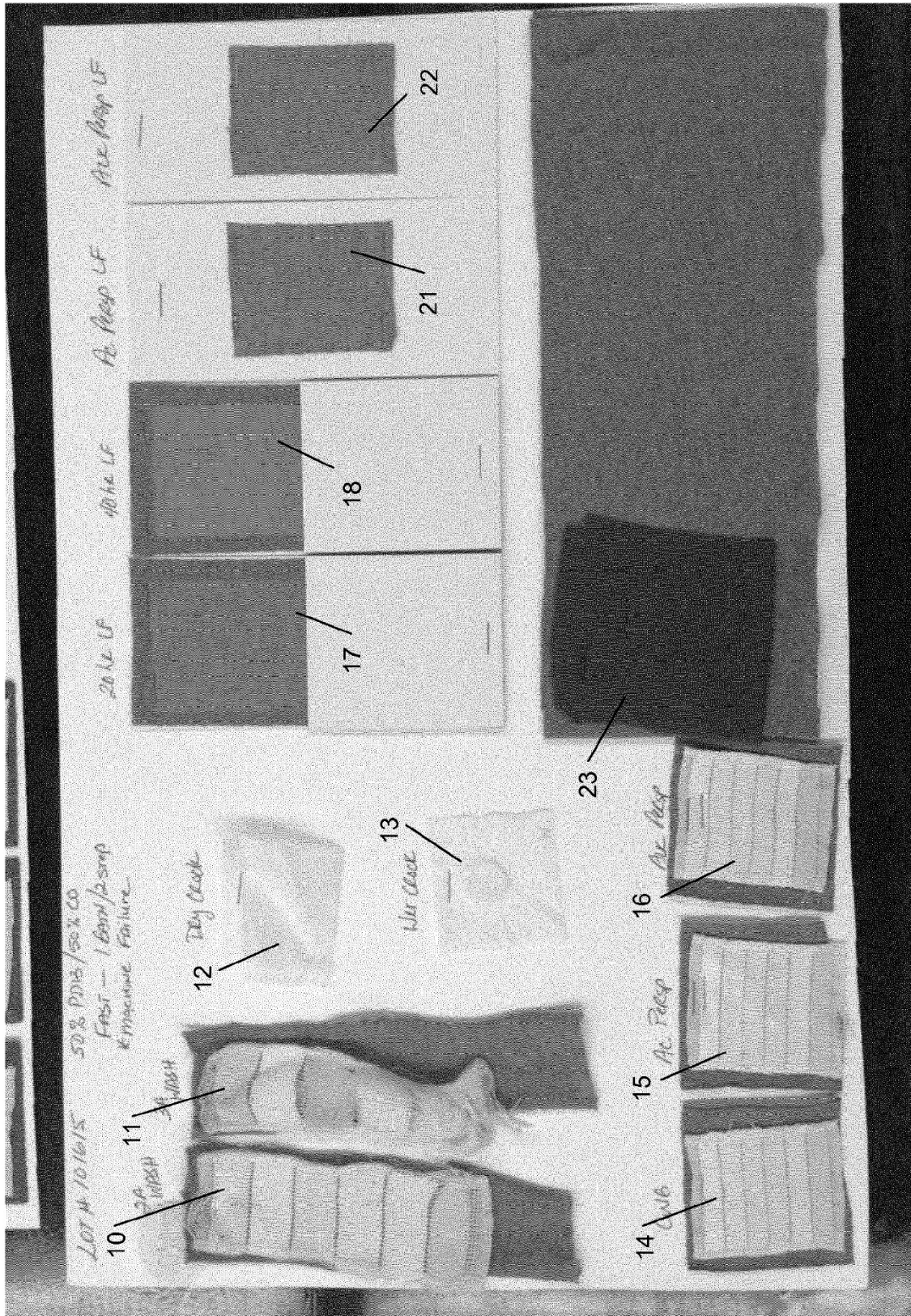


Figura 5

