



ESPAÑA.

(19) ES	(11) NUMERO 445.996	(10) AT
(20) FECHA DE PRESENTACION 12-3-76		

PATENTE DE INVENCION

(10) PRIORIDADES (21) NUMERO	(22) FECHA	(23) PAIS
P 25 10 917.5	13.3.75	Alemania
P 25 50 551.5	11.11.75	Alemania

(42) FECHA DE PUBLICIDAD	(51) CLASIFICACION INTERNACIONAL D01D, D01F	(62) PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
--------------------------	--	--

(54) TITULO DE LA INVENCION

PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE FILAMENTOS DE POLIAMIDA-6 DE MODIFICACION GAMMA.

(71) SOLICITANTE (S)

BAYER AKTIENGESELLSCHAFT.

DOMICILIO DEL SOLICITANTE

Leverkusen-Bayerwerk, República Federal Alemana.

(72) INVENTOR (ES)

Harry Kubitzek.
Karlheinz Feltgen.
Friedrich-Karl Rosendahl.

(73) TITULAR (ES)

(74) REPRESENTANTE

GOMEZ-ACEBO.

El objeto de la invención es un procedimiento de hilado rápido para la obtención de filamentos de poliamida-6 de la modificación γ para el sector de hilos de filamentos textiles, pero especialmente para la ulterior elaboración a hilos texturizados según los procesos de estirado-texturación convencionales.

Por la publicación alemana DOS 2.207.849 es sabido que los filamentos continuos texturizados se pueden obtener de poliésteres o poliamidas mediante hilado de filamentos a través de una tobera de múltiples agujeros y extrayéndolos por un dispositivo extractor a una velocidad de como mínimo 2500 m/min., estirándolos previamente hasta un alargamiento a la rotura permanente de 90 % a 150 % y elaborando los hilos así estirados previamente y bobinados por el procedimiento de torsión falsa bajo ulterior estirado. Sin embargo, se ha demostrado que los hilos de filamento de poliamida-6 obtenibles por el procedimiento señalado en la publicación alemana DOS 2.207.849 con alargamientos residuales desde un 90 % hasta un 150 % escasamente acumulan las calidades necesarias, ya que estos filamentos al hilar, por recepción de agua bien por los preparados aplicados o por el aire ambiente se alargan, lo que conduce a un aflojamiento del paquete bobinado ya durante su formación y al bobinar con enrolladores de fricción a una mayor bateabilidad y con ello a un desarrollo de calor incontrolado sobre las bobinas. El calor de bateado y de fricción puede llegar a producir una fusión de los hilos sobre las bobinas. También en los bobinadores de precisión, es decir, en los bobinadores con punzón bobinador de accionamiento directo produce el alargamiento del filamento por la humedad que penetra unas deformaciones más o menos grandes

de la bobina, por lo que resulta imposible desenrollar estas bobinas en forma impecable.

5 Asimismo es conocido que en la producción convencional de filamentos de poliamida-6 orientados y estirados, los filamentos se enrollan inicialmente en una bobina de hilado y después de un tiempo de permanencia determinado en un clima ambiental definido, durante lo cual precristalizan a la modificación γ hexagonal se orientan por estirado. El proceso de estirado induce simultáneamente en los filamentos 10 la modificación de cristal α -monoclínica, que se considera como la termodinámicamente más estable y aumenta la cristalinidad de un 5-10 % a un 25-30 %.

El cometido de la presente invención es evitar las desventajas arriba mencionadas y preparar hilos de filamento 15 de poliamida-6 para el sector textil con propiedades mejoradas que se obtengan en la modificación γ altamente orientada y manteniéndose esta modificación también después de un estirado a temperatura ambiente.

20 Sorprendentemente se puede solucionar este cometido tratando los hilos, después de abandonar la tobera de hilado mediante enfriamiento, entrelazado, reducida aplicación de agua y preorientación definida.

El objeto de la invención es, por lo tanto, un procedimiento para la producción de filamentos de poliamida- 25 6 de modificación γ en forma continua, tanto antes como después de un estirado a temperatura ambiente, presentando la poliamida-6 una viscosidad en solución relativa de 2,3 a 3,1, preferentemente de 2,6 a 2,85, medido en una solución al 1 % en m-cresol, caracterizado porque los filamentos 30 a) después de abandonar la tobera de hilado se enfrían por

soplado con aire y se preorientan preferentemente mediante estirado sin el uso de una galeta a una velocidad de 3700 hasta 4500 m/min. hasta un alargamiento a la rotura de un 50 a 80 %, preferentemente un 55 a 75 %;

- 5 b) antes de embobinarlos y durante la extracción los filamentos se preparan con un preparado acuoso de aceite, de manera que contengan menos de un 3,0 % en peso de agua; y
c) antes del embobinado los filamentos se someten a un entrelazado.

