

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 876 266**

51 Int. Cl.:

C08G 63/60 (2006.01)

C08G 63/16 (2006.01)

C08G 63/685 (2006.01)

D01F 6/92 (2006.01)

C08G 63/181 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA MODIFICADA
TRAS OPOSICIÓN

T5

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **22.05.2018** **PCT/EP2018/063309**

87 Fecha y número de publicación internacional: **06.12.2018** **WO18219708**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **22.05.2018** **E 18723888 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea modificada tras oposición: **02.10.2024** **EP 3630869**

54 Título: **Poliéster alifático-aromático con elevado Índice de Grado de Blancura**

30 Prioridad:

31.05.2017 EP 17173697

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la
traducción de la patente modificada:
05.03.2025

73 Titular/es:

BASF SE (100.00%)
Carl-Bosch-Strasse 38
67056 Ludwigshafen, DE

72 Inventor/es:

SCHEUERMANN, KLAUS;
LOOS, ROBERT;
GARBE, ANDREAS y
MÜLLER, KEVIN

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 876 266 T5

DESCRIPCIÓN

Poliéster alifático-aromático con elevado Índice de Grado de Blancura

La presente invención se refiere a un poliéster alifático-aromático, que exhibe un Índice de Grado de Blancura de acuerdo con ASTM E 313-73 de por lo menos 25, un procedimiento para su fabricación así como el uso del poliéster alifático-aromático para la fabricación de fibras de poliéster (PF). Además, la presente invención se refiere a las fibras de poliéster (PF), que contienen el poliéster alifático-aromático.

Los poliésteres son en general polímeros con funciones éster $[-CO-O-]$ en su cadena principal. Son fabricados usualmente mediante polimerización con apertura de anillo de lactonas o mediante policondensación de ácidos hidroxicarboxílicos o de dioles y (derivados de) ácidos dicarboxílicos. Un significado importante corresponde sobre todo a los poliésteres aromáticos, que encuentran aplicación en la industria textil, en forma de fibras de poliéster.

Las fibras de poliéster son fabricadas usualmente de acuerdo con el procedimiento de giro en estado fundido. Mediante el efecto del calor surge al respecto un producto fundido que es extrudido mediante boquillas de hilar. Usualmente, la mezcla de polímero, a partir de la cual se fabrican las fibras de poliéster, contiene polietilentereftalato (PET) y/o polibutilentereftalato (PBT). El polietilentereftalato (PET) y el polibutilentereftalato (PBT) se distinguen por un elevado Índice de Grado de Blancura de acuerdo con CIE 15.3 (2004) en el intervalo de 70 a 85, por lo cual las fibras de poliéster fabricadas a partir de ellos se dejan teñir muy bien.

La tinción de las fibras de poliéster ocurre usualmente mediante el uso de colorantes en dispersión, que están presentes en forma de pigmentos, usualmente en formulación acuosa en colorantes en dispersión, de acuerdo con el procedimiento de extracción o de termosolución, a temperaturas que están usualmente por encima de 130 °C.

El documento WO 98/12242 A1 divulga un procedimiento para la fabricación de poliésteres degradables biológicamente, en el cual en una primera etapa se prepara un poliéster que como elemento constituyente monomérico contiene una mezcla de 20 a 95 % molar de por lo menos un ácido dicarboxílico alifático o cicloalifático o su derivado que forma ésteres, 5 a 80 % molar de por lo menos un ácido dicarboxílico aromático o su derivado que forma ésteres y por lo menos compuesto con dos grupos hidroxilo o por lo menos un aminoalcohol o sus mezclas. En una segunda etapa, reacciona 95 a 99,9 % molar de este poliéster con 0,01 a 5 % molar de una mezcla de un isocianato por lo menos mononuclear, uno por lo menos binuclear, uno por lo menos trinuclear y uno por lo menos tetranuclear o con más núcleos.

El documento WO 2012/031997 A1 divulga un procedimiento para la preparación de poliesterálcoholes mediante condensación de politetrahidrofurano con ácidos dicarboxílicos aromáticos y/o sus anhídridos y/o sus ésteres, en presencia de un catalizador de transesterificación en un modo de operar de varias etapas, en el que después de la policondensación se usa ácido fosfórico para la desactivación del catalizador. El documento WO 2011/012598 A1 se refiere a un procedimiento para la fabricación de fibras de poliéster que pueden ser hiladas y coloreadas, que contienen un poliéster de tereftalato así como un aditivo que tiene poliéster, y ya a temperaturas por debajo de 130 °C se deja colorear de modo resistente a la luz y que no se destiñe, mediante lo cual puede alcanzarse un ahorro en energía y costes. El aditivo que tiene poliéster es un poliéster alifático-aromático, que es obtenido mediante condensación de un componente de ácido dicarboxílico y un componente de diol en presencia de un catalizador de titanio. El componente de ácido dicarboxílico comprende al respecto tanto un (derivado de) ácido dicarboxílico alifático como también aromático.

Sin embargo, se ha enfatizado que en el uso del ácido dicarboxílico alifático más conveniente desde el punto de vista económico, el ácido adípico, así como en el uso de los derivados del ácido adípico, junto con un catalizador de titanio, el poliéster alifático-aromático resultante y por tanto las fibras de poliéster fabricadas con él, exhiben una coloración amarilla a naranja. Sin embargo, sobre todo para la coloración de las fibras de poliéster es de enorme importancia que el poliéster usado y las fibras de poliéster fabricadas a partir de él, exhiban un elevado Índice de Grado de Blancura.

Por ello, existe una necesidad por un poliéster alifático-aromático, que pueda ser usado como aditivo que tiene poliéster en la fabricación de fibras de poliéster, y que haga posible la coloración de fibras de poliéster a temperaturas por debajo de 130 °C y que simultáneamente exhiba un suficiente Índice de Grado de Blancura, para garantizar una coloración óptima de las fibras de poliéster fabricadas a partir de él. Además, debería poder ser fabricado de manera simple y conveniente en costes.

El propósito técnico objetivo que es base de la presente invención consiste con ello en la preparación de un novedoso poliéster alifático-aromático o en el suministro de un procedimiento para la fabricación de uno así.

Este propósito es logrado mediante un poliéster alifático-aromático de acuerdo con la reivindicación 1, obtenible mediante condensación de por lo menos los componentes (A), (B), (C) así como (D):

(A) 40 a 70 % molar, referido a los componentes (A) y (B), de ácido adípico y/o por lo menos un derivado de ácido adípico,

(B) 30 a 60 % molar, referido a los componentes (A) y (B), de por lo menos un ácido 1,ω dicarboxílico aromático y/o por lo menos un derivado de ácido 1,ω dicarboxílico,

5 (C) 98 a 102 % molar, referido a los componentes (A) y (B), de por lo menos un 1,ω diol alifático, y

(D) 0,01 a 5 % en peso, referido al peso total de los componentes (A) a (C), de por lo menos un agente de alargamiento de cadena,

caracterizado porque el poliéster alifático-aromático exhibe un Índice de Grado de Blancura de acuerdo con ASTM E 313-73, de por lo menos 25, y la condensación comprende las cuatro etapas i) a iv):

10 i) una esterificación continua de una mezcla que contiene los componentes (A), (B) y (C) en presencia de un catalizador para obtener un producto de esterificación,

ii) una precondensación,

iii) post-condensación y

iv) una reacción de poliadición,

15 en el que al producto de precondensación obtenido en la segunda etapa después de la etapa ii) del proceso y antes y/o durante la etapa iii) del proceso se le añade del 0,03 al 0,04% en peso de un compuesto de fósforo, referido al peso total del producto de precondensación,

donde el compuesto de fósforo es ácido fosfonoso o ácido fosforoso.

El poliéster alifático-aromático es fabricado preferiblemente mediante un procedimiento en el cual

20 i) en una primera etapa se esterifica de modo continuo una mezcla, que contiene los componentes (A), (B) y (C), en presencia de un catalizador, para obtener un producto de esterificación,

ii) en una segunda etapa se precondensa de modo continuo el producto de esterificación obtenido en la primera etapa, hasta un número de viscosidad de acuerdo con DIN 53728 de 20 a 70 cm³/g, para obtener un producto de precondensación,

25 iii) en una tercera etapa se postcondensa de modo continuo el producto de precondensación obtenido en la segunda etapa, hasta un número de viscosidad de acuerdo con DIN 53728 de 60 a 170 cm³/g, para obtener un producto de postcondensación, y

v) en una cuarta etapa, en una reacción continua de poliadición, el producto de postcondensación obtenido en la tercera etapa reacciona con el por lo menos un agente (D) de alargamiento de cadena, hasta un número de viscosidad de acuerdo con DIN 53728 de 100 a 300 cm³/g, para obtener el poliéster alifático-aromático,

30 en lo cual al producto de precondensación obtenido en la segunda etapa de acuerdo con etapa ii) de procedimiento y antes y/o durante la etapa iii) de procedimiento, se añade 0,03 a 0,04 % en peso de un compuesto de fósforo, referido al peso total del producto de precondensación, donde el compuesto de fósforo es ácido fosfonoso o ácido fosforoso.