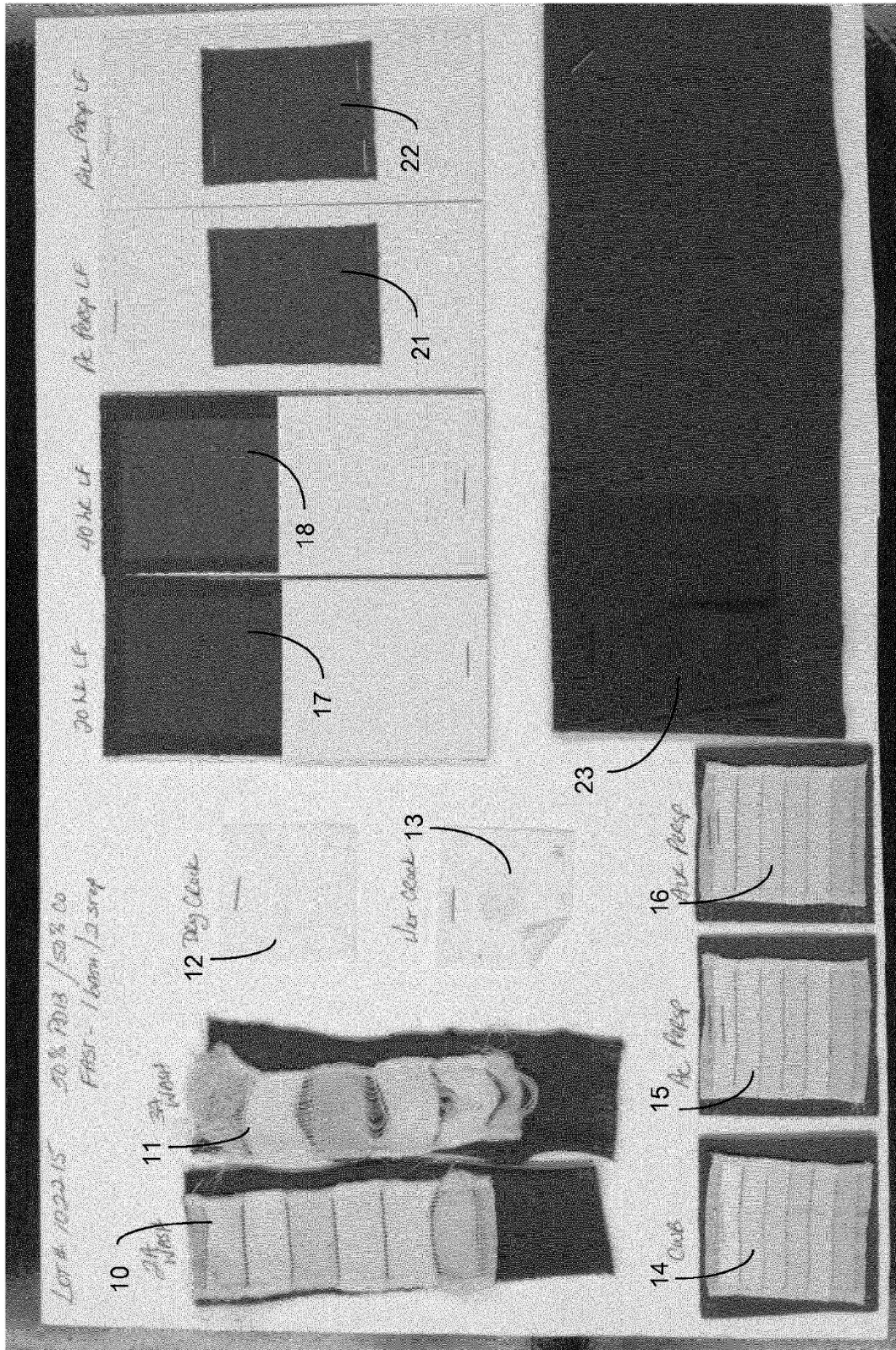


Figure 6

