



19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 290 707**

51 Int. Cl.:  
**C08G 69/02** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Número de solicitud europea: **04731336 .6**

86 Fecha de presentación : **06.05.2004**

87 Número de publicación de la solicitud: **1625173**

87 Fecha de publicación de la solicitud: **15.02.2006**

54 Título: **Poliamidas.**

30 Prioridad: **14.05.2003 DE 103 21 788**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**16.02.2008**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**16.02.2008**

73 Titular/es: **BASF Aktiengesellschaft  
67056 Ludwigshafen, DE**

72 Inventor/es: **Winterling, Helmut;  
Demeter, Jürgen;  
Deinger, Jürgen;  
Kory, Gad;  
Sötje, Oliver;  
Wilms, Axel;  
Weiss, Robert;  
Krempel, Kurt y  
Benisch, Christoph**

74 Agente: **Carvajal y Urquijo, Isabel**

ES 2 290 707 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).

# ES 2 290 707 T3

## DESCRIPCIÓN

Poliamidas.

5 La presente invención se relaciona con una poliamida cuya reivindicación principal tiene una amina químicamente unida seleccionada del grupo que consiste de 2-metil-1,5-diaminapentano y 1-amino-2-R-ciclopent-1-eno, donde R es un grupo funcional capaz de combinarse con un grupo amino para formar un grupo amida, o mezclas de éstos.

10 La presente invención se relaciona además con un proceso para preparar tal poliamida y también con fibras, películas y moldes que comprenden por lo menos una de tales poliamidas.

15 Las poliamidas, especialmente nylon-6 y nylon-6,6, son polímeros industrialmente importantes. Éstos son típicamente preparados a partir de monómeros adecuados, tales como caprolactama, ácido adípico o hexametilenodiamina, que reacciona en la presencia de agua.

Los polímeros de poliamida son típicamente conformados, por ejemplo en fibras, películas o moldes.

20 Tales fibras o entidades textiles elaboradas de éstas, tales como ropa o tapete, películas o moldes, son teñidas típicamente. Este proceso se puede lograr por ejemplo por medio de baños de tinte en el caso de fibras o de entidades textiles elaboradas de éstas o al imprimir en la cubierta de entidades textiles, películas o moldes.

Es deseable para la poliamida poseer una alta tasa de entintado, con el fin de que la alta tasa de procesamiento se pueda lograr.

25 Es un objeto de la presente invención suministrar una poliamida que tenga una más alta tasa de entintado que las poliamidas de la técnica anterior y también un proceso para preparar tal poliamida.

30 Hemos encontrado que este objeto se logra mediante la poliamida definida al inicio, un proceso para prepararla y también fibras, películas y moldes que comprenden por lo menos una de tales poliamidas.

35 Las poliamidas se deben entender aquí por ser homopolímeros, copolímeros, combinaciones e injertos de poliamidas sintéticas de cadena larga que tienen grupos amida recurrentes en la cadena principal del polímero como un constituyente esencial. Ejemplos de tales poliamidas son el nylon-6 (polycaprolactama), nylon-6,6 (polihexametilenoadipamida), nylon4,6 (politetrametilenoadipamida), nylon-6,10 (polihexametilenosebacamida), nylon-7 (polienantolactama), nylon-11 (poli-undecanolactama), nylon-12 (polidodecanolactama). Así como también poliamidas conocidas por el nombre genérico de nylon, poliamidas que incluyen además las aramidas (poliamidas aromáticas), tales como poli-meta-fenilenoisofalamida (la fibra NOMEX.RTM., Pat. U.S. No. 3,287,324) o poli-para-fenilenoisofalamida (fibra KEVLAR.RTM., Pat. U.S. No. 3,671,542).