35 Se determinó de modo sorprendente que mediante la adición de 0,03 a 0,04 % en peso de un compuesto de fósforo según la reivindicación 1, durante el procedimiento de fabricación del poliéster alifático-aromático de acuerdo con la invención, éste exhibe un elevado Índice de Grado de Blancura de por lo menos 25 de acuerdo con ASTM E 313-73, mediante lo cual se garantiza un coloreado de las fibras de poliéster fabricadas a partir de él, que es resistente a la luz y no destiñe. Las fibras de poliéster fabricadas a partir de él exhiben además un espectro de color ampliamente elegible en la aplicación, buena resistencia a la fricción y no destiñen.

40 Otra ventaja es que las fibras de poliéster fabricadas a partir de él, se dejan colorear a muy bajas temperaturas, es decir por debajo de 130 °C, mediante lo cual se reduce el consumo de energía y se ahorra tiempo. Además, se economiza material que va a ser coloreado y después de la coloración también es suave y blando.

Además, se determinó de modo sorprendente que el poliéster alifático-aromático de acuerdo con la invención exhibe un alto Número de viscosidad, a pesar del elevado Número de ácido debido a la cantidad de un compuesto de fósforo añadida en el procedimiento de fabricación. El alargamiento de cadena con isocianatos no conduce con ello a lunares indeseados, sino a la construcción de un elevado peso molecular. Por ello, en un subsiguiente proceso de hilado en estado fundido las fibras de poliéster no se rasgan, sino que exhiben una elevada resistencia al desgarre y estabilidad.

Los lunares surgen normalmente cuando es muy alto el Número de ácido del producto de postcondensación (del poliéster alifático-aromático antes del alargamiento de cadena). Por el elevado Número de ácido, el producto fundido es no homogéneo, es decir, una parte del isocianato usado para el alargamiento de cadena no se incorpora en la cadena de polímero, sino que permanece como granos sólidos gelatinosos (denominados lunares). Debido a los lunares, en un subsiguiente proceso de hilado en estado fundido, las fibras se rasgarían.

A continuación se aclara en más detalle el poliéster alifático-aromático así como el procedimiento para su fabricación.

Poliéster alifático-aromático

El poliéster alifático-aromático de acuerdo con la invención es obtenible mediante condensación de por lo menos los componentes (A), (B), (C) así como (D).

En el marco de la presente invención, se entiende por "condensación", un procedimiento que comprende las cuatro etapas i) a iv): una esterificación continua (etapa i)), una precondensación (etapa ii)), una postcondensación (etapa iii)) así como una reacción de poliadición (etapa iv)).

La condensación es aclarada en más detalle adicionalmente abajo en la descripción, en el contexto del procedimiento para la fabricación del poliéster alifático-aromático.

Componente (A)

El componente (A) es ácido adípico y/o por lo menos un derivado de ácido adípico.

En el marco de la presente invención, los conceptos de ácido adípico y/o por lo menos un derivado de ácido adípico así como componente (A), son usados como sinónimos y tienen el mismo contenido de significado. Además, en el marco de la presente invención, bajo el concepto de por lo menos un derivado de ácido adípico se entiende exactamente un derivado de ácido adípico, así como mezclas de dos y más derivados de ácido adípico. En una forma preferida de realización, en la condensación se usa exactamente un derivado de ácido adípico.

En otra forma preferida de realización, en la condensación se usa una mezcla de ácido adípico y por lo menos un derivado de ácido adípico.

En una forma de realización preferida de modo particular, en la condensación se usa sólo ácido adípico.

El componente (A) es usado en cantidades de por lo menos 40 % molar, preferiblemente de por lo menos 45 % molar, más preferiblemente de por lo menos 50 % molar, referido a los componentes (A) y (B).

Además, el componente (A) es usado en cantidades de máximo 70 % molar, preferiblemente de máximo 65 % molar, más preferiblemente de máximo 63 % molar, referido a los componentes (A) y (B).

El componente (A) es usado en cantidades de 40 a 70 % molar, preferiblemente de 45 a 65 % molar, más preferiblemente de 50 a 63 % molar, referido a los componentes (A) y (B).

Los derivados de ácido adípico son en principio conocidos por los expertos.

En el marco de la presente invención, el derivado de ácido adípico es preferiblemente un éster de ácido adípico. Al respecto, el éster de ácido adípico puede ser usado individualmente así como en mezcla de dos y varios ésteres de ácido adípico.

Al respecto, como ésteres de ácido adípico entran en consideración por ejemplo los dialquil C₁-C₆ ésteres de ácido adípico, por ejemplo los dimetil-, dietil-, di-n-propil-, di-iso-propil-, di-n-butil-, di-iso-butil-, di-t-butil-, di-n-pentil-, di-iso-pentil- o di-n-hexilésteres del ácido adípico.

Componente (B)

El componente (B) es por lo menos un ácido 1,ω dicarboxílico aromático y/o por lo menos un derivado de ácido 1,ω dicarboxílico aromático.

Los conceptos de por lo menos un ácido 1,ω dicarboxílico aromático y/o por lo menos un derivado de ácido 1,ω dicarboxílico aromático así como componente (B) son usados en el marco de la presente invención como sinónimos y tienen el mismo contenido de significado.

Además, en el marco de la presente invención se entiende bajo el concepto de por lo menos un ácido 1,ω dicarboxílico aromático, exactamente un ácido 1,ω dicarboxílico aromático así como mezclas de dos y varios ácidos 1,ω dicarboxílicos aromáticos.

Así mismo, en el marco de la presente invención, bajo el concepto de por lo menos un derivado de ácido 1,ω dicarboxílico aromático se entiende exactamente un derivado de ácido 1,ω dicarboxílico aromático así como mezclas de dos y varios derivados de ácido 1,ω dicarboxílico aromático. En una forma preferida de realización, en la condensación se usa exactamente un derivado de ácido 1,ω dicarboxílico aromático.

- 5 En otra forma preferida de realización, en la condensación se usa una mezcla de un ácido 1,ω dicarboxílico aromático y un derivado de ácido 1,ω dicarboxílico aromático.

En una forma de realización preferida de modo particular, en la condensación se usa exactamente un ácido 1,ω dicarboxílico aromático.

- 10 El componente (B) es usado en cantidades de por lo menos 30 % molar, preferiblemente de por lo menos 35 % molar, más preferiblemente de por lo menos 37 % molar, referido a los componentes (A) y (B).

Además, el componente (B) es usado en cantidades de máximo 60 % molar, preferiblemente de máximo 55 % molar, más preferiblemente de máximo 50 % molar, referido a los componentes (A) y (B).

El componente (B) es usado en cantidades de 30 a 60 % molar, preferiblemente de 35 a 55 % molar, más preferiblemente de 37 a 50 % molar, referido a los componentes (A) y (B).

- 15 Los ácidos 1,ω dicarboxílicos aromáticos así como los derivados de ácido 1,ω dicarboxílico son en principio conocidos por los expertos.

Los ácidos 1,ω dicarboxílicos aromáticos adecuados son ácido tereftálico, ácido isoftálico, ácido 2,6-naftoico, ácido furanodicarboxílico o ácido 1,5-naftoico.

- 20 En el marco de la presente invención, el ácido 1,ω dicarboxílico aromático es preferiblemente un ácido 1,ω dicarboxílico aromático con 8 a 12, preferiblemente uno tal con 8 átomos de carbono. el ácido 1,ω dicarboxílico aromático puede ser al respecto lineal o ramificado.

- 25 En el marco de la presente invención, se prefieren como derivados de ácido 1,ω dicarboxílico los ésteres de los ácidos 1,ω dicarboxílicos aromáticos. Al respecto, los ésteres de los ácidos 1,ω dicarboxílicos aromáticos pueden ser usados individualmente así como en forma de mezcla de dos y varios ésteres de los ácidos 1,ω dicarboxílicos aromáticos.

Al respecto, como ésteres de los ácidos 1,ω dicarboxílicos aromáticos entran en consideración los dialquil C₁-C₆ ésteres de los ácidos 1,ω dicarboxílicos aromáticos, por ejemplo los dimetil-, dietil-, di-n-propil-, di-iso-propil-, di-n-butil-, di-iso-butil-, di-t-butil-, di-n-pentil-, di-iso-pentil o di-n-hexilésteres de los ácidos 1,ω dicarboxílicos aromáticos.