10 Trabajaando de esta manera se obtienen los hilos de poliamida-6 en la modificación γ altamente orientada, que se mantiene también después de un estirado a temperatura ambiente. Esto es, con toda seguridad, el caso cuando después de bobinar los filamentos no presentan ningún reflejo (020) y
15 cuando la proporción de intensidad de los reflejos (002) y (200) es superior a 1,1, es decir, cuando $I(002):I(200)$ es superior a 1,1 y adicionalmente cuando la orientación del reflejo (200) ecuatorial, que se define como el valor recíproco de la mitad de la anchura a la mitad de la intensidad
20 máxima de la distribución de la intensidad azimutal del reflejo (200) es superior a 0,08 (literatura: L.E. Alexander: X-Ray Diffraction Methods in Polymer-Science, John Wiley and Sons, New York (1969), páginas 241 y siguientes).

25 Por lo tanto, la presente invención suministra filamentos de poliamida-6 preorientados de la modificación γ que no presentan ningún reflejo (020) en el diagrama de rayos X $\text{CuK}\alpha$ ni antes ni después de estirar a temperatura ambiente, cuya proporción de intensidad de los reflejos (002) y (200) sea superior a 1,1 y en cuya orientación del reflejo
30 (200) ecuatorial, definido como el valor recíproco de la mi-

tad del ancho a la mitad de la intensidad máxima de la distribución de la intensidad azimutal del reflejo (200), sea superior a 0,08.

5 Estos filamentos de poliamida-6 se pueden bobinar sin ninguna deformación apreciable de la bobina, se pueden almacenar sin ninguna desventaja y se pueden procesar ulteriormente sin que presenten dificultades. Los filamentos de poliamida-6 de este tipo son adecuados para la texturación por estirado por fricción o cualquier otro proceso de texturación combinado con estirado y también bajo ausencia de ulterior estirado para su procesamiento en máquinas de tricotar y de tejer. En los casos donde la texturación se efectúa por estirado por fricción, que es el método preferido para la texturación de los hilos según la presente invención, los hilos se pueden hasta texturizar en una proporción de estirado de 1:1,1. La proporción de estirado más favorable comprende proporciones de estirado entre 1:1,1 a 1:1,5, preferentemente entre 1:1,1 y 1:1,3. Por lo tanto, la presente invención se refiere asimismo al empleo de los filamentos de poliamida-6 según la presente invención para el texturado por estirado consecutivo o simultáneo.

25 Una importante función con respecto a lograr el objeto indicado más arriba conforme a la invención se realiza mediante el dispositivo con el cual se aplica el preparado sobre los hilos. Debe garantizar una aplicación de aceite y agua ampliamente constante sobre los hilos. Especialmente adecuados son los procedimientos de preparación de una sola dirección, tal y como se describen en las publicaciones alemanas DOS 2.359.276 y 2.325.827, así como en las solicitudes de patente alemana P 25 37 323.3 y P 25 37 324.4. La ventaja

es aquí una separación mayor entre el dispositivo preparador y las unidades bobinadoras a lo normalmente usual.

Se puede emplear cualquier preparado standard usual en el mercado siempre que satisfaga las necesidades
5 usuales para ser utilizados en hilos de filamentos. Es ventajoso emplear aquellos preparados oleginosos, que se pueden utilizar en concentraciones desde un 20 % a un 40 %.

Las medidas descritas en las etapas a), b) y c) del procedimiento son esenciales para una constitución buena
10 de la bobina y para una ulterior elaboración libre de defectos. Resultados especialmente favorables se obtienen en los márgenes de título dtex 22 f 5, 44 f 10 y 55 f 12. Si no se mantienen estas condiciones se presentan numerosos defectos de varias clases ya al bobinar o, como en el caso de bobinar
15 filamentos no entrelazados, en la ulterior elaboración.

Mientras las condiciones a), b) y c) se han de mantener exactamente se puede variar el clima ambiente del recinto de bobinado sin influenciación apreciable de la calidad o reducción del rendimiento de estirado, mientras que en
20 los hilados convencionales de poliamida-6 con velocidades de bobinado hasta 1200 m/min. las condiciones atmosféricas se han de mantener muy estrictamente.

El material filamentososo obtenido por las etapas de procedimiento a), b) y c), adecuados para la ulterior elaboración textil, tiene un encogimiento inducido por el hervor después del estirado en frío aproximadamente en un 1 %
25 a 2 % inferior que el material de filamentos de poliamida-6 convencional. Por lo tanto, el hilo texturizado tiene, por ejemplo, también un encogimiento por hervor más reducido.

