

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 821 943**

51 Int. Cl.:

D02J 1/22 (2006.01)

D01D 5/16 (2006.01)

D01F 6/90 (2006.01)

D01F 6/60 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **05.12.2015 PCT/EP2015/002455**

87 Fecha y número de publicación internacional: **23.06.2016 WO16096102**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **05.12.2015 E 15808104 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **15.07.2020 EP 3234236**

54 Título: **Procedimiento y aparato para la producción de un hilo de poliamida alifática de baja contracción e hilo de baja contracción**

30 Prioridad:

19.12.2014 DE 102014119184

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

28.04.2021

73 Titular/es:

**TRÜTZSCHLER GMBH & CO. KG (100.0%)
Duvenstrasse 82-92
41199 Mönchengladbach, DE**

72 Inventor/es:

**NASRI, LASSAD;
STEPANYAN, ROMAN y
KEULERS, MARTINUS JOSEPH MARIA**

74 Agente/Representante:

VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro

ES 2 821 943 T3

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

DESCRIPCIÓN

Procedimiento y aparato para la producción de un hilo de poliamida alifática de baja contracción e hilo de baja contracción

5 La invención se refiere a un procedimiento y a un aparato para la producción de un hilo de poliamida alifática de baja contracción 6, de acuerdo con las reivindicaciones 1 y 15, en los que la poliamida se extruye a través de una hilera para formar filamentos, después se enfrían y se combinan para formar al menos un hilo, sometiendo el hilo a estirado en un procedimiento en múltiples fases y después a relajación. Asimismo, la invención se refiere a un hilo de poliamida alifática de baja contracción.

15 Los hilos de poliamida de alta tenacidad son adecuados para un gran número de fines técnicos tales como, por ejemplo, para su uso como refuerzo en neumáticos o cintas transportadoras, para su uso en materiales recubiertos con plástico y en cables para la producción de airbags. A fin de producir de forma económica tales hilos, las propiedades del producto deben presentar una combinación de alta tenacidad y baja contracción al calentar. Propiedades especialmente deseables son una tenacidad de al menos 80 cN/tex y una contracción por aire caliente inferior a aproximadamente un 5,0 %. Esta combinación de propiedades es difícil de conseguir, especialmente en un procedimiento combinado de hilado y estirado a alta velocidad en una producción en masa industrial. El material de partida usado para la producción de un hilo para airbags normalmente es poliamida 6.6 o PA 6.6, una poliamida alifática compuesta por unidades monoméricas derivadas de la hexametildiamina y el ácido adípico, que tiene un punto de fusión de aproximadamente 260° C.

25 El uso de la poliamida 6 disponible de una manera significativamente más sencilla, que es una poliamida compuesta por unidades monoméricas derivadas de la caprolactama, como material de partida de un hilo para airbags presenta la desventaja de un punto de fusión relativamente bajo, lo que significa que al desplegarse el airbag el hilo puede ser destruido más fácilmente por las chispas desprendidas. Esto era lo que ocurría en el pasado ya que se usaban sistemas de inflado de alta temperatura. Puesto que el despliegue de los airbags actualmente tiene lugar a menores temperaturas, el uso de la poliamida 6 es ahora una posibilidad.

30 El documento EP 2 205 780 B1 describe un procedimiento de hilado-estirado para la producción de un hilo para airbags a partir de la PA 6.6, en el que se genera un hilo de multifilamentos a partir de la poliamida fundida por medio de una hilera, en el que el hilo de multifilamentos se somete en primer lugar a un estirado en múltiples fases a una temperatura de 160 °C a 245 °C y después a relajación y posterior enrollado con tensión. Este procedimiento no es adecuado para la PA 6 ya que la temperatura de mantenimiento durante el estirado es superior al punto de fusión de la PA 6. El procedimiento no es adecuado para producir un hilo que tenga una contracción por aire caliente adecuada a partir de la PA 6.