- 30 En una forma preferida de realización de la presente invención, el componente (B) es ácido tereftálico y/o un derivado de ácido tereftálico.

Con ello, es objetivo de la presente invención también un poliéster alifático-aromático, en el cual el componente (B) es ácido tereftálico y/o un derivado de ácido tereftálico.

- 35 En una forma de realización preferida de modo particular de la presente invención, el componente (B) es ácido tereftálico.

Componente (C)

El componente (C) es por lo menos un 1,ω-diol alifático.

- 40 Los conceptos de por lo menos un 1,ω-diol alifático así como componente (C) son usados en el marco de la presente invención como sinónimos y tienen el mismo contenido de significado. Además, en el marco de la presente invención, bajo el concepto de por lo menos un 1,ω-diol alifático se entiende exactamente un 1,ω-diol alifático así como mezclas de dos y varios 1,ω-dioles alifáticos. En una forma preferida de realización, en el procedimiento de acuerdo con la invención se usa exactamente un 1,ω-diol alifático.

El poliéster alifático-aromático contiene por lo menos 98 % molar, preferiblemente por lo menos 99 % molar, referido a los componentes (A) y (B), de componente (C) en forma condensada.

- 45 Además, el poliéster alifático-aromático contiene máximo 102 % molar, preferiblemente máximo 101 % molar, referido a los componentes (A) y (B), de componente (C) en forma condensada.

El poliéster alifático-aromático contiene de 98 a 102 % molar, preferiblemente de 99 a 101 % molar, referido a los componentes (A) y (B), de componente (C) en forma condensada.

- 50 Sin embargo, durante la condensación, por consiguiente durante la fabricación del poliéster alifático-aromático, el componente (C) es usado preferiblemente en exceso, es decir, es usado preferiblemente en cantidades

mayores que 100 % molar, más preferiblemente en cantidades mayores que 120 % molar, referido a los componentes (A) y (B).

Los 1,ω-dioles alifáticos son conocidos en principio por los expertos.

- 5 Los 1,ω-dioles alifáticos adecuados son etilenglicol, 1,3-propanodiol, 1,4-butanodiol, 1,5-pentanodiol, 1,6-hexanodiol, 2,2-dimetil-1,3-propanodiol, 2-etil-2-butil-1,3-propanodiol, 2-etil-2-isobutil-1,3-propanodiol o 2,2,4-trimetil-1,6-hexanodiol.

En el marco de la presente invención el 1,ω-diol alifático es preferiblemente un 1,ω-diol alifático con 2 a 12, preferiblemente con 4 a 6 átomos de carbono. El 1,ω-diol alifático puede ser al respecto lineal o ramificado.

- 10 De modo particular preferiblemente los 1,ω-dioles alifáticos son 1,3-propanodiol, 1,4-butanodiol, 1,5-pentanodiol y 1,6-hexanodiol.

En una forma de realización preferida de modo particular, el componente (C) es 1,3-propanodiol y/o 1,4-butanodiol.

Con ello, es objetivo de la presente invención también un poliéster alifático-aromático, en el cual el componente (C) es 1,3-propanodiol y/o 1,4-butanodiol.

- 15 Componente (D)

El componente (D) es por lo menos un agente de alargamiento de cadena.

El componente (D) es usado en cantidades en el intervalo de 0,01 a 5 % en peso, preferiblemente en cantidades de 0,05 a 3 % en peso, más preferiblemente en cantidades de 0,1 a 2 % en peso, referido al peso total de los componentes (A) a (C).

- 20 El por lo menos un agente de alargamiento de cadena es elegido preferiblemente de entre el grupo consistente en compuestos que contienen (D1) por lo menos tres grupos capaces de formar enlaces éster, y en compuestos que contienen (D2) por lo menos dos grupos isocianato.

- 25 Los compuestos (D1) contienen preferiblemente 3 a 10 grupos funcionales los cuales son capaces de formar enlaces éster. Los compuestos (D1) preferidos de modo particular tienen 3 a 6 grupos funcionales que son capaces de formar enlaces éster, en la molécula, en particular 3 a 6 grupos hidroxilo y/o grupos carboxilo.

Son ejemplos de los compuestos (D1), ácido tartárico, ácido cítrico, ácido málico, trimetilolpropano, trimetiloetano, pentaeritrol, polietertrioles, glicerina, ácido trimésico, ácido trimelítico, anhídrido trimelítico, ácido piromelítico, dianhídrido piromelítico o ácido hidroxisofáltico.

- 30 Los compuestos (D2) contienen preferiblemente un diisocianato o una mezcla de diferentes diisocianatos. Pueden usarse diisocianatos aromáticos o alifáticos. Sin embargo, también pueden usarse isocianatos con funcionalidad más alta.

Los "diisocianatos aromáticos" son elegidos de entre el grupo consistente en toluilen-2,4-diisocianato, toluilen-2,6-diisocianato, 2,2'-difenilmetanodiisocianato, 2,4'-difenilmetanodiisocianato, 4,4'-difenilmetanodiisocianato, naftilen-1,5-diisocianato y xililen-diisocianato.

- 35 En el marco de la presente invención, como diisocianatos aromáticos se prefieren 2,2'-difenilmetanodiisocianato, 2,4'-difenilmetanodiisocianato así como 4,4'-difenilmetanodiisocianato, de modo particular preferiblemente estos difenilmetanodiisocianatos son usados como mezclas.

Preferiblemente los compuestos (D2) contienen hasta 5 % en peso, referido al peso total del compuesto (D2), de grupos uretina. Éstos sirven por ejemplo para proteger los grupos isocianato.

- 40 Los compuestos (D2) pueden contener también un diisocianato aromático trinuclear. Un ejemplo para un isocianato aromático trinuclear es tri(4-isocianofenil)metano. Los diisocianatos aromáticos polinucleares surgen por ejemplo en la preparación de diisocianatos aromáticos mono- o dinucleares.

- 45 En el marco de la presente invención, se entiende por un "diisocianato alifático", sobre todo alquilendiisocianatos o cicloalquilendiisocianatos lineales o ramificados con 2 a 20 átomos de carbono, preferiblemente con 3 a 12 átomos de carbono, por ejemplo 1,6-hexametilendiisocianato, 1,5-pentametilendiisocianato, isofofondiisocianato o metilen-bis(4-isocianatociclohexano). Son diisocianatos alifáticos preferidos de modo particular 1,6-hexametilendiisocianato y isofofondiisocianato.

Sin embargo, pueden usarse también diisocianatos alifáticos, que se basan en N-hexametilendiisocianato, por ejemplo trimeros cíclicos, pentámeros u oligómeros superiores del N-hexametilendiisocianato.

- 50 En el marco de la presente invención el componente (D) es preferiblemente hexametilendiisocianato.

Con ello, es objetivo de la presente invención también un poliéster alifático-aromático, en el cual el componente (D) es hexametilendiisocianato.

El poliéster alifático-aromático de acuerdo con la invención exhibe un Índice de Grado de Blancura de acuerdo con ASTM E 313-73, de por lo menos 25.

- 5 Preferiblemente el poliéster alifático-aromático exhibe un Índice de Grado de Blancura de acuerdo con ASTM E 313-73 en el intervalo de 25 a 40, preferiblemente en el intervalo de 28 a 35, más preferiblemente en el intervalo de 30 a 35.

- 10 En el marco de la presente invención, se entiende por el "Índice de Grado de blancura" la medida numérica para la capacidad de reflectancia del poliéster alifático-aromático o de las fibras de poliéster (PF). Sirve como atributo de calidad y es determinado mediante métodos de medición colorimétricos, fotométricos o espectrofotométricos. Un bajo Índice de Grado de Blancura significa que el poliéster alifático-aromático o las fibras de poliéster (PF) exhiben una coloración amarilla. Un mayor Índice de Grado de Blancura significa que el poliéster alifático-aromático o las fibras de poliéster (PF) exhiben una coloración amarilla baja o ninguna, y por ello parecen más blancos. El Índice de Grado de Blancura del poliéster alifático-aromático es determinado en el marco de la presente invención de acuerdo con ASTM E 313-73, el Índice de Grado de Blancura de las fibras de poliéster (PF), de acuerdo con CIE 15.3 (2004).

Con ello, es objetivo de la presente invención también un poliéster alifático-aromático, en el cual el poliéster alifático-aromático exhibe un Índice de Grado de Blancura, de acuerdo con ASTM E 313-73, de 25 a 40.