30 Los hilos de filamento de la presente invención

presentan además un mayor brillo después de su estirado a temperatura ambiente. Por ejemplo, los hilos dtex 44 f 10-de 10 filamentos según la presente invención conteniendo 0,3 % de TiO_2 tienen valores de brillo G_{45} aproximadamente en un 50 a 150 % superiores, y niveles de brillo (h) aproximadamente un 50 a 80 % superior que los hilos de filamento del mismo título producido del mismo material de recortes por el procedimiento convencional de dos etapas (mediciones G_{45} y h según la publicación en Bekleidungs-physiologisches Institut E.V., 7121 Schloss Hohenstein, de febrero de 1970; Forschungsvorhaben Nr. 1823: "Untersuchungen zur Entwicklung einer Methode, um den Einfluss der Struktur von Polyester-Textilien auf den Glanz zu erfassen" [Research Project No. 1823] Investigations into the Development of a Method for Determining the Influence of the Texture of Polyester Textiles on Gloss"/).

Si un hilo de filamentos obtenido según la presente invención se compara con un hilo convencional por el método de texturación en fricción interna de falsa torsión bajo condiciones idénticas excepto por el grado de estirado determinado por las diferentes preorientaciones, entonces las medias producidas por lo hilos de filamento según la presente invención se distinguen por su mayor brillo, que se aprecia ópticamente, por su mayor transparencia y por su contracción grandemente reducida entre la media sin terminar y terminada.

Otra ventaja de los hilos de filamento obtenidos según la presente invención consiste en que su modificación hexagonal, para cuya presentación son responsables las etapas a) y b) del procedimiento, se mantiene también después

de un estirado ulterior a temperatura ambiente, mientras en el procedimiento convencional la modificación γ del material hilado durante el proceso de estirado bajo los efectos del agua difundida se transforma en la modificación α monoclinica. Esto refleja el hecho de que los hilos de filamento estirados producidos de acuerdo con la invención presenten mayor resistencia a la rotura con alargamientos a la rotura comparables y mayor alargamiento a la rotura para resistencias a la tracción comparables que los hilos de filamentos producidos en forma convencional. Los valores de resistencia al rasgado mejorados los presentan estos hilos de filamento también después de una texturación por estirado. En los hilos de filamento obtenidos según la presente invención se observa en todos los procesos de bonificación que se desarrollan bajo alimentación de calor, tales como texturación, fijación en seco y en húmedo, vaporización, teñido, etc., frecuentemente sólo una transformación parcial de la modificación γ en la modificación α . Se pueden elaborar directamente, es decir, sin ulterior estirado, a artículos de tricotado por muy buena igualdad de color, mientras los hilos de filamento de poliamida-6 obtenidos en forma convencional que tienen alargamiento a la rotura desde un 55 a 75 % son prácticamente inservibles para este uso.

Los ejemplos a continuación ilustran la invención con más detalle sin por ello limitarla.

Ejemplo 1

En un cabezal tostador se funden recortes de poliamida-6 conteniendo 0,3 % de TiO_2 con una solución de n-cresol al 1 % con viscosidades en solución relativas medidas de 2,7 y a través de toberas de 10 agujeros con diámetros de

0,2 mm se hila a 280°C. La cantidad de hilado por tobera asciende a 18,8 g/min. Los hilos se enfrían por soplado con aire de 20°C, se avivan con un 2,7 % en peso de agua y 0,8 % en peso de aceite de preparación, se entrelazan y directamente, es decir, sin pasarlos por galletas se bobinan a 5 3905 m/min., con un bobinador de fricción. En el recinto bobinador existía un ambiente de 19°C y una humedad relativa del 49 %. Los hilos así obtenidos tenían las siguientes propiedades:

10	Título	50,0 dtex	
	resistencia a la rotura	3,7 g/dtex	
	alargamiento a la rotura	64,0 %	
	(200) orientación	0,106	} - modifi- cación
	I(002) : I(200)	1,45	

15 Los hilos se texturaron por estirado en una proporción de estirado de 1 : 1,211 con un emisor de torsión por fricción y en una máquina tricotadora de 8 sistemas se elaboraron a medias. Las medias tenían un cuadro de mallas claro y una excelente igualdad. La contracción en longitud entre 20 las medias sin terminar y terminadas ascendió a un 2,4 %.