40 El documento EP 1 666 647 B1 describe un procedimiento para la producción de un hilo para airbags a partir de poliamida, en el que se produce un hilo de multifilamentos compuesto por poliamida 6.6 mediante extrusión en estado fundido, el hilo se somete a un alto grado de estirado a baja temperatura en una primera etapa y a un bajo grado de estirado a alta temperatura en una segunda etapa y después a relajación y posterior enrollado. Análogamente, este procedimiento no es adecuado tampoco para procesar la PA 6 debido a las altas temperaturas, ya que emplea una temperatura de estirado de hasta 250 °C y una temperatura de relajación de hasta 260 °C. Asimismo, la producción de un hilo para airbags a partir de PA 6.6 de acuerdo con los procedimientos mencionados anteriormente no es satisfactoria, ya que los valores de la tenacidad y la contracción por aire caliente están sometidos a demasiada variación y no alcanzan los valores requeridos.

50 El documento US2006/0083874 divulga un procedimiento para la producción de un hilo de poliamida alifática de baja contracción, en el que la poliamida se extruye a través de una hilera para formar filamentos, después se enfrían y se combinan para formar al menos un hilo, sometiendo el al menos un hilo a estirado entre la hilera y un par de primer par de rodillos de estirado. A continuación, se estira el hilo en otra etapa de estirado en dos fases. La primera fase tiene una temperatura de estirado de 20 °C a 50 °C y la segunda fase tiene una temperatura de estirado de 200 °C a 250 °C. El hilo se somete a relajación en una zona de relajación de una fase.

55 El documento US 5 360 667 divulga un procedimiento para la producción de un hilo de poliamida, que es adecuado para aplicaciones de tinte crítico, en el que la poliamida se extruye a través de una hilera para formar filamentos, después se enfrían y se combinan para formar al menos un hilo, sometiendo el al menos un hilo a estirado entre la hilera y un rodillo.

60 El documento WO 2013/013332 A1 divulga un método y un dispositivo para producir un hilo HMLS con cinco pares de rodillos de estirado, en el que el último par de rodillos de estirado es enfriado.

65 El objetivo de la presente invención es proporcionar un procedimiento y un aparato con el que procesar de forma fiable una poliamida para formar un hilo en un procedimiento de hilado-estirado de modo que tenga una tenacidad de al menos 80 cN/tex y una contracción por aire caliente inferior como máximo del 6,5 %. La contracción por aire caliente en el presente documento se entiende que es el valor medido de acuerdo con la norma ASTM D4974-04 a

177 °C durante 2 minutos.

Este objetivo se consigue mediante un procedimiento para la producción de un hilo de poliamida alifática de baja contracción, en el que la poliamida comprende al menos un 90 % en peso de unidades monoméricas derivadas de la caprolactama, en el que la poliamida se extruye a través de una hilera para formar filamentos, después se enfrían y se combinan para formar al menos un hilo, en el que el al menos un hilo se somete a un primer estirado entre la hilera y un par de rodillos de entrada, después en una etapa posterior de estirado en múltiples fases se somete a un estirado de 4 veces a 6 veces mediante un par de rodillos de estirado, calentando el hilo sucesivamente los pares de rodillos de estirado y teniendo al menos el último par de rodillos de estirado una temperatura de 5 °C a 20 °C inferior al punto de fusión del hilo, sometiendo el hilo a una relajación de un 4 % a un 10 % en una zona de relajación posterior en al menos tres fases y manteniéndolo en un intervalo de temperatura de 5 °C a 15 °C inferior al punto de fusión del hilo y enrollándolo posteriormente en un dispositivo de bobinado.

De acuerdo con la invención, a una primera etapa de estirado en múltiples fases le sigue una etapa de relajación en al menos tres fases, de modo que se puedan conseguir los valores de tenacidad deseados para una poliamida PA 6.

En este procedimiento, la temperatura en la última fase de estirado es de 5 °C a 20 °C ligeramente inferior al punto de fusión del hilo. Durante la relajación en al menos tres fases, la temperatura se mantiene análogamente justo por debajo del punto de fusión del hilo, específicamente de 5 °C a 15 °C, preferentemente de 5 °C a 8 °C, por debajo del punto de fusión del hilo.

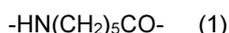
De acuerdo con esto, las cadenas poliméricas (moléculas) de la poliamida son capaces de estabilizarse, dando como resultado valores mejorados de la tenacidad, inalcanzables hasta el momento, con un hilo compuesto por PA 6.