- 20 El poliéster alifático-aromático exhibe usualmente un Número de ácido medido de acuerdo con DIN EN ISO 2114:2002-06 en el intervalo de 1,1 a 1,4 mg de KOH/g. Como mezcla disolvente para 1 g de polímero se usan 15 ml de 1,2-diclorobenceno, en los cuales se disuelve el poliéster a 180 °C luego se diluye con 20 ml de piridina. Después de enfriar a 60 °C y añadir 50 ml de tetrahidrofurano (THF), 5 ml de agua y 40 ml de etanol, se titula con solución etanólica 0,1 M de hidróxido de potasio, de modo potenciográfico con indicador de punto de viraje.

- 25 Con ello, es objetivo de la presente invención también un poliéster alifático-aromático, en el cual el poliéster alifático-aromático exhibe un Número de ácido medido de acuerdo con DIN EN ISO 2114:2002-06, en el intervalo de 1,1 a 1,4 mg de KOH/g.

- 30 El poliéster alifático-aromático exhibe usualmente un Número de viscosidad en el intervalo de 100 a 300 cm³/g, preferiblemente en el intervalo de 120 a 220 cm³/g, más preferiblemente en el intervalo de 150 a 210 cm³/g. La determinación del Número de viscosidad ocurre en una solución de 0,5 g del poliéster alifático-aromático en 100 ml de una mezcla 1:1 de fenol y o-diclorobenceno.

Con ello, es objetivo de la presente invención también un poliéster alifático-aromático, en el cual el poliéster alifático-aromático exhibe un Número de viscosidad de acuerdo con DIN 53728 en el intervalo de 100 a 300 cm³/g.

- 35 El poliéster alifático-aromático exhibe usualmente una temperatura de transición vítrea T_G. La temperatura de transición vítrea T_G del poliéster alifático-aromático está usualmente en el intervalo de -50 a 0 °C, preferiblemente en el intervalo de -45 a -10 °C y en particular preferiblemente en el intervalo de -40 a -20 °C, determinada mediante calorimetría dinámica diferencial (*Differential Scanning Calorimetry*; DSC) para una rata de calentamiento y enfriamiento de 10 °C/min.

- 40 Con ello, es objetivo de la presente invención también un poliéster alifático-aromático, en el cual la temperatura de transición vítrea (T_G) del poliéster alifático-aromático está en el intervalo de -50 a 0 °C.

- 45 Usualmente el poliéster alifático-aromático exhibe una Rata de Flujo Volumétrico en Estado Fundido (MVR), medida de acuerdo con ISO 1133, en el intervalo de 0,5 a 40 cm³/10 min, preferiblemente en el intervalo de 1 a 20 cm³/10 min, más preferiblemente en el intervalo de 1,5 a 10 cm³/10 min. Al respecto, la temperatura de prueba es 190 °C y la carga de prueba es 2,19 kg. El tiempo de fusión es de 4 minutos.

Los poliésteres alifático-aromáticos son usualmente copolímeros aleatorios, es decir, la introducción de los componentes (A) y (B) ocurre de manera puramente accidental. La distribución de la longitud de los bloques individuales es calculada de acuerdo con B. Vollmert, Grundriss der makromolekularen Chemie.

- 50 El promedio ponderado el peso molecular (M_w) del poliéster alifático-aromático está usualmente en el intervalo de 50.000 a 300.000 g/mol, preferiblemente en el intervalo de 50.000 a 150.000 g/mol, determinado por medio de cromatografía de permeación en gel (GPC) (*Size Exclusion Chromatography* (SEC)) de acuerdo con ASTM D4001. Como solvente se usa 1,1,1,3,3,3-hexafluoro-2-propanol contra un estándar de polimetilmetacrilato (PMMA) de distribución estrecha.

- El promedio aritmético de peso molecular (M_n) del poliéster alifático-aromático está usualmente en el intervalo de 5.000 a 60.000 g/mol, preferiblemente en el intervalo de 15.000 a 40.000 g/mol y en particular preferiblemente en el intervalo de 20.000 a 40.000 g/mol, determinado por medio de cromatografía de permeación en gel (GPC) (*Size Exclusion Chromatography* (SEC)) de acuerdo con ASTM D4001. Como solvente se usa 1,1,1,3,3,3-hexafluoro-2-propanol contra estándar de polimetilmetacrilato (PMMA) de distribución estrecha.
- La relación M_w/M_n está usualmente en el intervalo de 1 a 6, preferiblemente en el intervalo de 3 a 6.
- El poliéster alifático-aromático exhibe en general una temperatura de fusión (T_m), que está en el intervalo de 90 a 150 °C, preferiblemente en el intervalo de 100 a 140 °C, determinada mediante calorimetría dinámica diferencial (*Differential Scanning Calorimetry*; DSC) a una tasa de calentamiento y enfriamiento de 10 °C/min.
- Preferiblemente, el poliéster alifático-aromático contiene por lo menos los componentes (A), (B), (C) así como (D):
- (A) 40 a 70 % molar, referido a los componentes (A) y (B), de ácido adípico y/o por lo menos un derivado de ácido adípico,
- (B) 30 a 60 % molar, referido a los componentes (A) y (B), de por lo menos un ácido 1,ω dicarboxílico aromático y/o por lo menos un derivado de ácido 1,ω dicarboxílico,
- (C) 98 a 102 % molar, referido a los componentes (A) y (B), de por lo menos un 1,ω diol alifático, y
- (D) 0,01 a 5 % en peso, referido al peso total de los componentes (A) a (C), de por lo menos un agente de alargamiento de cadena,
- en forma condensada.
- Preferiblemente el poliéster alifático-aromático es obtenible mediante condensación de por lo menos los componentes (A), (B), (C) así como (D):
- (A) 45 a 65 % molar, referido a los componentes (A) y (B), de ácido adípico y/o por lo menos un derivado de ácido adípico,
- (B) 35 a 55 % molar, referido a los componentes (A) y (B), de por lo menos un ácido 1,ω dicarboxílico aromático y/o por lo menos un derivado de ácido 1,ω dicarboxílico,
- (C) 99 a 101 % molar, referido a los componentes (A) y (B), por lo menos un 1,ω diol alifático, y
- (D) 0,01 a 5 % en peso, referido al peso total de los componentes (A) a (C), de por lo menos un agente de alargamiento de cadena.
- Con ello, es objetivo de la presente invención también un poliéster alifático-aromático, en el cual el poliéster alifático-aromático es obtenible mediante condensación de por lo menos los componentes (A), (B), (C) así como dado el caso (D):
- (A) 45 a 65 % molar, referido a los componentes (A) y (B), de ácido adípico y/o por lo menos un derivado de ácido adípico,
- (B) 35 a 55 % molar, referido a los componentes (A) y (B), de por lo menos un ácido 1,ω dicarboxílico aromático y/o por lo menos un derivado de ácido 1,ω dicarboxílico,
- (C) 99 a 101 % molar, referido a los componentes (A) y (B), de por lo menos un 1,ω diol alifático, y
- (D) 0,01 a 5 % en peso, referido al peso total de los componentes (A) a (C), de por lo menos un agente de alargamiento de cadena.
- Con ello, es otro objetivo de la presente invención también un poliéster alifático-aromático que contiene por lo menos los componentes (A), (B), (C) así como dado el caso (D):
- (A) 45 a 65 % molar, referido a los componentes (A) y (B), de ácido adípico y/o por lo menos un derivado de ácido adípico,
- (B) 35 a 55 % molar, referido a los componentes (A) y (B), de por lo menos un ácido 1,ω dicarboxílico aromático y/o por lo menos un derivado de ácido 1,ω dicarboxílico,
- (C) 99 a 101 % molar, referido a los componentes (A) y (B), de por lo menos un 1,ω diol alifático, y

(D) 0,01 a 5 % en peso, referido al peso total de los componentes (A) a (C), de por lo menos un agente de alargamiento de cadena,

en forma condensada.

El poliéster alifático-aromático es preparado preferiblemente mediante un procedimiento en el cual

- 5 i) en una primera etapa se esterifica de modo continuo una mezcla que contiene los componentes (A), (B) y (C), en presencia de un catalizador, para obtener un producto de esterificación,
 - ii) en una segunda etapa se precondensa de modo continuo el producto de esterificación obtenido en la primera etapa, hasta un Número de viscosidad de acuerdo con DIN 53728 de 20 a 70 cm³/g, para obtener un producto de precondensación,
 - 10 iii) en una tercera etapa se postcondensa de modo continuo el producto de precondensación obtenido en la segunda etapa, hasta un Número de viscosidad de acuerdo con DIN 53728 de 60 a 170 cm³/g para obtener un producto de postcondensación, y
 - iv) en una cuarta etapa, reacciona en una reacción de poliadición de modo continuo el producto de postcondensación obtenido en la tercera etapa, con el por lo menos un agente (D) de alargamiento de cadena
 - 15 hasta un Número de viscosidad de acuerdo con DIN 53728 de 100 a 300 cm³/g, para obtener el poliéster alifático-aromático,
- en el que al producto de precondensación obtenido en la segunda etapa, después de la etapa ii) del procedimiento y antes y/o durante la etapa iii) del procedimiento, se añade 0,03 a 0,04 % en peso de un compuesto de fósforo, referido al peso total del producto de precondensación, que es el compuesto de fósforo
- 20 es ácido fosfonoso o ácido fosforoso.