40 Las poliamidas pueden en principio ser preparadas mediante dos métodos.

45 En una polimerización de ácidos dicarboxílicos y diaminas y también en una polimerización de ácidos amino o sus derivados, tales como aminocarbonitrilos, aminocarboxamidas, ésteres de aminocarboxilato o sales de aminocarboxilato, los grupos finales amino y carboxilo de los monómeros de partida u oligómeros de partida que reaccionan uno con el otro para formar un grupo amida y agua. El agua se puede remover posteriormente del polímero. En una polimerización de aminocarboxamidas, los grupos finales amino y amida de los monómeros de partida o los oligómeros de partida reaccionan uno con el otro para formar un grupo amida y amonio. El amonio se puede remover posteriormente del polímero. Cuando los ésteres aminocarboxílicos se polimerizan, los grupos finales amino y éster de los monómeros de partida u oligómeros reaccionan uno con el otro para formar un grupo amida y alcohol. El alcohol se puede remover posteriormente de la masa de polímero. En la polimerización de los nitrilos aminocarboxílicos, los grupos nitrilo pueden reaccionar primero con agua para formar grupos amida o carboxilo y las amidas aminocarboxílicas resultantes o los ácidos reaccionan como se describió. Esta reacción de polimerización es conocida de costumbre como policondensación.

55 Una polimerización de lactamas como monómeros de partida u oligómeros de partida es conocida, por costumbre, como una poliadición.

60 Tales poliamidas son obtenibles mediante procesos convencionales, como se describe por ejemplo en la DE-A-14 95 198, DE-A-25 58 480, EP-A-129 196 o en: Polymerization Processes, Interscience, New York, 1977, páginas 424-467, especialmente las páginas 444-446, de monómeros seleccionados del grupo que consiste de lactamas, ácidos omega-aminocarboxílico, omega-aminocarbonitrilos, omega-aminocarboxamidas, sales de omega-aminocarboxilatos, ésteres de omega-aminocarboxilato, mezclas equimolares de diaminas y ácidos dicarboxílicos, ácido dicarboxílico/sales diamina, dinitrilos y diaminas o mezclas de éstos.

65 Los monómeros útiles incluyen:

## ES 2 290 707 T3

Los monómeros u oligómeros de un arilalifático o, preferiblemente una lactama alifática C<sub>2</sub> a C<sub>20</sub>, preferiblemente C<sub>2</sub> a C<sub>18</sub>, tal como enantolactama, undecanolactama, dodecanolactama o caprolactama.

5 Los monómeros u oligómeros de ácidos aminocarboxílicos C<sub>2</sub> a C<sub>20</sub>, preferiblemente C<sub>3</sub> a C<sub>18</sub>, tales como el ácido 6-aminocapróico o el ácido 11-aminoundecanoico, y sales de éstos tales como las sales de metal alcalino, por ejemplo sales de litio, sodio o potasio.

10 Los monómeros u oligómeros de aminocarbonitrilos C<sub>2</sub> a C<sub>20</sub>, preferiblemente C<sub>3</sub> a C<sub>18</sub>, tales como 6-aminocapronitrilo u 11-aminoundecanonitrilo.

Los monómeros u oligómeros de las amidas de amino ácido C<sub>2</sub> a C<sub>20</sub> tales como 6-aminocarponamida u 11-aminoundecanomida.

15 Los ésteres, preferiblemente los ésteres de alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>, tales como metilo, etilo, n-propilo, i-propilo, n-butilo, i-butilo o s-butil ésteres, de ácidos aminocarboxílicos C<sub>2</sub> a C<sub>20</sub>, preferiblemente C<sub>3</sub> a C<sub>18</sub>, tales como los ésteres de ácido 6-aminocapróico, por ejemplo metil 6-aminocaproato, o ésteres de ácido 11-aminoundecanoico, por ejemplo metil 11-aminoundecanoato.

20 Los monómeros u oligómeros de una alquildiamina C<sub>2</sub> a C<sub>20</sub>, preferiblemente C<sub>2</sub> a C<sub>12</sub>, tal como tetrametilenodiamina o, preferiblemente, hexametilenodiamina.

25 Con un ácido dicarboxílico alifático C<sub>2</sub> a C<sub>20</sub>, preferiblemente C<sub>2</sub> a C<sub>14</sub>, o mono o dinitrilos de éstos, tales como ácido sebásico, ácido dodecanodióico, ácido adípico, ácido sebásico dinitrilo, ácido decanoico 1,10-dinitrilo o adiponitrilo.

Los monómeros u oligómeros de una alquildiamina C<sub>2</sub> a C<sub>20</sub>, preferiblemente C<sub>2</sub> a C<sub>12</sub>, tal como tetrametilenodiamina o, preferiblemente, hexametilenodiamina.