Debido al hecho de que la relajación del hilo entre el tercer par de rodillos de estirado y al menos dos pares adicionales de rodillos de estirado se efectúa a una temperatura ligeramente inferior al punto de fusión, se logra una rápida y elevada consolidación de las cadenas moleculares de la poliamida.

Es ventajoso que la relajación posterior entre el último par de rodillos de estirado y el dispositivo de bobinado proporcione también una estabilización suficiente de las cadenas poliméricas. La utilización de un dispositivo de bobinado para la relajación del hilo hace posible prescindir de un par adicional de rodillos de estirado.

De acuerdo con la invención, la poliamida alifática comprende al menos un 90 % en peso, preferentemente al menos un 95 % en peso, de manera especialmente preferente al menos un 98 % en peso, de unidades monoméricas derivadas de la caprolactama. El porcentaje en peso se da con respecto al peso total de poliamidas. La poliamida puede contener adicionalmente colorantes, estabilizantes, etc.

La unidad monomérica derivada de la caprolactama es conocida también por la fórmula química (1):



El aparato de acuerdo con la invención para la producción de un hilo de poliamida alifática de baja contracción comprende al menos una hilera por medio de la cual las poliamidas se extruyen para formar filamentos, después se enfrían y se combinan para formar al menos un hilo, estando dispuesto después de la hilera un primer par de rodillos de entrada para el primer estirado del hilo, seguido de una segunda etapa de estirado en múltiples fases, seguido posteriormente por una zona de relajación en al menos tres fases y un dispositivo de bobinado.

Debido al hecho de que a la etapa de estirado le siguen solamente relajaciones sucesivas hasta el dispositivo de bobinado, las moléculas pueden ser sometidas a un periodo más largo de alineamiento y estabilización. La integración del dispositivo de bobinado para la relajación del hilo hace posible prescindir de un par de rodillos de estirado, con el resultado de que el sistema se puede construir de forma más ventajosa y compacta.

En una disposición ventajosa, la segunda etapa de estirado en múltiples fases comprende tres pares de rodillos de estirado calefactables que están en forma de rodillos dobles.

El problema se resuelve análogamente mediante una hebra compuesta por una fibra de poliamida alifática de baja contracción, producida a partir de una poliamida que comprende una composición de al menos un 90 % en peso, preferentemente al menos un 95 % en peso, de manera especialmente preferente al menos un 98 % en peso, de unidades monoméricas derivadas de la caprolactama, que tiene una resistencia a la tracción de al menos 80 cN/tex con una contracción por aire caliente del 1,0 al 6,5 % de acuerdo con la norma ASTM D4974-04 a 177 °C durante 2 minutos.

Tal hilo presenta la ventaja de ser muy sencillo de producir mediante el procedimiento descrito anteriormente y de tener una resistencia a la tracción de al menos 80 cN/tex, preferentemente de al menos 82 cN/tex, de manera especialmente preferente de al menos 84 cN/tex. La determinación de la temperatura de transición vítrea y de la

temperatura de fusión del hilo compuesto por poliamida se realiza de acuerdo con la norma ASTM D 3418-03. Tanto la temperatura de transición vítrea como la temperatura de fusión se miden en un dispositivo de barrido de temperatura a 10 °C/min.

5 La invención se describe con mayor detalle con referencia a la figura adjunta, en la que:

La figura 1 es una vista esquemática de un aparato de acuerdo con la invención para la producción de un hilo.

10 La figura 1 muestra una vista esquemática de una realización de un aparato para la producción de un hilo sin fin a partir de una mezcla fundida de una poliamida sintética. Usando un dispositivo de hilado 1, se extruye una multiplicidad de hilos de filamentos 4 a una temperatura de 40 °C a 70 °C superior a la temperatura de fusión de la poliamida usada. El dispositivo de hilado 1 comprende una hilera 2 mediante la cual se forman los filamentos individuales del hilo de filamentos. Los hilos de filamentos 4 se alimentan desde la hilera 2 a una velocidad específica hasta un conducto de enfriamiento rápido 3 y se enfrían a una temperatura inferior a la temperatura de transición vítrea del hilo, por ejemplo por debajo de 50 °C en el caso de la PA 6. El enfriamiento se efectúa normalmente mediante soplado de aire de enfriamiento rápido refrigerado sobre los hilos de filamentos 4. Los hilos de filamentos 4 se combinan después para formar un hilo 6 y se les aplica un lubricante de hilado 5. El hilo 6 pasa a un par de rodillos de entrada 7, que consiste en un rodillo impulsado y un rodillo loco no impulsado. El par de rodillos de entrada 7 determina la velocidad de salida del hilo 6 del conducto de enfriamiento rápido 3, que en esta realización ilustrativa puede ser de 793 m/min. La diferencia entre la velocidad de hilado en la hilera y la velocidad de salida del hilo del conducto de enfriamiento rápido da el grado de estirado de los hilos de filamentos 4 en el proceso de hilado. Los hilos de filamentos 4 son extraídos por el rodillo de entrada 7 a una velocidad mayor que la velocidad de hilado.