Con ello, es objetivo de la presente invención también el poliéster alifático-aromático, que es obtenible de acuerdo con el procedimiento que se encuentra arriba.

Procedimiento para la preparación del poliéster alifático-aromático

- 25 Para el procedimiento de acuerdo con la invención para la preparación del poliéster alifático-aromático son válidas las realizaciones y preferencias mencionadas anteriormente de modo correspondiente del poliéster alifático-aromáticos.

Etapas i)

En una primera etapa (etapa i)) se esterifica de modo continuo una mezcla, que contiene los componentes (A), (B) y (C), en presencia de un catalizador, para obtener un producto de esterificación.

- 30 Al respecto, se mezclan los componentes (A), (B) y (C) preferiblemente en una etapa previa antes de la etapa i), para obtener una mezcla. La mezcla de los componentes (A), (B) y (C) puede ser ejecutada en todos los dispositivos de muestra conocidos por los expertos.

- 35 Si el componente (A) es ácido adípico y el componente (B) es por lo menos un ácido 1,ω dicarboxílico aromático, los componentes (A), (B) y (C) son mezclados preferiblemente a una temperatura de 20 a 70 °C, para obtener una mezcla.

Si el componente (A) es un éster de ácido adípico y/o el componente (B) es por lo menos un éster de ácido 1,ω dicarboxílico, los componentes (A), (B) y (C) son mezclados preferiblemente a una temperatura de 140 a 200 °C, para obtener una mezcla.

- 40 De modo alternativo, el componente (A) o componente (B) pueden ser esterificados con componente (C) hasta dar un poliéster y este entonces puede ser mezclado con el respectivo otro componente (B) o (A), para obtener una mezcla.

En el marco de la presente invención, se entiende por "esterificación", tanto una "esterificación pura" como también una "transesterificación".

- 45 En el marco de la presente invención se entiende por una "esterificación pura", la reacción de por lo menos un diol con por lo menos un ácido dicarboxílico, para formar un (poli)éster y agua.

En el marco de la presente invención, se entiende por una "transesterificación", una reacción en la cual un éster es convertido en otro. La transesterificación puede ocurrir sea por reacción de un grupo éster con un grupo hidroxilo y/o por reacción de dos grupos éster.

- 50 La "transesterificación" puede ocurrir después de la esterificación pura y/o de manera paralela a la esterificación pura.

La mezcla que contiene los componentes (A), (B) y (C), es esterificada de manera continua en presencia de un catalizador.

Como catalizadores se emplean usualmente compuestos de zinc, aluminio y en particular titanio. Los catalizadores de compuestos de titanio, como tetrabutílorotitanato o tetra(iso-propil)ortotitanato tienen como ventaja, frente a los compuestos de estaño, antimonio, cobalto y plomo usados frecuentemente en la literatura, como dioctanato de estaño, que son menos tóxicas las cantidades residuales de catalizador o productos de reacción del catalizador remanentes en el producto.

El catalizador es usado preferiblemente en cantidades de por lo menos 0,001 % en peso, más preferiblemente en cantidades de por lo menos 0,03 % en peso, referidas a los componentes (A), (B) y (C).

Además, el catalizador es usado preferiblemente en cantidades de máximo 1 % en peso, más preferiblemente de máximo 0,2 % en peso, referido a los componentes (A), (B) y (C).

En la etapa i) puede usarse la totalidad de la cantidad o una cantidad parcial del catalizador. Preferiblemente se usa una cantidad parcial del catalizador. La cantidad parcial restante de catalizador es usada luego preferiblemente en la etapa ii).

En una forma preferida de realización, las etapas i) y ii) son ejecutadas en presencia de un catalizador de titanio.

Con ello, también es objetivo de la presente invención un procedimiento en el cual las etapas i) y ii) son ejecutadas en presencia de un catalizador de titanio.

La etapa i) es ejecutada preferiblemente a una temperatura en el intervalo de 180 a 260 °C, preferiblemente a una temperatura en el intervalo de 220 a 250 °C así como preferiblemente a una presión en el intervalo de 0,6 a 1,2 bar, preferiblemente en el intervalo de 0,8 a 1,1 bar.

La etapa i) así como la etapa ii) son ejecutadas preferiblemente en un reactor único, como por ejemplo un reactor de torre (véase WO 03/042278 y DE-A 199 29 790).

En la etapa i) se esterifica de modo continuo la mezcla, para obtener un producto de esterificación. Al respecto, preferiblemente se añade el componente (C) en exceso, después de obtener el producto de esterificación preferiblemente se separa por destilación el exceso de componente (C), y después de por ejemplo purificación por destilación, se le alimenta nuevamente al circuito.

Etapa ii)

En la etapa ii) se precondensa el producto de esterificación obtenido en la primera etapa (etapa i)), hasta un Número de viscosidad de acuerdo con DIN 53728, de 20 a 70 cm³/g, para obtener un producto de precondensación.

En el marco de la presente invención se entiende por "precondensación", una reacción de condensación que está antepuesta a la postcondensación (etapa iii)) y en la cual se enlazan mutuamente las moléculas del producto de esterificación, con escisión de agua y/o alcohol. Por regla general es ejecutada a temperaturas más bajas y presiones más bajas que la postcondensación (etapa iii)), por lo cual el producto de precondensación exhibe pesos moleculares más bajos, comparado con los productos de postcondensación.

Se precondensa el producto de esterificación que fue obtenido en la primera etapa (etapa i)), hasta un Número de viscosidad de acuerdo con DIN 53728 de 20 a 70 cm³/g, para obtener un producto de precondensación.

El producto de precondensación exhibe usualmente un Número de ácido, medido de acuerdo con DIN EN ISO 2114:2002-06, en el intervalo de 0,7 a 2 mg de KOH/g.

La etapa ii) es ejecutada preferiblemente a una temperatura en el intervalo de 230 a 270 °C, preferiblemente en el intervalo de 240 a 260 °C.

Al comienzo de la etapa ii) la presión está preferiblemente en el intervalo de 0,1 a 0,5 bar, preferiblemente en el intervalo de 0,2 a 0,4 bar, al final de la etapa ii) la presión está preferiblemente en el intervalo de 5 a 100 mbar, preferiblemente en el intervalo de 5 a 20 mbar.

La etapa ii) es ejecutada preferiblemente en un reactor adecuado para la precondensación. Son ejemplos de tales reactores los reactores de haz de tubos, reactores de torre, cascadas de recipientes, columnas de burbujas y cascadas de flujo descendente, dado el caso con unidad de desgasificación.

Los reactores de torre descritos detalladamente en los documentos WO-A 03/042278 y WO-A 05/042615 han probado ser particularmente ventajosos para la etapa ii), en los cuales el flujo de producto es conducido en el mismo sentido sobre un evaporador de película descendente de una o varias etapas, en el cual los vapores de

reacción, en particular agua, tetrahidrofurano (THF) en el uso de 1,4-butanodiol y alcoholes en el uso de ésteres de ácidos dicarboxílicos, son retirados en varias posiciones distribuidas sobre el reactor.

Los vapores de reacción, que consisten preferiblemente en alcohol, en el exceso de diol y el producto secundario THF, son purificados usualmente por destilación y retornados al proceso.

5 Etapa iii)

Al producto de precondensación obtenido en la segunda etapa (etapa ii)), después de la etapa ii) de procedimiento y antes y/o durante la etapa iii) de procedimiento se añade 0,03 a 0,04 % en peso de un compuesto de fósforo según la reivindicación 1, referido al peso total del producto de precondensación.

El compuesto de fósforo según la reivindicación 1 sirve preferiblemente como desactivador para el catalizador.

10 Los desactivadores son usados preferiblemente en el uso de catalizadores de titanio altamente reactivos.

En este caso, sin embargo se estableció de manera sorprendente también que mediante adición de 0,03 a 0,04 % en peso de un compuesto de fósforo según la reivindicación 1, adicionalmente se eleva también el Índice de Grado de Blancura, de acuerdo con ASTM E 313-73, del poliéster alifático-aromático (etapa iv)).

Como desactivadores se utiliza ácido fosforoso o ácido fosforoso.