30 Con un ácido dicarboxílico aromático C<sub>8</sub> a C<sub>20</sub>, preferiblemente C<sub>8</sub> a C<sub>12</sub> o derivados de éstos, por ejemplo cloruros, tales como ácido naftaleno-2,6-dicarboxílico, preferiblemente ácido isoftálico o ácido tereftálico.

Los monómeros u oligómeros de una alquildiamina C<sub>2</sub> a C<sub>20</sub>, preferiblemente C<sub>2</sub> a C<sub>12</sub>, tal como tetrametilenodiamina o, preferiblemente, hexametilenodiamina,

35 Con un ácido dicarboxílico arilalifático C<sub>9</sub> a C<sub>20</sub>, preferiblemente C<sub>9</sub> a C<sub>18</sub> o derivados de éstos, por ejemplo cloruros, tales como ácido o-, m- o p-fenilenodiacético.

40 Los monómeros u oligómeros de una diamina aromática C<sub>6</sub> a C<sub>20</sub>, preferiblemente C<sub>6</sub> a C<sub>10</sub>, tal como m- o p-fenilenodiamina.

Con un ácido dicarboxílico alifático C<sub>2</sub> a C<sub>20</sub>, preferiblemente C<sub>2</sub> a C<sub>14</sub> o mono o dinitrilos de éstos, tales como ácido sebásico, ácido dodecanodióico, ácido adípico, ácido sebásico dinitrilo, decano-1,10-dinitrilo o adiponitrilo.

45 Los monómeros u oligómeros de una diamina aromática C<sub>6</sub> a C<sub>20</sub>, preferiblemente C<sub>6</sub> a C<sub>10</sub>, tal como m- o p-fenilenodiamina.

Con un ácido dicarboxílico aromático C<sub>8</sub> a C<sub>20</sub>, preferiblemente C<sub>8</sub> a C<sub>12</sub> o derivados de éstos, por ejemplo cloruros, tales como ácido naftaleno-2,6-dicarboxílico, preferiblemente ácido isoftálico o ácido tereftálico.

50 Los monómeros u oligómeros de una diamina aromática C<sub>6</sub> a C<sub>20</sub>, preferiblemente C<sub>6</sub> a C<sub>10</sub>, tal como m- o p-fenilenodiamina.

55 Con un ácido dicarboxílico arilalifático C<sub>9</sub> a C<sub>20</sub>, preferiblemente C<sub>9</sub> a C<sub>18</sub> o derivados de éstos, por ejemplo cloruros, tales como ácido o-, m- o p-fenilenodiacético.

Los monómeros u oligómeros de una diamina arilalifática C<sub>7</sub> a C<sub>20</sub>, preferiblemente C<sub>8</sub> a C<sub>18</sub>, tal como m- o p-xililenodiamina.

60 Con un ácido dicarboxílico alifático C<sub>2</sub> a C<sub>20</sub>, preferiblemente C<sub>2</sub> a C<sub>14</sub> o mono o dinitrilos de éstos, tales como ácido sebásico, ácido dodecanodióico, ácido adípico, ácido sebásico dinitrilo, decano-1,10-dinitrilo o adiponitrilo.

Los monómeros u oligómeros de una diamina arilalifática C<sub>7</sub> a C<sub>20</sub>, preferiblemente C<sub>8</sub> a C<sub>18</sub>, tal como m- o p-xililenodiamina.

65 Con un ácido dicarboxílico aromático C<sub>6</sub> a C<sub>20</sub>, preferiblemente C<sub>6</sub> a C<sub>10</sub> o derivados de éstos, por ejemplo cloruros, tales como ácido naftaleno-2,6-dicarboxílico, preferiblemente ácido isoftálico o ácido tereftálico.

## ES 2 290 707 T3

Los monómeros u oligómeros de una diamina arilalifática  $C_7$  a  $C_{20}$ , preferiblemente  $C_8$  a  $C_{18}$ , tal como m- o p-xililenodiamina.

5 Con un ácido dicarboxílico arilalifático  $C_9$  a  $C_{20}$ , preferiblemente  $C_9$  a  $C_{18}$  o derivados de éstos, por ejemplo cloruros, tales como ácido o-, m- o p-fenilenediacético, y homopolímeros, copolímeros, combinaciones e injertos de tales monómeros de partida u oligómeros de partida.