25 Después del par de rodillos de entrada 7, el hilo 6 es guiado sobre al menos cinco pares de rodillos 8, 9, 10, 11, 12. El hilo 6 se enrolla varias veces alrededor del par de rodillos de entrada 7 y de cada uno de los pares de rodillos 8, 9, 10, 11, 12.

30 El estirado del hilo 6 se realiza en al menos tres fases: en primer lugar entre el par de rodillos de entrada 7 y el primer par de rodillos de estirado 8, después adicionalmente entre los pares de rodillos de estirado 8 y 9, y 9 y 10. Los pares de rodillos de estirado 8, 9, 10 están preferentemente en forma de rodillos dobles; ambos rodillos son impulsados y tienen esencialmente el mismo diámetro exterior. Esto supone la ventaja de que se produce el calentamiento gradual del hilo 6 de forma relativamente continua a lo largo de un tiempo relativamente largo, lo que es ventajoso para la transformación de las cadenas moleculares. Las superficies de los pares de rodillos de estirado 8, 9, 10 se calientan mediante un sistema de calentamiento (no mostrado), por ejemplo, un sistema de calentamiento eléctrico, basado en vapor o basado en fluidos, asumiendo más adelante en el presente documento que durante el paso de al menos dos veces alrededor de los pares de rodillos de estirado el hilo 6 ha adoptado también la temperatura de los pares de rodillos de estirado 8, 9, 10.

40 La región entre el rodillo de entrada 7 y el par de rodillos de estirado 8 forma la primera zona de estirado en la que, de acuerdo con la realización ilustrativa 1, el hilo se somete a un aumento de velocidad de 793 m/min a 817 m/min, pasa al menos dos veces alrededor de los rodillos de estirado 8 y se calienta hasta una temperatura de 70 °C.

45 La segunda zona de estirado está formada por los pares de rodillos de estirado 8 y 9, pasando el hilo 6 alrededor de los rodillos de estirado 9 a una velocidad de 2368 m/min a una temperatura de 155 °C.

50 La tercera zona de estirado está formada por los pares de rodillos de estirado 9 y 10, pasando el hilo 6 alrededor de los rodillos de estirado 10 a una velocidad de 3409 m/min a una temperatura de 210 °C. De acuerdo con esta realización ilustrativa, el estirado entre el rodillo de entrada 7 y el par de rodillos de estirado 10 se efectúa en un factor de 4,3. El par de rodillos de estirado 10 en la tercera zona de estirado se opera a una temperatura de 5 °C a 20 °C inferior al punto de fusión del hilo. De acuerdo con esto, el par de rodillos de estirado 10 se opera a una temperatura de 200 °C a 215 °C en el caso de un hilo compuesto por PA 6.

55 A la etapa de estirado le sigue una etapa de relajación del hilo en al menos tres fases, preferentemente mediante rodillos dobles, en la que los pares de rodillos 10 y 11 forman la primera zona de relajación. La velocidad del hilo 6 disminuye gradualmente y cae de 3409 m/min a 3272 m/min, manteniendo el hilo a una temperatura ligeramente inferior al punto de fusión. En esta realización ilustrativa, la temperatura del hilo de PA 6 es de 215 °C, que es 5 °C inferior al punto de fusión. De acuerdo con la invención, se ha demostrado que es especialmente ventajoso un intervalo de temperaturas de 5 °C a 8 °C inferior al punto de fusión del hilo 6. En el caso de un tiempo de permanencia relativamente largo (distancias relativamente grandes entre los pares de rodillos, diámetros de los rodillos relativamente grandes, diferentes velocidades del hilo con el mismo grado de estirado) para la transformación térmica, la variación de temperatura durante la relajación puede estar también en el intervalo de 5 °C a 15 °C. A fin de obtener la calidad de hilo deseada, el intervalo de temperaturas durante la relajación puede ser ligeramente más aproximado al punto de fusión que el intervalo de temperaturas durante el estirado.

