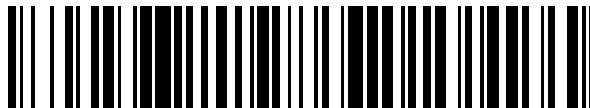


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 927 349**

51 Int. Cl.:

**D01F 6/82**

(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **03.07.2014 PCT/IB2014/062833**

87 Fecha y número de publicación internacional: **08.01.2015 WO15001515**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **03.07.2014 E 14755149 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **29.06.2022 EP 3017096**

54 Título: **Método para producir un hilo sintético con alta recuperación de humedad e hilo obtenido**

30 Prioridad:

**04.07.2013 IT FI20130162**

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

**04.11.2022**

73 Titular/es:

**GOLDEN LADY COMPANY S.P.A. (100.0%)  
Via G. Leopardi 3/5  
46043 Castiglione delle Stiviere (MN), IT**

72 Inventor/es:

**GRASSI, NERINO y  
ZALTIERI, MAURO**

74 Agente/Representante:

**ISERN JARA, Jorge**

**ES 2 927 349 T3**

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

## DESCRIPCIÓN

Método para producir un hilo sintético con alta recuperación de humedad e hilo obtenido

5 CAMPO TÉCNICO

La presente invención se refiere al campo de la producción de artículos textiles y en particular a la producción de artículos textiles tricotados, artículos textiles tejidos, artículos textiles no tejidos y cualquier otro producto textil que use hilos, filamentos o fibras.

10 Más en particular, la invención se refiere a mejoras en los métodos para producir artículos textiles sintéticos basados en poliamida.

15 Estado de la técnica

La producción de fibras e hilos sintéticos es un sector muy importante de la industria de polímeros actual. Las fibras e hilos sintéticos se usan para producir productos textiles para usos industriales, por ejemplo, en las industrias de la automoción y el mobiliario. Las fibras sintéticas también se usan ampliamente en el sector de la confección para producir, por ejemplo, artículos tricotados tales como calcetines y medias. Las fibras usadas de forma particularmente amplia en el sector textil son las fibras basadas en poliamida, habitualmente nailon 6 (en lo sucesivo en el presente documento también "poliamida 6") y nailon 6,6 (en lo sucesivo en el presente documento también "poliamida 6,6"). Estas fibras también presentan ventajas considerables con respecto a las fibras naturales, tales como menores costes de producción, mayor resistencia tanto durante la producción como durante la conversión, y en el uso final. Además, el proceso de producción de fibras sintéticas es más respetuoso con el medio ambiente, dado que el impacto medioambiental derivado de la producción de fibras sintéticas es menor con respecto al impacto debido a la producción de fibras de origen natural. En particular, en lo que respecta a la producción de fibras de origen natural, la producción de fibras sintéticas supone menor consumo de energía y de agua.

30 No obstante, las fibras sintéticas presentan algunas desventajas con respecto a las fibras naturales, en particular son menos agradables al tacto, lo que en numerosos casos conduce al consumidor a elegir fibras de origen natural, en particular para los productos en contacto directo con el cuerpo.

A lo largo de los años, se han realizado varios intentos para mejorar este aspecto de las fibras sintéticas, en particular dirigidos a aumentar su capacidad hidrófila, por aumento de su tasa de recuperación de humedad.

35 Por ejemplo, se han realizado algunos intentos para incorporar segmentos de poliéter a poliamidas con el objetivo de aumentar la calidad de las fibras o de los hilos obtenidos por extrusión de estos polímeros.

40 La propiedad deseada de hidrofilia en los hilos de nailon (poliamidas) para uso en el sector textil se imparte en la actualidad por incorporación de grupos oxietileno (-OCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-) a la poliamida. Las poliamidas modificadas de este modo pueden requerir cambios en las condiciones de polimerización y pueden presentar problemas en las etapas de extrusión e hilado.

45 El documento de Patente WO-A-2014/057364 desvela métodos para producir hilos textiles de confección que presentan mayor recuperación de humedad usando polieteramina en la fabricación de filamentos de nailon. Se desvelan otros métodos para producir un polímero termoplástico con mayor hidrofilia en el documento de Patente US 2004/0242788.

50 Aún existe la necesidad de un método eficaz para producir hilos o fibras sintéticos con mayores capacidades de recuperación de humedad, que sean fáciles de hilar y convertir posteriormente para producir artículos textiles de diversos tipos.

Sumario de la invención

55 La presente invención se refiere a métodos para producir fibras, hilos o filamentos sintéticos basados en poliamida con alta capacidad de recuperación de humedad, es decir, altas propiedades hidrófilas. El método se define en la reivindicación 1. Las reivindicaciones dependientes se refieren a realizaciones y características ventajosas adicionales del método.

60 En el contexto de la presente descripción y de las reivindicaciones anexas, se usará frecuentemente el término "hilo". Este término pretende designar un artículo textil genérico que puede comprender hilos continuos o discontinuos, es decir, fibras cortadas o hilos continuos obtenidos por hilado de fibras, es decir, elementos discontinuos. Las fibras cortadas pueden obtenerse a su vez mediante el procesamiento de hilos continuos obtenidos por extrusión.