10 Los oligómeros útiles incluyen, en particular, los dímeros, trímeros, tetrámeros, pentámeros o hexámeros de dichos monómeros o de mezclas de tales monómeros.

15 En una modalidad preferida, la lactama utilizada es carpolactama, la diamina utilizada es tetrametilenodiamina, hexameilenodiamina o sus mezclas y el ácido dicarboxílico utilizado es ácido adípico, ácido sebásico, ácido dodecanodióico, ácido tereftálico, ácido isoftálico o mezclas de éstos. Se le da particular preferencia a la lactama que es caprolactama, la diamina que es hexametilenodiamina y el ácido dicarboxílico siendo ácido adípico o ácido tereftálico o sus mezclas.

20 Se le da particular preferencia a aquellos monómeros de partida u oligómeros de partida que en la polimerización conducen a poliamidas nylon-6, nylon-6,6, nylon-4,6, nylon-6,10, nylon 6,12, nylon-7, nylon-11 o nylon-12 o las aramidas poli-meta-fenilenoisofalamida o poli-para-fenilenoeterftalamida, especialmente a nylon-6 o a nylon-6,6.

25 En una modalidad preferida, las poliamidas se pueden preparar utilizando uno o más reguladores de cadena. Los reguladores de cadena útiles ventajosamente incluyen compuestos que tienen uno o más, tales como dos, tres o cuatro, preferiblemente dos en el caso de los sistemas en la forma de fibras, grupos amino reactivos en formación de poliamida o uno o más, tales como dos, tres o cuatro, preferiblemente dos en el caso de los sistemas en la forma de fibras, grupos carboxilo reactivos en formación de poliamida.

30 El primer caso suministra poliamidas en donde los monómeros y los reguladores de cadena utilizados para preparar dicha poliamida tienen un número mayor de grupos amino, o sus equivalentes, utilizados para formar dicha cadena de polímero que los grupos de ácido carboxílico, o sus equivalentes, utilizados para formar dicha cadena de polímero.

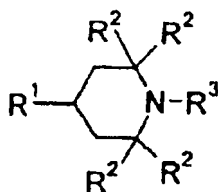
El segundo caso suministra poliamidas en donde los monómeros y los reguladores de cadena utilizados para preparar dicha poliamida tienen un número mayor de grupos de ácido carboxílico, o sus equivalentes, utilizados para formar dicha cadena de polímero que los grupos amino, o sus equivalentes, utilizados para formar dicha cadena de polímero.

35 Los reguladores de cadena útiles incluyen ventajosamente ácidos monocarboxílicos, tales como ácidos alcanocarboxílicos, por ejemplo, ácido acético, ácido propiónico, tal como ácido benceno o naftaleno-monocarboxílico, por ejemplo ácido benzóico, ácidos dicarboxílicos, tales como ácido alquandicarboxílico  $C_4$ - $C_{10}$ , por ejemplo ácido adípico, ácido aseláico, ácido sebásico, ácido dodecanodióico, ácidos cicloalcanodicarboxílicos  $C_5$ - $C_8$ , por ejemplo ácido ciclohexano-1,4-dicarboxílico, ácido benceno o naftalenodicarboxílico, por ejemplo ácido tereftálico, ácido isoftálico, ácido naftaleno-2,6-dicarboxílico, alquilaminas  $C_2$  a  $C_{20}$ , preferiblemente  $C_2$  a  $C_{12}$ , tales como ciclohexilamina, monoaminas aromáticas  $C_6$  a  $C_{20}$ , preferiblemente  $C_6$  a  $C_{10}$ , tales como anilina, o monoaminas arilalifáticas  $C_7$  a  $C_{20}$ , preferiblemente  $C_8$  a  $C_{18}$ , tales como bencilamina, diaminas, tales como alcanodiaminas  $C_4$ - $C_{10}$ , por ejemplo hexame-