Los hilos se pudieron estirar en una máquina torsionadora de estirado a temperatura ambiente con alto rendimiento en una proporción de 1:1,26. Tenían entonces las siguientes propiedades:

25	título:	43,50 dtex	
	resistencia a la rotura:	4,70 g/dtex	
	alargamiento a la rotura:	38,00 %	
	(200) orientación:	0,119	} - modifi- cación
30	I(002) : I(200):	1,34	

valor G_{45} : 30,9
valor h: 20,9

5 En comparación, se prepararon de los mismos recortes con una velocidad de bobinado de 804 m/min hilos de 10 filamentos individuales con un título en bruto de 136 dtex y se estiraron a temperatura ambiente en proporción 1:3,29. Estos hilos, ahora presentes en la modificación α , tenían las siguientes propiedades:

10 título: 43,00 dtex
resistencia a la rotura: 4,26 g/dtex
alargamiento a la rotura: 38,00 %
valor G_{45} : 17,3
valor h: 13,5

Ejemplo 2

15 Como en el ejemplo 1 se hilaron recortes de poliamida-6 con 1,45 % de TiO_2 y una viscosidad relativa en solución de 2,72 con un rendimiento de 15,7 g/min y se bobinó a 3800 m/min a 22°C y una humedad relativa del 60 %. Los hilos, que se avivaron con un 2 % de agua y un 0,85 % de aceite de preparación tenían las siguientes propiedades:

20 título 43,00 dtex
resistencia a la rotura 3,62 g/dtex
alargamiento a la rotura 64,00 %
(200)orientación 0,095 a 0,098
25 I(002) : I(200) 1,28 a 1,65

} valores medios

Los hilos se elaboraron sin ulterior estirado a un material para camisas, que después de teñir con colores ácidos no presentaba ninguna rigidez.

Ejemplo 3

5 Como en el ejemplo 1 se fundieron recortes de poliamida-6 conteniendo un 0,3 % de TiO_2 con una solución m-cresólica al 1 %, con una viscosidad en solución relativa
10 medida de 2,67 en un cabezal de fusión y a través de toberas de 10 agujeros con diámetros de 0,25 mm se extruyeron hilos en una cantidad de 16,1 g/tobera. Mediante soplado con aire de temperatura ambiente se enfriaron estos hilos, se les aplicó un preparado acuoso de aceite de preparación al 27 %
15 con 0,7 % en peso de aceite y 2 % en peso de agua, se entrelazó y se bobinó en un recinto de $17^{\circ}C$ y 70 % de humedad relativa sin galleta a 4100 m/min. De estos hilos de filamento que tenían resistencias de 3,4 - 3,5 g/dtex y alargamientos a la rotura de un 68 % se preparó un material para camisas con excelente igualdad de color.

NOTA .-

20 Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental.

REIVINDICACIONES

25 1.- Procedimiento para la producción de filamentos de poliamida-6 de modificación gamma, en forma continua, tanto antes como después de un estirado a temperatura ambiente, presentando la poliamida-6 una viscosidad en solución
30 relativa de 2,3 a 3,1, preferentemente de 2,6 a 2,85, medido en una solución al 1 % en m-cresol, caracterizado porque los filamentos a) después de abandonar la tobera de hilado se enfrían por soplado con aire y se preorientan hasta un alar-

gamiento a la rotura desde un 50 a un 80 % pasándolos a una velocidad de 3,700 hasta 4.500 m/minuto.

b) antes del embobinado y durante la extracción los filamentos se tratan con un aceite de preparación, de manera que contengan menos de un 3,0 % de agua, y

c) antes del embobinado los filamentos se someten a un entrelazado.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque los filamentos se preorientan hasta un alargamiento a la rotura entre un 55 y un 75 %.

3.- Procedimiento según la reivindicación 1 ó 2, caracterizado porque los filamentos se bobinan sin el empleo de una galeta.

4.- Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque los filamentos de poliamida-6 de la modificación gamma, tanto antes como después de un estirado a temperatura ambiente, en el diagrama de rayos X CuK no presentan ningún reflejo (020) cuya proporción de intensidad de los reflejos (002) y (200) sea superior a 1,1 y la orientación del reflejo ecuatorial (200) definido como valor recíproco de la mitad de la anchura a la mitad de la intensidad máxima de la distribución de la intensidad azimutal del reflejo (200) es superior a 0,08.

5.- Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el estirado se efectúa en una proporción de 1:1,1 a 1:1,5 bien antes o durante la texturación.

6.- Procedimiento según la reivindicación 5, caracterizado porque la proporción de estirado es de 1:1,1 a 1:1,3.

7.- Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque los filamentos de poliamida-6 tienen después de su estirado a temperatura ambiente índices de brillo G_{45} en un 50 a 150 % superiores y niveles de brillo (h) en un 50 a 80 % superiores que los filamentos del mismo título obtenidos convencionalmente del mismo material de recortes por el procedimiento de 2 etapas.

8.- Procedimiento para la producción de filamentos de poliamida-6 de modificación gamma, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 13 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 15 JUN. 1976

BAYER AKTIENGESELLSCHAFT.

L. GOMEZ AGERO Y CAÑA
Por Elmadat L. Gato Fontels