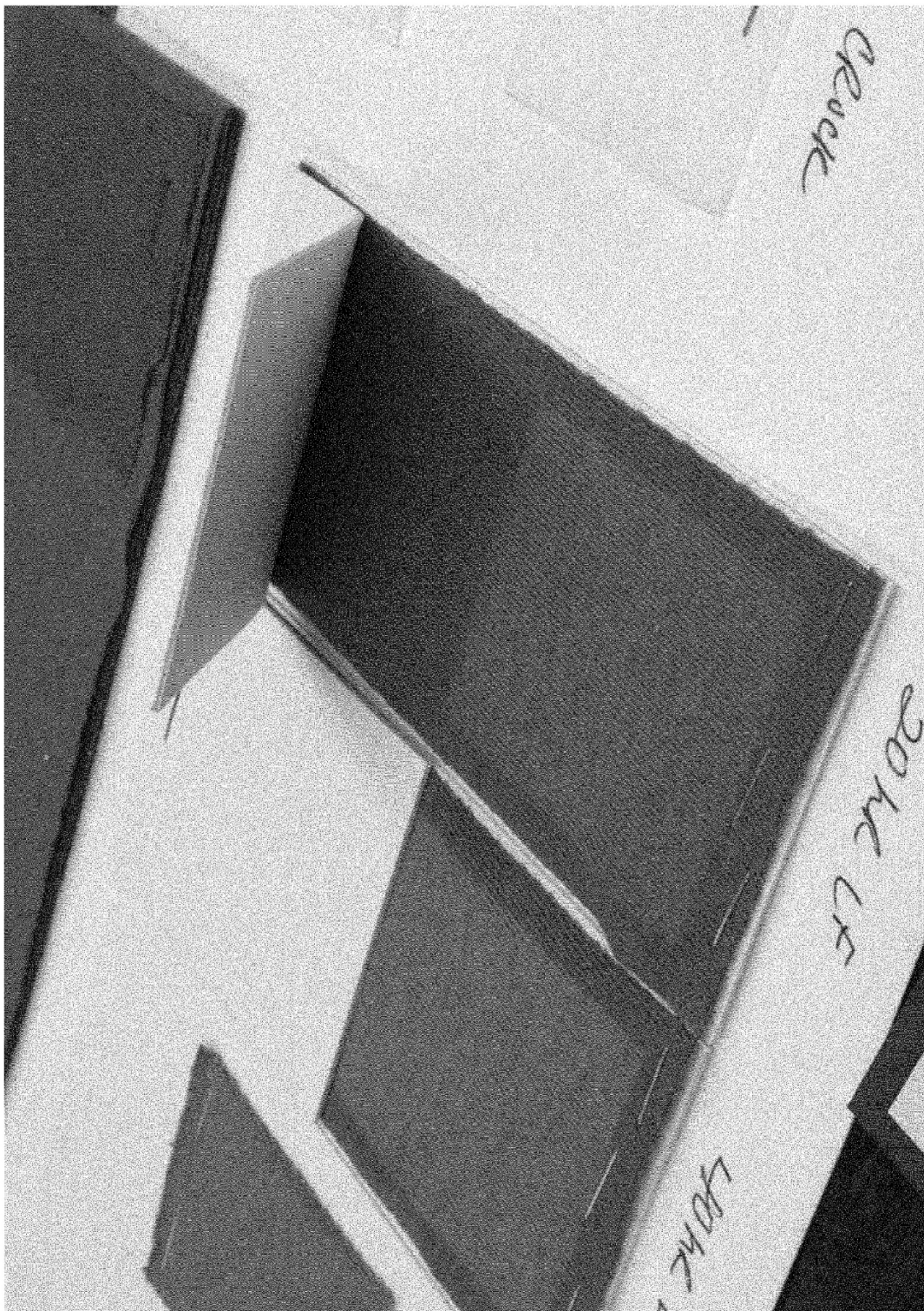


Figura 7