45 Los reguladores de cadena pueden ser no sustituidos o sustituidos, por ejemplo mediante grupos alifáticos, preferiblemente los grupos alquilo  $C_1$ - $C_8$ , tales como metilo, etilo, i-propilo, n-propilo, n-butilo, i-butilo, s-butilo, n-pentilo, n-hexilo, n-heptilo, n-octilo, 2-etilhexilo, OH, =O, alcoxi  $C_1$ - $C_8$ , COOH, carbalcoxi  $C_2$ - $C_6$ , aciloxi  $C_1$ - $C_{10}$ , o alquilamino  $C_1$ - $C_8$ , ácido sulfónico o sales de éstos, tal como sales de metal alcalino o alcalino terreo, ciano o halógenos, tales como fluor, cloro, bromo. Ejemplos de reguladores de cadenas sustituidos son ácido sulfoisofáltico y sales de metal alcalino o alcalino terreo de éstos, tales como sales de litio, sodio o potasio, ésteres sulfoisofálticos, por ejemplo con alcanoles  $C_1$ - $C_{16}$ , o ácido sulfoisofáltico mono o diaminas, especialmente con monómeros adecuados para formar poliamidas y llevar por lo menos un grupo amino tal como hexametilenodiamina o ácido 6-aminocarpóico.

50 Los reguladores de cadena preferidos son derivados de piperidina estéricamente impedidos de fórmula

55



65 donde

## ES 2 290 707 T3

R<sup>1</sup> es un grupo funcional capaz de formación de amida con la cadena de polímero de la poliamida, preferiblemente un grupo --(NH)R<sup>5</sup>, en el cual R<sup>5</sup> es hidrógeno o alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>, o un grupo carboxilo, o un derivado carboxilo, o un grupo --(CH<sub>2</sub>)<sub>x</sub>(NH)R<sup>5</sup>, en el cual x es 1 a 6 y R<sup>5</sup> es hidrógeno o alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>, o un grupo --(CH<sub>2</sub>)<sub>y</sub>COOH, en el cual y es 1 a 6, o un derivado de ácido --(CH<sub>2</sub>)<sub>y</sub>COOH, en el cual y es 1 a 6, especialmente un grupo --NH<sub>2</sub>,

R<sup>2</sup> es un grupo alquilo, preferiblemente un grupo alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>, tal como metilo, etilo, n-propilo, i-propilo, n-butilo, i-butilo, s-butilo, t-butilo, especialmente un grupo metilo.

R<sup>3</sup> es hidrógeno, alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> u O--R<sup>4</sup>, en el cual R<sup>4</sup> es hidrógeno o alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>7</sub>, R<sup>3</sup> es hidrógeno en particular.

En tales compuestos, el impedimento estérico usualmente evita que los grupos amino terciarios, y especialmente los grupos amino secundarios, de los sistemas de anillo de piperidina reaccionen.

Un derivado de piperidina estéricamente impedido particularmente preferido es 4-amino-2,2,6,6-tetrametilpiperidina.

Un regulador de cadena puede ser ventajosamente utilizado en cantidades no menores de 0.001 mol %, preferiblemente no menos de 0.01 mol %, especialmente no menos de 0.03 mol % y más preferiblemente no menos de 0.08 mol %, con base en 1 mol de los grupos de amida ácidos de la poliamida.

Un regulador de cadena puede ser ventajosamente utilizado en cantidades de no más de 2.0 mol %, preferiblemente no más de 1 mol %, especialmente no más de 0.6 mol % y más preferiblemente no más de 0.5 mol %, con base en 1 mol de los grupos de amida ácidos de la poliamida.

De acuerdo con la presente invención, la cadena principal de la poliamida contiene una amina químicamente unida seleccionada del grupo que consiste de 2-metil-1,5-diamino-pentano y 1-amino-2-R-ciclopent-1-eno, donde R es un grupo funcional capaz de combinarse con un grupo amino para formar un grupo amida.

Cuando se desee que la presente invención haga referencia a la amina mencionada, el término debe comprender no solamente tal amina sino unas mezclas de tales aminas.

2-Metil-1,5-diaminopentano y los procesos para preparar este compuesto son conocidos. Por ejemplo, 2-metil-1,5-diaminopentano se puede obtener mediante la hidrogenación de 2-metilglutaronitrilo, que a su vez es sub-producido en cantidades apreciables en síntesis de adiponitrilo industrial mediante hidrocianación doble de butadieno.