65 La segunda zona de relajación está formada por los pares de rodillos 11 y 12, siendo guiado el hilo 6 alrededor del

par de rodillos 12 a una velocidad menor de 3150 m/min. También en este caso se mantiene una temperatura ligeramente inferior a la temperatura de fusión del hilo 6, de forma similar a la primera zona de relajación.

5 En esta realización ilustrativa, tiene lugar una tercera etapa de relajación entre los pares de rodillos 12 y el dispositivo de bobinado 14, en la que el hilo, enfriado, se enrolla a una velocidad de 3100 m/min. El grado de relajación entre el par de rodillos 10 y el dispositivo de bobinado 14 es del 9 %.

10 De forma alternativa, la tercera etapa de relajación se puede efectuar también con un sexto par de rodillos (no mostrado) dispuesto entre el par de rodillos 12 y el dispositivo de bobinado 14. El dispositivo de bobinado 14 puede intensificar la relajación mediante el enrollado del hilo 6 a una velocidad menor que la velocidad a la que se desplaza este alrededor del par de rodillos 12 o alrededor del último par de rodillos. Sin embargo, dependiendo de las propiedades de hilo deseadas, el dispositivo de bobinado se puede operar también a la misma velocidad o a una velocidad mayor que la del último par de rodillos. Por ejemplo, el intervalo de velocidades del dispositivo de bobinado puede ser de un 0,8 % a un 1,2 % mayor que la velocidad del último par de rodillos.

15 De acuerdo con la invención, la relajación tiene lugar en tres fases a una temperatura ligeramente inferior a la temperatura de fusión del hilo, con el resultado de que las cadenas moleculares de la poliamida se estabilizan.

20 La relajación del hilo se efectúa por medio de pares de rodillos calentados, preferentemente rodillos dobles, a fin de proporcionar un tiempo de permanencia mínimo del hilo para el tratamiento térmico, durante el cual las cadenas moleculares de la poliamida pueden estabilizarse; los dos rodillos son impulsados y tienen esencialmente el mismo diámetro exterior. El hilo 6 se enrolla varias veces, al menos dos veces, alrededor de cada rodillo. De forma alternativa, es posible el uso de rodillos simples, siempre que el tiempo de permanencia no sea inferior a un valor específico. La expresión "rodillos simples" se usa para indicar pares de rodillos que consisten en un rodillo impulsado
25 que tiene un diámetro grande y un rodillo loco que tiene un diámetro pequeño y es arrastrado con el mismo.

De acuerdo con una realización ilustrativa que usa poliamida 6, en el caso de un hilo compuesto por PA 6 los siguientes valores de velocidad periférica y temperatura se aplican del primero al quinto par de rodillos de estirado:

| | |
|--|----------------------|
| primer par de rodillos de estirado 8: | 817 m/min a 70 °C, |
| segundo par de rodillos de estirado 9: | 2368 m/min a 155 °C |
| tercer par de rodillos de estirado 10: | 3409 m/min a 210 °C, |
| cuarto par de rodillos 11: | 3272 m/min a 215 °C |
| quinto par de rodillos 12: | 3150 m/min a 215 °C |

30 A diferencia de la técnica anterior, el estirado total del hilo 6 se efectúa esencialmente entre el par de rodillos de entrada 7 y el tercer par de rodillos de estirado 10, ya que la velocidad posterior del hilo 6 a una temperatura apenas ligeramente mayor, ligeramente inferior al punto de fusión, disminuye con el resultado de que las cadenas moleculares de la poliamida se estabilizan, llevando a un aumento de la tenacidad.