15 En una forma de realización preferida de modo particular, el compuesto de fósforo es ácido fosforoso.

Con ello, también es objetivo de la presente invención un procedimiento en el cual el compuesto de fósforo es ácido fosforoso.

Preferiblemente, el catalizador de titanio no es desactivado completamente en la etapa iii) mediante la adición de un compuesto de fósforo, es decir, está presente en forma parcialmente activa.

20 En la etapa iii) el producto de precondensación obtenido en la segunda etapa (etapa ii)) es postcondensado hasta un Número de viscosidad, de acuerdo con DIN 53728, de 60 a 170 cm³/g, para obtener un producto de postcondensación.

25 En el marco de la presente invención, se entiende por "postcondensación" una reacción de condensación en la cual se enlazan mutuamente las moléculas del producto de precondensación, con escisión de agua y/o alcohol para obtener el producto de postcondensación. Es ejecutada por regla general a temperaturas más altas y presión más alta que la precondensación (etapa ii)), por lo cual los productos de postcondensación exhiben pesos moleculares mayores, comparados con los productos de precondensación.

30 El producto de postcondensación exhibe usualmente un Número de ácido, medido de acuerdo con DIN EN ISO 2114:2002-06, en el intervalo de 0,8 a 1,5 mg de KOH/g, preferiblemente en el intervalo de 1,0 a 1,4 mg de KOH/g.

La etapa iii) es ejecutada preferiblemente a una temperatura de 220 a 270 °C, preferiblemente de 230 a 250 °C y preferiblemente a una presión de 0,2 a 5 mbar, preferiblemente de 0,5 a 3 mbar.

35 La etapa iii) es ejecutada preferiblemente en un equipo de acabado. Como equipos de acabado han probado ser adecuados en particular reactores como reactores de discos y anillos y reactores de jaula, como se describen en los documentos US 5779986 y EP 719582.

Etapa iv)

En la etapa iv) el producto de postcondensación obtenido en la tercera etapa (etapa iii)) reacciona en una reacción de poliadición con el por lo menos un agente (D) de alargamiento de cadena hasta un Número de viscosidad, de acuerdo con DIN 53728, de 100 a 300 cm³/g, para obtener el poliéster alifático-aromático.

40 La etapa iv) es ejecutada preferiblemente a temperaturas de 220 a 270 °C, preferiblemente de 230 a 250 °C y preferiblemente con sobrepresión o presión normal.

Los tiempos de residencia están preferiblemente en el intervalo de 2 a 30 minutos, preferiblemente en el intervalo de 4 a 15 minutos.

45 La etapa iv) es ejecutada preferiblemente en un extrusor, un amasador continuo (reactor de lista) o un mezclador estático. A modo de ejemplo se mencionan los siguientes componentes: para un mezclador estático pueden usarse elementos SMR, -SMX, -SMXL o combinaciones de ellos, por ejemplo de la compañía Sulzer Chemtech AG Schweiz. Los ejemplos de un reactor de lista son, dependiendo del campo de aplicación, un reactor DISKOTHERM B de eje simple o reactor CRP-ORP de dos ejes. Como extrusor son una posibilidad extrusores de 1 o 2 usos.

Fibras de poliéster

El poliéster alifático-aromático de acuerdo con la invención puede ser usado para la fabricación de fibras de poliéster (PF).

- 5 Con ello, también es otro objetivo de la presente invención el uso del poliéster alifático-aromático para la fabricación de fibras de poliéster (PF).

Las fibras de poliéster (PF), que son fabricadas usando el poliéster alifático-aromático de acuerdo con la invención contienen, referido en cada caso al peso total de las fibras de poliéster (PF),

80 a 99 % en peso de por lo menos un poliéster de tereftalato,

1 a 20 % en peso de por lo menos un poliéster alifático-aromático de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 9, y

- 10 0 a 5 % en peso de por lo menos un aditivo (E),

en las que las fibras de poliéster (PF) exhiben un Índice de Grado de Blancura, de acuerdo con CIE 15.3 (2004), de por lo menos 65.

- 15 Con ello, son otro objetivo de la presente invención también fibras de poliéster (PF), que contienen en cada caso, referido al peso total de las fibras de poliéster (PF),

80 a 99 % en peso de por lo menos un poliéster de tereftalato,

1 a 20 % en peso de por lo menos un poliéster alifático-aromático de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 9, y

0 a 5 % en peso de por lo menos un aditivo (E)

- 20 caracterizado porque las fibras de poliéster (PF) exhiben un Índice de Grado de Blancura, de acuerdo con CIE 15.3 (2004), de por lo menos 65.

La suma de los porcentajes en peso de los componentes contenidos en las fibras de poliéster (PF) totaliza en general 100 % en peso.

Al respecto, el por lo menos un poliéster de tereftalato es preferiblemente polietilentereftalato (PET) y/o polibutilentereftalato (PBT).

- 25 Con ello, otro objetivo de la presente invención son también fibras de poliéster (PF), en las cuales el por lo menos un poliéster de tereftalato es polietilentereftalato (PET) y/o polibutilentereftalato (PBT).

Las fibras de poliéster (PF) contienen preferiblemente por lo menos 80 % en peso del por lo menos un poliéster de tereftalato, preferiblemente por lo menos 85 % en peso, referido al peso total de las fibras de poliéster (PF).

- 30 Además, las fibras de poliéster (PF) contienen preferiblemente máximo 99 % en peso del por lo menos un poliéster de tereftalato, preferiblemente máximo 95 % en peso, referido al peso total de las fibras de poliéster (PF).

Las fibras de poliéster (PF) contienen de 80 a 99 % en peso de por lo menos un poliéster de tereftalato, preferiblemente 85 a 95 % en peso de por lo menos un poliéster de tereftalato, referido al peso total de las fibras de poliéster (PF).

- 35 Las fibras de poliéster (PF) contienen preferiblemente por lo menos 1 % en peso del poliéster alifático-aromático de acuerdo con la invención, preferiblemente por lo menos 5 % en peso, referido al peso total de las fibras de poliéster (PF).

- 40 Además, las fibras de poliéster (PF) contienen preferiblemente máximo 20 % en peso del poliéster alifático-aromático de acuerdo con la invención, preferiblemente máximo 15 % en peso, más preferiblemente máximo 9 % en peso, referido al peso total de las fibras de poliéster (PF).

Las fibras de poliéster (PF) contienen de 1 a 20 % en peso de por lo menos un poliéster alifático-aromático de acuerdo con la invención, preferiblemente 5 a 15 % en peso, más preferiblemente 5 a 9 % en peso, referido al peso total de las fibras de poliéster (PF).

Opcionalmente, las fibras de poliéster (PF) contienen por lo menos un aditivo (E).

- 45 Los aditivos adecuados son conocidos por los expertos.

Son ejemplos de aditivos los lubricantes, agentes de formación de núcleo, promotores de compatibilidad, agentes ignífugos, materiales de refuerzo, plastificantes, antioxidantes, estabilizantes contra UV y pigmentos.

En el marco de la presente invención, las fibras de poliéster (PF) contienen preferiblemente lubricantes, agentes de formación de núcleo y/o promotores de compatibilidad.

- 5 Como lubricantes o también como desmoldantes han probado ser exitosos en particular hidrocarburos, alcoholes grasos, ácidos carboxílicos superiores, sales metálicas de ácidos carboxílicos superiores, como estearato de calcio o de zinc, amidas grasas, como erucamida, y tipos de ceras, por ejemplo cera de parafina, cera de abejas o cera Montana. Son lubricantes preferidos la erucamida y/o tipos de cera y de modo particular preferiblemente combinaciones de estos lubricantes. Los tipos preferidos de cera son cera de abejas y cera de ésteres, en particular monoestearato de glicerina o dimetilsiloxano o polidimetilsiloxano, como por ejemplo Belzil y DM® la compañía Waga.

Los lubricantes son añadidos preferiblemente en cantidades de 0,05 a 2 % en peso, preferiblemente en cantidades de 0,1 a 1 % en peso, referido al peso total de las fibras de poliéster (PF).

- 15 Como agentes de formación de núcleo entran en consideración por regla general compuestos inorgánicos, como talco, tiza, mica, óxido de silicio o sulfato de bario.

Preferiblemente se añade 0,05 a 5 % en peso, preferiblemente 0,1 a 1 % en peso de agente de formación de núcleo, referido al peso total de las fibras de poliéster (PF).

Han probado ser ventajosos como promotores de compatibilidad, los poliésteres alifáticos, como ácido poliláctico, policaprolactona, polihidroxilalcanoato o ácido poliglicólico (PGA).