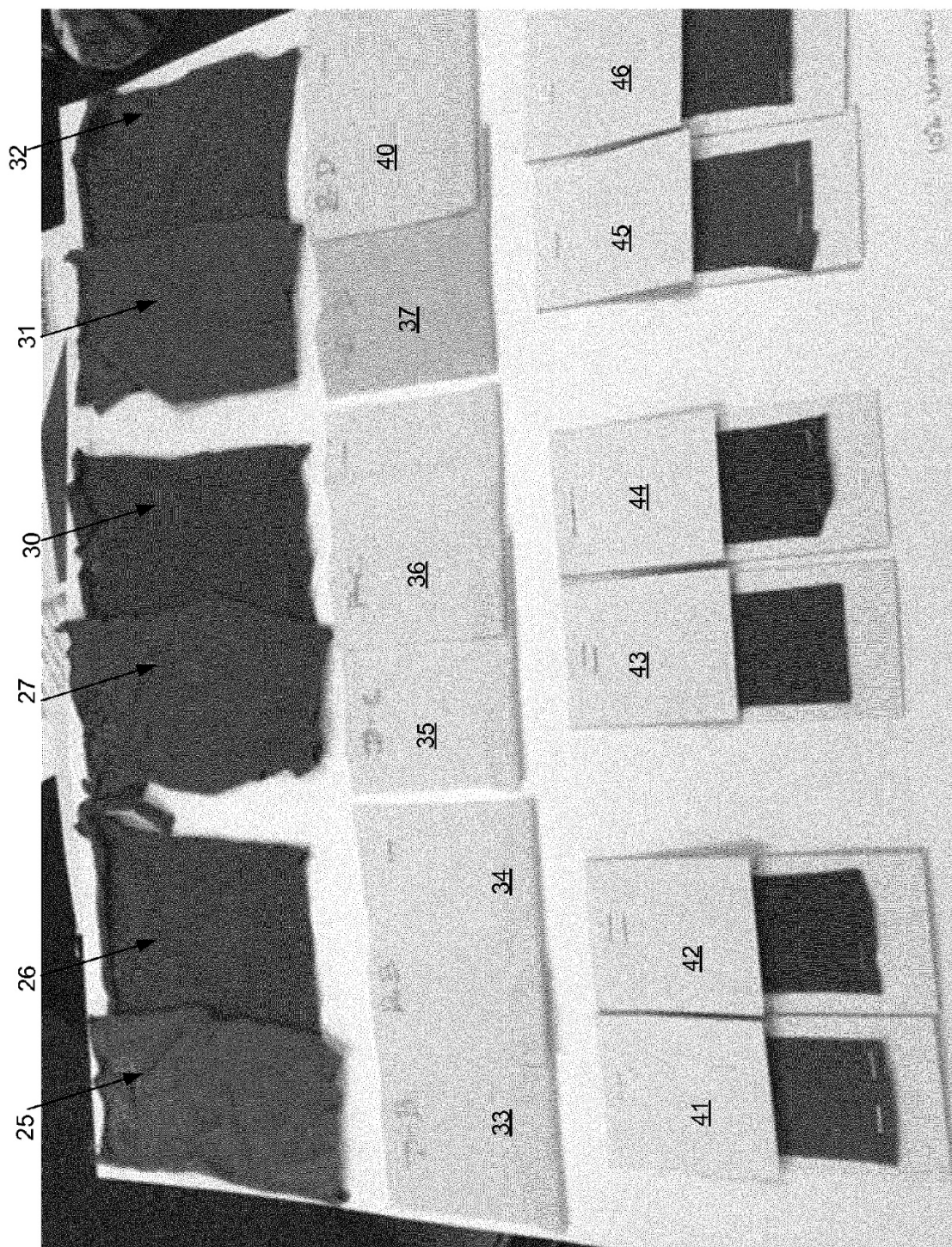


Figura 8