35 Después del último par de rodillos 12, el hilo 6 es alimentado mediante un medio de entrelazado 13 a un dispositivo de bobinado 14 y desde ahí se enrolla en una bobina a una velocidad, por ejemplo, de 3100 m/min, es decir, a una velocidad menor que la velocidad a la que se opera el quinto par de rodillos 12. Esto también da como resultado la estabilización y la fijación de la cristalinidad y la orientación de las moléculas. De acuerdo con esto, después del
40 tercer par de rodillos de estirado 10, el hilo 6 ya no se somete a estirado, sino que se desplaza a una velocidad sucesivamente menor hasta la etapa de bobinado.

45 Por consiguiente, con respecto al hilo 6, esto da como resultado una relación de estirado de 4,3 desde el rodillo de entrada 7 hasta el tercer par de rodillos de estirado 10 y un grado de relajación del 9 % desde el par de rodillos de estirado 10 hasta el dispositivo de bobinado 14. El grado de estirado entre el par de rodillos de entrada 7 y el primer par de rodillos de estirado 8 es de 1,03.

50 Se ha descubierto que si la PA 6 se somete a un alto grado inicial de estirado entre los pares de rodillos 8 y 9 con un aumento de temperatura desde una temperatura que es desde 5 °C por debajo hasta 30°C por encima de la temperatura de transición vítrea hasta una temperatura de 130 °C 180 °C, que es 40 °C inferior a la temperatura de fusión de la PA6, y adicionalmente a un alto grado de estirado entre los pares de rodillos 9 y 10 y a un aumento adicional de temperatura hasta 210 °C con relajación posterior a una temperatura ligeramente inferior al punto de fusión, un hilo compuesto por la poliamida económica PA 6 exhibe valores de resistencia mecánica conseguidos de otro modo solamente por un hilo compuesto por la poliamida de mayor valor PA 6.6. Preferentemente, hay un
55 aumento de temperatura desde una temperatura de 65 °C a 75 °C desde el par de rodillos de estirado 8 hasta una temperatura de 150 °C a 170 °C en el par de rodillos 9, con el resultado de que se pueden obtener valores especialmente buenos.

Ejemplo:

60 En los siguientes ejemplos experimentales, la primera columna (técnica anterior) describe un procedimiento y un hilo

ES 2 821 943 T3

de acuerdo con la técnica anterior. Las columnas 1-3 muestran el procedimiento de acuerdo con la invención y un hilo de acuerdo con la invención producido mediante el mismo.

- 5 En el ejemplo, la contracción por aire caliente se determinó a una temperatura de 177 °C después de un tiempo de mantenimiento de 2 min de acuerdo con la norma ASTM D4974-04. Por tanto, no es comparable con los métodos de ensayo llevados a cabo con un tiempo de mantenimiento de 4 horas, por ejemplo para su uso en la fabricación de neumáticos.

| N.º de prueba | | Técnica anterior | 1 | 2 | 3 |
|---|-------------------|---|---|------|------|
| Parámetro de prueba | | | | | |
| Tipo de poliamida | | PA 6 con una viscosidad relativa de 3,0 medida en HCOOH al 90 % | PA 6 con una viscosidad relativa de 2,8 medida en HCOOH al 90 % | | |
| Temperatura en la hilera [°C] | | 292 | 290 | 290 | 290 |
| Velocidad del rodillo de entrada [m/min] | | 730 | 793 | 793 | 775 |
| Primer rodillo de estirado | Velocidad [m/min] | 759 | 817 | 817 | 798 |
| | Temperatura [°C] | 60 | 70 | 70 | 70 |
| Segundo rodillo de estirado | Velocidad [m/min] | 2245 | 2368 | 2368 | 2314 |
| | Temperatura [°C] | 155 | 155 | 155 | 155 |
| Tercer rodillo de estirado | Velocidad [m/min] | 3286 | 3409 | 3409 | 3409 |
| | Temperatura [°C] | 195 | 210 | 210 | 210 |
| Cuarto rodillo de estirado | Velocidad [m/min] | 3080 | 3272 | 3272 | 3272 |
| | Temperatura [°C] | 170 | 215 | 215 | 215 |
| Quinto rodillo de estirado | Velocidad [m/min] | - | 3150 | 3150 | 3150 |
| | Temperatura [°C] | - | 215 | 215 | 215 |
| Velocidad del dispositivo de bobinado [m/min] | | 3045 | 3100 | 3130 | 3125 |
| Tensión de la bobina [cN] | | 60 | 60 | 65 | 65 |
| Pruebas de laboratorio | | | | | |
| Título [d/tex] | | 481 | 482 | 482 | 472 |
| Número de filamentos | | 140 | 140 | 140 | 140 |
| Alargamiento a la rotura [%] | | 22,3 | 26,7 | 25,9 | 26,2 |
| Resistencia a la tracción [cN/tex] | | 83,5 | 81,4 | 81,6 | 84,7 |
| Contracción por aire caliente a 177 °C, 2 min [%] | | 8,9 | 3,7 | 4,4 | 4,6 |