- 20 Los promotores de compatibilidad son añadidos preferiblemente en cantidades de 0,1 a 5 % en peso, referido al peso total de las fibras de poliéster (PF).

Los siguientes ejemplos deberían aclarar adicionalmente la presente invención, sin embargo sin limitar por ello la presente invención.

Ejemplos:

- 25 Métodos de medición

La determinación del Número de viscosidad ocurre de acuerdo con DIN 53728 (parte 3, 3 de enero de 1985). Como solvente se usa una mezcla de fenol/diclorobenceno en la relación de peso 50/50.

- 30 La determinación de los pesos moleculares (M_w y M_n) ocurre de acuerdo con ASTM D4001. Como solvente se usó 1,1,1,3,3,3-hexafluoro-2-propanol contra estándares de distribución estrecha de polimetilmetacrilato (PMMA).

La determinación de la rata de flujo volumétrico en estado fundido (MVR) ocurre de acuerdo con ISO 1133. La temperatura de prueba es de 190 °C y la carga de prueba es 2,19 kg. El tiempo de fusión es 4 minutos.

- 35 El Número de ácido es determinado de acuerdo con DIN EN ISO 2114:2002-06. Como mezcla disolvente para 1 g de polímero se usan 15 ml de 1,2-diclorobenceno, en los cuales se disuelve el poliéster a 180 °C y luego se diluye con 20 ml de piridina. Después de enfriamiento a 60 °C y adición de 50 ml de tetrahidrofurano (THF), 5 ml de agua y 40 ml de etanol, se titula con solución etanólica 0,1 M de hidróxido de potasio, potenciográficamente con indicador de punto de viraje.

- 40 La determinación del Índice de Grado de Blancura en los granulados, que poseen un tamaño de grano de 2,5 a 4,4 g/100 partículas, ocurre de acuerdo con ASTM E 313-73 mediante un fotómetro espectral Minolta CM-5. Se ejecutan tres mediciones, de las cuales se determina el valor medio. Se llena una celda de vidrio (de Minolta) con el granulado que va a ser medido (altura de llenado de por lo menos 3 cm). El granulado es compactado mediante compresión de la cabeza de medición del aparato Minolta.

- 45 La medición del Índice de Grado de Blancura de las fibras de poliéster ocurre en un Datacolor DC650, de acuerdo con ISO 18314-1. Para ello se miden las fibras de poliéster en un mechón que cubre, sobre fondo blanco y negro, en cada caso 3 veces. Entre las mediciones, se gira el patrón en cada caso 90 °. A partir del promedio de las 6 mediciones, se determinan los valores Tristimulus X, Y, Z correspondientes a ISO 11664-1. Mediante esto se determina por un lado, de acuerdo con ASTM-E313, el valor amarillo ("Índice de amarillez") y por el otro, de acuerdo con CIE 15.3, el Índice de Grado de Blancura ("blancura").

Preparación del poliéster alifático-aromático

- 50 **Ejemplo (E1) de acuerdo con la invención:**

Para la preparación del poliéster alifático-aromático se mezclan físicamente 180 kg/h de ácido adípico (componente (A)), 200 kg/h de ácido tereftálico (componente (B)) y 290 kg/h de 1,4-butanodiol (componente (C)) a 35 °C. A continuación se transfiere la mezcla de modo continuo a un recipiente de esterificación (concebido por ejemplo como hidrociclón, como se describe por ejemplo en el documento WO 03/042278 A1).

Etapa i)

Mediante la adición de otros 140 kg/h de 1,4-butanodiol (componente (C)) y 0,4 kg/h de tetrabutilortotitanato (TBOT) se esterifica de manera continua la mezcla a una temperatura de 240 °C, con un tiempo de residencia de 1,5 h y una presión de 0,85 bar, para obtener un producto de esterificación. En el producto de condensación que surge se separan por destilación agua así como parte del exceso de 1,4-butanodiol (componente (C)).

Etapa ii)

A continuación se conduce el producto de esterificación obtenido en la etapa i) a una temperatura que incrementa de 250 a 260 °C, un tiempo de residencia de 2 h y una presión que desciende de 300 mbar a 10 mbar, a través de una cascada de flujo descendente (como se describe por ejemplo en el documento WO 03/042278 A1) y se separa por destilación la parte predominante de exceso de 1,4-butanodiol (componente (C)). Al respecto, se preconcentra el producto de esterificación obtenido en la etapa i), para obtener un producto de preconcentración.

Etapa iii)

Después de la adición de 0,2 kg/h de ácido fosforoso disuelto en 1,4-butanodiol (componente (C)) se transfiere el producto de preconcentración en la etapa iii) a un reactor de policondensación (como se describe por ejemplo en el documento EP 0719582) y a una temperatura de 245 °C y a una presión de 1 mbar se postcondensa por otros 45 minutos, para obtener un producto de postcondensación. Se separa por destilación el exceso remanente de 1,4-butanodiol (componente (C)).

Etapa iv)

A continuación de la etapa iii), usando un sistema estático de mezcla se dosifican al producto de postcondensación a 240 °C, 4 kg/h de hexametilendiisocianato (HDI), y en una reacción de poliadición se obtiene el poliéster alifático-aromático. Al respecto, el tiempo de residencia es de 8 minutos. Mediante el uso de una granulación bajo agua se granula el poliéster alifático-aromático, y se seca.

El poliéster alifático-aromático exhibe un Número de viscosidad de 185 cm³/g y pesos moleculares M_w y M_n de 128.000 o 34.000 g/mol. Además, el poliéster alifático-aromático exhibe un Número de ácido de 1,2 mg de KOH/g. El Índice de Grado de Blancura, medido de acuerdo con ASTM E 313-73, del poliéster alifático-aromático es de 33.

Ejemplo (V1) comparativo:

La preparación ocurre de manera análoga al ejemplo (E1) de acuerdo con la invención, excepto que la cantidad de ácido fosforoso es reducida a 0,16 kg/h.

El poliéster alifático-aromático exhibe un Número de viscosidad de 182 cm³/g y pesos moleculares M_w y M_n de 127.000 o 33.000 g/mol. Además, el poliéster alifático-aromático exhibe una tasa de flujo volumétrico en estado fundido de 3,8 cm³/10 min y un Número de ácido de 0,8 mg de KOH/g. El Índice de Grado de Blancura, medido de acuerdo con ASTM E 313-73, del poliéster alifático-aromáticos es de 18.

Tabla 1: Índice de Grado de Blancura de acuerdo con ASTM E313-73 (valores más altos = más blanco/mejor)

Ejemplo	Índice de Grado de blancura ASTM E313-73
E1	33
V1	18

Mediante la mayor adición de ácido fosforoso en la preparación del poliéster E1 de acuerdo con la invención, exhibe éste con ello un mayor Índice de Grado de Blancura comparado con el poliéster del ejemplo V1 comparativo.

Fabricación de las fibras de poliéster

Como poliéster de tereftalato se usó en todos los ensayos de fibra un polietilentereftalato (PET) de la compañía Invista del tipo "RT 20", el cual en los ensayos es abreviado con la denominación "PET RT 20".

Ejemplo (E2) de acuerdo con la invención:

5 Antes del hilado, se seca el poliéster alifático-aromático de acuerdo con E1 durante 8 horas a una temperatura de 80 °C. Antes del hilado, se precristaliza el PET RT 20 durante 8 horas a 120 °C y se seca durante la noche a 160 °C.

Se mezcla PET RT 20 con un poliéster alifático-aromático de acuerdo con la invención, el cual fue obtenido mediante condensación de ácido adípico (componente (A)), ácido tereftálico (componente (B)) y 1,4-butanodiol (componente (C)) de acuerdo con el ejemplo E1, y se funde en un extrusor, para obtener un producto fundido homogéneo. A continuación se extruye el producto fundido homogéneo a través de una boquilla de 24 perforaciones con una criba normal (300 µm) del extrusor, en lo cual se obtienen fibras de poliéster (PF).

La cantidad de polietilentereftalato (PET) usado es de 94 % en peso, la cantidad de poliéster alifático-aromático usado es de 6 % en peso, referidas al peso total del PET RT 20 y del poliéster alifático-aromático. La temperatura de hilado es de 280 °C.

15 En la Tabla 2 se compilan los valores de color determinados en la fibra E2 obtenida.

Ejemplo (V2) comparativo:

Antes del hilado se seca el poliéster alifático-aromático de acuerdo con V1 durante 8 horas a una temperatura de 80 °C. Antes del hilado, se precristaliza el PET RT 20 durante 8 horas a 120 °C y se seca durante la noche a 160 °C.