De acuerdo con la presente invención, R en la amina 1-amino-2-R-ciclopent-1-eno es un grupo funcional capaz de combinar con un grupo amino para formar un grupo amida. Ventajosamente, R es un grupo funcional seleccionado del grupo que consiste de ácido carboxílico (COOH), éter carboxílico, amida carboxílica y nitrilo (CN), especialmente nitrilo, o mezclas de éstos.

Cuando R represente un éster carboxílico, tal como un éster de un aromático y preferiblemente alcohol alifático, especialmente alcohol C<sub>1</sub> a C<sub>16</sub>, es una modalidad particularmente preferida para R ser capaz de representar un éster carboxílico seleccionado del grupo que consiste de metil éster, etil éster, n-propil éster, i-propil éster, n-butil éster, s-butil éster, i-butil éster y t-butil éster o mezclas de éstos, especialmente metil éster.

Cuando R represente amida carboxílica, la amida carboxílica puede ser no sustituida y así R puede representar el grupo CONH<sub>2</sub>, o ser sustituida por uno o dos radicales aromáticos y preferiblemente radicales alifáticos, especialmente los radicales C<sub>1</sub> a C<sub>16</sub>, más preferiblemente seleccionados del grupo que consiste de metilo, etilo, n-propilo, i-propilo, n-butilo, s-butilo, i-butilo o t-butilo o mezclas de éstos, especialmente metilo, tales como N-metilamida o N,N-dimetilamida.

La preparación de amina 1-amino-2-R-ciclopent-1-eno que tiene los significados designados para R es conocida *per se*. Por ejemplo, 1-amino-2-cianociclopent-1-eno se puede obtener mediante ciclización interna de adiponitrilo. Los otros compuestos adecuados se pueden obtener por ejemplo al convertir el grupo ciano en 1-amino-2-cianociclopent-1-eno mediante métodos convencionales, tales como hidrólisis parcial o completa del grupo ciano.

El nivel de amina seleccionado del grupo que consiste de 2-metil-1,5-diaminopentano y 1-amino-2-R-ciclopent-1-eno, donde R es un grupo funcional capaz de combinar con un grupo amino para formar un grupo amida, puede ser ventajosamente no menos de 0.001 mol %, preferiblemente no menos de 0.01 mol %, especialmente no menos de 0.03 mol % y más preferiblemente no menos de 0.08 mol % con base en 1 mol de los grupos de amida ácidos de la poliamida.

El nivel de amina seleccionado del grupo que consiste de 2-metil-1,5-diaminopentano y 1-amino-2-R-ciclopent-1-eno, donde R es un grupo funcional capaz de combinar con un grupo amino para formar un grupo amida, puede ser ventajosamente no más de 2.0 mol %, preferiblemente no más de 1 mol %, especialmente no más de 0.6 mol % y más preferiblemente no más de 0.5 mol % con base en 1 mol de los grupos de amida ácidos de la poliamida.

## ES 2 290 707 T3

Las poliamidas de la presente invención son obtenibles en un proceso que comprende convertir monómeros, oligómeros o mezclas de éstos adecuados para formar una poliamida en la presencia de una amina seleccionada del grupo que consiste de 2-metil-1,5-diaminopentano y 1-amino-2-R-ciclopent-1-eno, donde R es un grupo funcional capaz de combinar con un grupo amino para formar un grupo amida.

5 Las poliamidas de la presente invención se pueden preparar utilizando las condiciones de proceso de costumbre para preparar las poliamidas provenientes de los monómeros correspondientes, como se describe por ejemplo en la DE-A-14 95 198, DE-A-25 58 480, EP-A-129 196, DE-A-19 709 390, DE-A-35 34 817, WO 99/38908, WO 99/43734, WO 99/43732, WO 00/24808, WO 01/56984 o en Polymerization Processes, Interscience, New York, 1977, páginas 10 424-467, especialmente las páginas 444-446.

En una modalidad preferida, la polimerización o policondensación del proceso de acuerdo con la presente invención se puede llevar a cabo en la presencia de por lo menos un pigmento. Los pigmentos preferidos son dióxido de titanio, preferiblemente en la anatasa o forma de cristal rutilo, o compuestos coloreados inorgánicos u orgánicos. Los 15 pigmentos son preferiblemente agregados en una cantidad desde 0 a 5 partes en peso y especialmente de 0.02 a 2 partes en peso, con base en cada caso en 100 partes en peso de poliamida. Los pigmentos se pueden agregar al reactor con los materiales de partida o separadamente de éstos.