- 10 En la técnica anterior la poliamida es extraída por el rodillo de entrada 7 a una velocidad de 730 m/min a 60 °C y hasta el tercer rodillo de estirado 10 es sometida a un estirado a una velocidad de 3286 m/min a una temperatura de 195 °C, que corresponde a un estirado de 4,5 veces. La relajación se efectúa con un mecanismo de estirado sencillo, el cuarto rodillo de estirado a una velocidad de 3080 m/min a una temperatura de 170°C, y después hasta el dispositivo de bobinado a una velocidad de 3045 m/min, que corresponde a una relajación total de un -7,3 %.

- 15 Como resultado, el alargamiento a la rotura, de un 22,3 %, es significativamente menor que el valor mínimo de acuerdo con la invención del 25,9 % y la contracción por aire caliente, de un 8,9 %, es el doble considerando que los valores de acuerdo con la invención están entre un 3,7 y un 4,6 %.

- 20 De acuerdo con la invención, después de una primera etapa de estirado en múltiples fases, a la que le sigue una etapa de relajación en al menos tres fases, se pueden conseguir los valores de tenacidad deseados para una poliamida PA 6. La temperatura en la última fase de estirado es de 5 °C a 20 °C ligeramente inferior al punto de

fusión del hilo. Durante la etapa de relajación en al menos tres fases, la temperatura se mantiene análogamente por debajo del punto de fusión del hilo, específicamente de 5 °C a 15 °C, preferentemente de 5 °C a 8 °C.

Símbolos de referencia

- 5 1 dispositivo de hilado
- 2 hilera
- 3 conducto de enfriamiento rápido
- 4 hilos de filamentos
- 10 5 lubricante de hilado
- 6 hilo
- 7 par de rodillos de entrada
- 8 primer par de rodillos de estirado
- 9 segundo par de rodillos de estirado
- 15 10 tercer par de rodillos de estirado
- 11 cuarto par de rodillos
- 12 quinto par de rodillos
- 13 medios de entrelazado
- 20 14 dispositivo de bobinado