20 Se mezcla el PET RT 20 con el poliéster V1 alifático-aromático, el cual fue obtenido mediante condensación de ácido adípico (componente (A)), ácido tereftálico (componente (B)) y 1,4-butanodiol (componente (C)) de acuerdo con el ejemplo V1 comparativo, y se funde en un extrusor, para obtener un producto fundido homogéneo. A continuación se extruye el producto fundido homogéneo a través de una boquilla de 24 perforaciones con una criba normal (300 µm) del extrusor, en lo cual se obtienen fibras de poliéster (PF).

25 La cantidad de polietilentereftalato (PET) usado es de 94 % en peso, la cantidad de poliéster alifático-aromático usado es de 6 % en peso, referidas al peso total del polietilentereftalato (PET) y del poliéster alifático-aromáticos. La temperatura de hilado es de 280 °C.

En la Tabla 2 se compilan los valores de color determinados en la fibra V2 obtenida.

Ejemplo (V3) comparativo:

30 Se fabricaron fibras sin adición de un poliéster alifático-aromático a base de PET RT 20.

Antes del hilado se precristalizó el PET RT 20 durante 8 horas a 120 °C y se secó durante la noche a 160 °C.

Se fundió el PET RT 20 en un extrusor, para obtener un producto fundido homogéneo. A continuación se extruyó el producto fundido homogéneo a través de una boquilla de 24 perforaciones con una criba normal (300 µm) del extrusor, en lo cual se obtienen fibras de poliéster (PF). La temperatura de hilado es de 290 °C.

35 Tabla 2: Índice de Grado de Blancura y Valor amarillo de las fibras de poliéster de los ejemplos E2 así como, V2 y V3.

Ejemplo	Índice de Grado de blancura de acuerdo con CIE 15.3 (2004)	Valor amarillo de acuerdo con ASTM E 313
E2	74,2	3,8
V2	60,7	8,5
V3	81,6	2,1

40 Las fibras (E2) de poliéster, que son fabricadas con el poliéster (E1) alifático-aromático de acuerdo con la invención exhiben, respecto a la fibra pura de poliéster de V3 sólo un ligero deterioro del Índice de Grado de Blancura y del Valor amarillo. En contraste con ello, las fibras (V2) de poliéster fabricadas con el poliéster (V1) alifático-aromático tienen claramente un color más fuerte, lo cual puede ser leído en el Valor amarillo

fuertemente elevado y el más bajo Índice de Grado de Blancura. También, para la fibra V2 resulta una coloración amarilla claramente perceptible visualmente, que no es aceptable para una aplicación técnica. Frente a las fibras V3 puras de PET, las fibras E2 de poliéster de acuerdo con la invención exhiben sólo un ligero deterioro del Índice de Grado de Blancura.

REIVINDICACIONES

1. Poliéster alifático-aromático obtenible mediante condensación de por lo menos los componentes (A), (B), (C) así como (D):
 - (A) 40 a 70 % molar, referido a los componentes (A) y (B), de ácido adípico y/o por lo menos un derivado de ácido adípico,
 - (B) 30 a 60 % molar, referido a los componentes (A) y (B), de por lo menos un ácido 1,ω dicarboxílico aromático y/o por lo menos un derivado de ácido 1,ω dicarboxílico,
 - (C) 98 a 102 % molar, referido a los componentes (A) y (B), de por lo menos un 1,ω diol alifático, y
 - (D) 0,01 a 5 % en peso, referido al peso total de los componentes (A) a (C), de por lo menos un agente de alargamiento de cadena,caracterizado porque el poliéster alifático-aromático exhibe un Índice de Grado de Blancura, de acuerdo con ASTM E 313-73, de por lo menos 25, y la condensación comprende las cuatro etapas i) a iv):
 - i) una esterificación continua de una mezcla que contiene los componentes (A), (B) y (C) en presencia de un catalizador para obtener un producto de esterificación,
 - ii) una precondensación,
 - iii) una postcondensación y
 - iv) una reacción de poliadición,en la que al producto de precondensación obtenido en la segunda etapa, después de la etapa ii) de procedimiento y antes y/o durante la etapa iii), se añade 0,03 a 0,04 % en peso de un compuesto de fósforo, referido al peso total del producto de precondensación.
donde el compuesto de fósforo es ácido fosfonoso o ácido fosforoso.
2. Poliéster alifático-aromático de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque el poliéster alifático-aromático exhibe un Índice de Grado de Blancura de acuerdo con ASTM E 313-73 de 25 a 40.
3. Poliéster alifático-aromático de acuerdo con las reivindicaciones 1 o 2, caracterizado porque el poliéster alifático-aromático exhibe un Número de ácido, medido de acuerdo con DIN EN ISO 2114:2002-06, en el intervalo de 1,1 a 1,4 mg de KOH/g.
4. Poliéster alifático-aromático de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque el poliéster alifático-aromático exhibe un Número de viscosidad, de acuerdo con DIN 53728, en el intervalo de 100 a 300 cm³/g.
5. Poliéster alifático-aromático de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque el poliéster alifático-aromático es obtenible mediante condensación de por lo menos los componentes (A), (B), (C) así como (D):
 - (A) 45 a 65 % molar, referido a los componentes (A) y (B), de ácido adípico y/o por lo menos un derivado de ácido adípico,
 - (B) 35 a 55 % molar, referido a los componentes (A) y (B), de por lo menos un ácido 1,ω dicarboxílico aromático y/o por lo menos un derivado de ácido 1,ω dicarboxílico,
 - (C) 99 a 101 % molar, referido a los componentes (A) y (B), de por lo menos un 1,ω diol alifático, y
 - (D) 0,01 a 5 % en peso, referido al peso total de los componentes (A) a (C), de por lo menos un agente de alargamiento de cadena.
6. Poliéster alifático-aromático de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque el componente (B) es ácido tereftálico y/o un derivado de ácido tereftálico.
7. Poliéster alifático-aromático de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque el componente (C) es 1,3-propanodiol y/o 1,4-butanodiol.
8. Poliéster alifático-aromático de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado porque el componente (D) es hexametilendiisocianato.

9. Poliéster alifático-aromático de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado porque la temperatura de transición vítrea (T_g) del poliéster alifático-aromático está en el intervalo de -50 a 0 °C.
10. Procedimiento para la preparación de un poliéster alifático-aromático de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 9, caracterizado porque
- 5 i) en la primera etapa se esterifica de manera continua una mezcla, que contiene los componentes (A), (B) y (C), en presencia de un catalizador, para obtener un producto de esterificación,
- ii) en una segunda etapa se precondensa de manera continua el producto de esterificación obtenido en la primera etapa, hasta un Número de viscosidad de acuerdo con DIN 53728, de 20 a 70 cm³/g para obtener un producto de precondensación,
- 10 iii) en una tercera etapa se postcondensa de manera continua el producto de precondensación obtenido en la segunda etapa, hasta un Número de viscosidad, de acuerdo con DIN 53728, de 60 a 170 cm³/g para obtener un producto de postcondensación, y
- v) en una cuarta etapa en una reacción de poliadición de modo continuo el producto de postcondensación obtenido en la tercera etapa, reacciona con el por lo menos un agente (D) de alargamiento de cadena hasta un
- 15 Número de viscosidad de acuerdo con DIN 53728 de 100 a 300 cm³/g, para obtener el poliéster alifático-aromático,
- en el que al producto de precondensación obtenido en la segunda etapa, después de la etapa ii) de procedimiento, y antes y/o durante la etapa iii) de procedimiento, se añade 0,03 a 0,04 % en peso de un compuesto de fósforo, referido al peso total de producto de precondensación,
- 20 donde el compuesto de fósforo es un ácido fosfónico o fosforoso.
11. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 10, caracterizado porque las etapas i) y ii) son ejecutadas en presencia de un catalizador de titanio.
12. Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 10, caracterizado porque el compuesto de fósforo es ácido fosforoso.
- 25 13. Uso del poliéster alifático-aromático de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 9 para la fabricación de fibras de poliéster (PF).
14. Fibras de poliéster (PF), que en cada caso, referido al peso total de las fibras de poliéster (PF), contienen 80 a 99 % en peso de por lo menos un poliéster de tereftalato,
- 1 a 20 % en peso de por lo menos un poliéster alifático-aromático de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 9, y
- 30 0 a 5 % en peso por lo menos un aditivo (E)
- caracterizadas porque las fibras de poliéster (PF) exhiben un Índice de Grado de Blancura, de acuerdo con CIE 15.3, de por lo menos 65.
15. Fibras de poliéster (PF) de acuerdo con las reivindicaciones 14, caracterizadas porque el por lo menos un poliéster de tereftalato es polietilentereftalato (PET) y/o polibutilentereftalato (PBT).
- 35 16. Poliéster alifático-aromático obtenible de acuerdo con un procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 10 a 12.