Adicionalmente, las poliamidas se pueden preparar no solamente mediante los dos procesos preferidos mencionados, sino también mediante polimerización aniónica.

Un proceso de polimerización aniónica típicamente comprende hacer reaccionar

- 25 a) una lactama o una mezcla de lactamas,  
b) un lactamato o un compuesto que libere un lactamato de una lactama como por a), o mezclas de tales componentes, y  
c) un activador regulador de la polimerización mezclado uno con el otro para obtener una poliamida.

30 Los procesos para la polimerización aniónica de lactamas, también conocido como polimerización alcalina de lactamas, y también los compuestos adecuados a), b) y c) son el conocimiento general común, por ejemplo de las Pat. U.S. Nos. 3,3,206,418, 3,207,713, 3,494,999, 3,793,255, 4,233,433, 4,393,193, 4,503,014, 5,747,634, WO-A-00/58387, WO-A-01/49906, International Polymer Processing 16(2)-(2001) 172-182 or Fourne, Synthetische Fasern, Carl Hanser Verlag, Munich/Viena, 1995, páginas 38-39.

Las poliamidas de la presente invención pueden ser ventajosamente utilizadas para producir fibras, películas y moldes que comprenden una poliamida o, más específicamente, que consisten de tal poliamida.

### 40 Ejemplos

La viscosidad de la solución reportada en los ejemplos se midió como la viscosidad de la solución relativa en ácido sulfúrico al 96% de acuerdo con la DIN 51562-1 a -4.

45 Específicamente, 1 g de polímero se pesó por 100 ml de solución y el tiempo de flujo se midió en un viscosímetro Ubbelohde contra el solvente puro.

#### Ejemplo de la invención 1

50 En un recipiente de presión, 500 kg (4 419 mol) de caprolactama, 50 kg de agua completamente libre de ión y 1 046 g (9 mol) de 2-metil-1,5-diaminopentano se calentaron bajo nitrógeno a una temperatura interna de 270°C., inmediatamente después se descendió a atmosférica durante una hora, suplementariamente condensada durante 60 minutos y descargada. La poliamida descargada se extrajo, se secó y se trató con calor en el estado sólido a una viscosidad en solución relativa de  $RV = 2.70$ .

#### 55 Ejemplo comparativo 1

El ejemplo de la invención 1 se repitió excepto que 1 046 g (9 mol) de hexametileno-diamina se agregaron en lugar de 2-metil-1,5-diaminopentano. La viscosidad de la solución después de tratamiento con calor fue  $RV = 2.71$ .

#### 60 Ejemplo de la invención 2

El ejemplo de la invención 1 se repitió excepto que 973 g (9 mol) de 1-amino-2-cianociclopent-1-eno se agregaron en lugar de 2-metil-1,5-diaminopentano. La viscosidad de la solución después del tratamiento con calor fue  $RV = 2.69$ .

65

## ES 2 290 707 T3

### Ejemplo comparativo 2

El ejemplo de la invención 1 se repitió excepto que 1 081 g (9 mol) de ácido 6-aminocaprónico se agregaron en lugar de 2-metil-1,5-diaminopentano. La viscosidad de la solución después del tratamiento con calor fue  $RV = 2.70$ .

### Ejemplo 3

Los polímeros de los ejemplos de la invención 1 y 2 y de los ejemplos comparativos 1 y 2 fueron girados en una hilaza estándar con perfil de 12 filamentos redondos con 44 dtex a 5 500 m/min sobre una planta de giro piloto Inventa mediante el proceso H4S en configuraciones de máquina idénticas. La proporción de arrastre fue 1.40:1. Las hilazas producidas así fueron cada una procesadas sobre una máquina de tejido circular Lawson Hemphill FAK 3.5 en un tubo de tejido que tiene el mismo peso de la hilaza. Los especímenes de tubo de tejido del ejemplo de la invención 1 y el ejemplo comparativo y también del ejemplo de la invención 2 y el ejemplo comparativo 2 fueron cada uno entintados conjuntamente en un baño de tinte simple con un tinte metalizado comercialmente disponible (0.3% de Acidol negro MSRL, proporción de licor 20:1, 1.0% de Uniperol AC, pH 7, temperatura de partida 40°C, calentamiento a 98°C a 1.5°/min, 60 min a 98°C, enjuagando con agua caliente, secando). La profundidad relativa del tono (intensidad del color) de los dos tejidos fue subsecuentemente determinada utilizando un espectrofotómetro C22S Optronic Colorflash mediante el método Kubelka-Munk en línea con el DIN 53234 "Determinación relativa de la intensidad del color".