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la producción de un hilo de poliamida alifática de baja contracción, en el que la poliamida alifática comprende al menos un 90 % en peso de unidades monoméricas derivadas de la caprolactama, en donde la poliamida se extruye a través de una hilera (2) para formar filamentos, después se enfrían y se combinan para formar al menos un hilo (6), en el que el al menos un hilo (6) se somete a estirado entre la hilera (2) y un par de rodillos de entrada (7), después, en una etapa adicional de estirado en múltiples fases, se somete a un estirado de 4 veces a 6 veces mediante un par de rodillos de estirado, calentando sucesivamente los pares de rodillos de estirado el hilo y teniendo al menos el último par de rodillos de estirado (10) una temperatura de 5 °C a 20 °C inferior al punto de fusión del hilo (6), siendo sometido el hilo (6) a una relajación de un 4 % a un 10 % en una zona de relajación posterior en al menos tres fases y manteniéndolo en un intervalo de temperatura de 5 °C a 15 °C inferior al punto de fusión del hilo (6) y siendo posteriormente enrollado en un dispositivo de bobinado (14).
2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado por que** en la etapa de estirado en múltiples fases se somete el hilo (6) a un estirado de 4 veces a 5,5 veces por medio de pares de rodillos de estirado.
3. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** la etapa de estirado en múltiples fases se efectúa por medio de al menos tres pares de rodillos de estirado (8, 9, 10).
4. Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado por que** los pares de rodillos de estirado (8, 9, 10) están en forma de rodillos dobles.
5. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado por que** el último par de rodillos de estirado (10) tiene una temperatura de 5 °C a 10 °C inferior al punto de fusión del hilo (6).
6. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado por que** el hilo (6) se somete a una relajación de un 8 % a un 10 % en la zona de relajación en al menos tres fases.
7. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** en la zona de relajación en al menos tres fases se mantiene el hilo (6) en un intervalo de temperaturas de 5 °C a 8 °C inferior al punto de fusión del hilo (6).
8. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** la zona de relajación en al menos tres fases está formada por dos pares de rodillos (11, 12) y el dispositivo de bobinado (14) posterior.
9. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** la zona de relajación en al menos tres fases está formada por al menos tres pares de rodillos.
10. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** la temperatura del primer par de rodillos de estirado (8) es desde 5 °C por debajo hasta 30 °C por encima de la temperatura de transición vítrea del hilo.
11. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** la temperatura del segundo par de rodillos de estirado (9) es de 130 °C (absoluta) a 40 °C inferior a la temperatura de fusión del hilo.
12. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** el hilo (6) se somete a una relajación de un 2 % a un 6 % entre los pares de rodillos (11 y 12).
13. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** el dispositivo de bobinado (14) se hace funcionar a una velocidad de un 1 % a un 3 % menor que la del último par de rodillos (12).
14. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** las poliamidas comprenden al menos un 90 % en peso, preferentemente al menos un 95 % en peso, de manera especialmente preferente al menos un 98 % en peso, de unidades monoméricas derivadas de la caprolactama.
15. Aparato para la producción de un hilo de poliamida alifática de baja contracción de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la poliamida se extruye a través de una hilera (2) para formar filamentos, después se enfrían y se combinan para formar al menos un hilo (6), estando dispuesto después de la hilera (2) un primer par de rodillos de entrada (7) para el primer estirado del hilo (6), seguido de una segunda etapa de estirado en múltiples fases que comprende al menos tres pares de rodillos de estirado calefactables (8, 9, 10) que están en forma de rodillos dobles y se aumenta la temperatura de los pares de rodillos (8, 9, 10) hasta el tercer par de rodillos de estirado (10) desde una temperatura que es desde 5 °C por debajo hasta 30°C por encima de la temperatura de transición vítrea del hilo hasta una temperatura que es de 5 °C a 20 °C inferior al punto de fusión del hilo, seguido posteriormente por una

ES 2 821 943 T3

zona de relajación en al menos tres fases en la que el hilo se somete a una relajación de un 4 % a un 10 % en un intervalo de temperatura de 5 °C a 15 °C inferior al punto de fusión del hilo y con un dispositivo de bobinado (14).

5 16. Aparato de acuerdo con la reivindicación 15, **caracterizado por que** la zona de relajación en al menos tres fases está formada por al menos dos pares de rodillos (11, 12) y el dispositivo de bobinado (14).

17. Aparato de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 15 y 16, **caracterizado por que** la zona de relajación en al menos tres fases está formada por al menos tres pares de rodillos.

10 18. Aparato de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 15 a 17, **caracterizado por que** los pares de rodillos de estirado (8, 9, 10) se hacen funcionar a una velocidad periférica de 400 m/min a 4000 m/min.

15 19. Aparato de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 15 a 18, **caracterizado por que** las poliamidas comprenden al menos un 90 % en peso, preferentemente al menos un 95 % en peso, de manera especialmente preferente al menos un 98 % en peso, de unidades monoméricas derivadas de la caprolactama.

20 20. Hilo obtenible por el procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, producido a partir de una poliamida que comprende al menos un 90 % en peso, preferentemente al menos un 95 % en peso, de manera especialmente preferente al menos un 98 % en peso, de unidades monoméricas derivadas de la caprolactama, que tiene una resistencia a la tracción de al menos 80 cN/tex con una contracción por aire caliente del 1,0 al 6,5 % de acuerdo con la norma ASTM D4974-04 a 177 °C durante 2 minutos.

25 21. Hilo de acuerdo con la reivindicación 20, **caracterizado por** una resistencia a la tracción de al menos 80 cN/tex con una contracción por aire caliente del 1,0 al 4,0 % de acuerdo con la norma ASTM D4974-04 a 177 °C durante 2 minutos.

22. Hilo de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 20 a 21, producido por un procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 14.

Fig. 1