TABLA 1

*Intensidad de color relativa de hilazas [%] después de entintado competitivo*

Ejemplo 1	Ejemplo Comparativo 1	Ejemplo 2	Ejemplo Comparativo 2
250	100*	260	100*
*Estandarizado al 100%			

La Tabla 1 revela que las hilazas producidas de las poliamidas de los ejemplos de la invención 1 y 2 son entintadas con profundidad distinta en un entintado competitivo con hilazas de las poliamidas provenientes de los ejemplos comparativos respectivos 1 y 2.

Para lograr una profundidad predeterminada del tono sobre las hilazas, las hilazas provenientes de las poliamidas como en los ejemplos de la invención 1 y 2, de acuerdo con ello, necesitan tiempo de residencia más cortos en los baños de tinte en virtud de su más alta proporción de entintado que las hilazas de poliamidas de acuerdo con la técnica anterior. Así, unas velocidades de procesamiento mayores se logran cuando las hilazas entintadas provenientes de las poliamidas de acuerdo con los ejemplos de la invención 1 y 2 que para las hilazas provenientes de las poliamidas de acuerdo con la técnica anterior. Fue un objeto de la presente invención suministrar una poliamida que tuviera una proporción más alta de entintado que las poliamidas de la técnica anterior y también un proceso para preparar tal poliamida.

## ES 2 290 707 T3

### REIVINDICACIONES

- 5 1. Una poliamida cuya cadena principal comprende 1-amino-2-R-ciclopent-1-eno químicamente unida, donde R es un grupo funcional capaz de combinarse con un grupo amino para formar un grupo amida.
2. La poliamida de acuerdo a la reivindicación 1 en donde R se selecciona del grupo que consiste de ácido carboxílico, éster carboxílico, amida carboxílica y nitrilo.
- 10 3. La poliamida de acuerdo a la reivindicación 1 en donde R representa nitrilo.
4. La poliamida de acuerdo a la reivindicación 1 en donde R representa ácido carboxílico.
5. La poliamida de acuerdo a la reivindicación 1 en donde R representa éster carboxílico.
- 15 6. La poliamida de acuerdo a la reivindicación 5 en donde R representa un éster carboxílico seleccionado del grupo que consiste de metil éster, etil éster, n-propil éster, i-propil éster, n-butil éster, s-butil éster, i-butil éster y t-butil éster.
- 20 7. La poliamida de acuerdo a la reivindicación 1 en donde la cadena principal de dicha poliamida comprende 2-metil-1,5-diaminopentano químicamente unido.
8. La poliamida de acuerdo a cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7 en donde la cadena principal de dicha poliamida comprende 1-amino-2-R-ciclopent-1-eno químicamente unido, donde R es un grupo funcional capaz de combinarse con un grupo amino para formar un grupo amida, a un nivel en el rango de 0.001 mol % a 2 mol %, con base en 1 mol de grupos amida ácidos de dicha poliamida.
- 25 9. Un proceso para preparar una poliamida, que comprende convertir los monómeros adecuados para formar una poliamida en una poliamida en la presencia de 1-amino-2-R-ciclopent-1-eno, donde R es un grupo funcional capaz de combinarse con un grupo amino para formar un grupo amida, de acuerdo a cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8.
- 30 10. Un proceso para preparar una poliamida, que comprende convertir los oligómeros adecuados para formar una poliamida en una poliamida en la presencia de 1-amino-2-R-ciclopent-1-eno, donde R es un grupo funcional capaz de combinarse con un grupo amino para formar un grupo amida, de acuerdo a cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8.
- 35 11. Fibras, películas y moldes que comprenden una poliamida de acuerdo a cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8.
- 40
- 45
- 50
- 55
- 60
- 65