65 El artículo textil puede ser un monofilamento o multifilamento, es decir, formado por uno o más filamentos.

El artículo textil puede ser monocomponente, es decir, que consiste en un único componente que forma la totalidad de la sección transversal del hilo. El artículo textil también puede ser multicomponente, en particular bicomponente, es decir, que consiste en la combinación de dos componentes diferentes, por ejemplo dispuestos uno en el interior del otro, con un núcleo hecho de un componente y la cubierta o capa exterior hecha de un componente diferente. El hilo bicomponente también puede comprender los dos componentes situados uno al lado del otro, en lugar de uno en el interior del otro.

Básicamente, el método descrito en el presente documento para producir un hilo sintético basado en poliamida con alta capacidad de recuperación de humedad comprende las etapas de: hacer reaccionar poliamida y polieteramina que tiene un peso molecular de al menos 1500 en las condiciones desveladas en la reivindicación 1 para obtener una poliamida modificada que contiene polieteramina para aumentar la recuperación de humedad de la poliamida; y generar un hilo a partir de una masa fundida de dicha poliamida modificada. La poliamida modificada tiene al menos algunos grupos carboxilo sustituidos con polieteramina.

Como se describirá con mayor detalle posteriormente, las dos etapas de producción de la poliamida modificada y de producción del hilo pueden realizarse por separado, produciendo en primer lugar una poliamida modificada, opcionalmente en forma de virutas, y posteriormente, en una etapa de operación diferente, usando las virutas en un proceso de extrusión y producción del hilo. En otras realizaciones, las dos etapas pueden combinarse y realizarse en un único sistema o planta, alimentando poliamida y polieteramina, opcionalmente en combinación con otros componentes, a un sistema de extrusión con una hilera donde se generan uno o más filamentos para producir el hilo sintético.

La reacción se facilita usando uno o más aditivos, tales como un prolongador de cadena, un injertador, o similar. La reacción puede tener lugar en una etapa de producción separada. A continuación, la poliamida modificada puede suministrarse a un proceso de extrusión para convertirla en hilos de mono o multifilamento, por ejemplo fundiendo la poliamida modificada en virutas y extruyendo el material fundido a través de una hilera adecuada, con técnicas que derivan sustancialmente de la tecnología para producir hilos sintéticos para uso textil.

Se ha descubierto que una poliamida modificada con esta estructura tiene un grado de recuperación de humedad que es sustancialmente mayor que las poliamidas de la técnica anterior. Los hilos de mono o multifilamento, que consisten al menos parcialmente en una poliamida modificada obtenida con el método descrito en el presente documento, tienen una recuperación de humedad comparable o mayor que los hilos obtenidos con fibras naturales, por ejemplo, algodón, y características técnicas, mecánicas, de tinción y otras características que los hacen compatibles con el uso para la producción de artículos textiles, tanto en el campo de la confección como en otros campos, tales como las industrias de la automoción y el mobiliario y similares.

En algunas realizaciones, el método proporciona poner en contacto la poliamida y la polieteramina directamente en un dispositivo de extrusión. El dispositivo de extrusión puede comprender una o más extrusoras en serie. De este modo, los dos componentes reaccionan entre sí durante la extrusión en las condiciones desveladas en la reivindicación 1, obteniendo a la salida del dispositivo de extrusión un hilo o una pluralidad de filamentos de poliamida modificada, producidos a partir de las reacciones entre los componentes.

La polieteramina tiene preferentemente un AHEW (peso equivalente de hidrógeno de amina) que no excede en más de un 10 % el AHEW idealizado de la polieteramina. El término (AHEW) se define como el peso molecular de la polieteramina dividido por el número de hidrógenos de amina activos por molécula. Por ejemplo, una polieteramina idealizada, que tiene un peso molecular de 2000 y en la que todos los extremos del poliéter son extremos amino, que por tanto contribuye con 4,0 hidrógenos de amina activos por molécula, tendría un AHEW de 500 g por equivalente. Si un 10 % de los extremos son hidroxilo en lugar de amino, solo habrá 3,6 hidrógenos de amina activos por molécula y la polieteramina tendrá un AHEW de 556 g por equivalente.

El número de hidrógenos de amina activos por molécula, y por tanto el AHEW, de una polieteramina dada puede calcularse de acuerdo con técnicas convencionales y del estado de la técnica, por ejemplo, calculando el contenido de nitrógeno de grupos amino usando el procedimiento descrito en la norma ISO 9702.

En realizaciones particularmente ventajosas, la polieteramina es una polieterdiamina que tiene preferentemente un peso molecular mayor o igual que 1500 y un AHEW que no excede en más de un 10 % el AHEW idealizado para esta polieteramina.

En general, la poliamida puede ser un polímero ácido (aniónico) o básico (catiónico) con capacidad de tinción. En realizaciones particularmente ventajosas, la poliamida puede ser, por ejemplo, nailon 6,6 (polihexametilenadipamida). En otras realizaciones, la poliamida puede ser nailon 6, es decir, poli( $\epsilon$ -caprolactama). En otras realizaciones más, la poliamida puede ser un copolímero de nailon 6 y nailon 6,6.

La poliamida puede dosificarse en el dispositivo de extrusión, por ejemplo, en forma de virutas, como se usa habitualmente en la producción de hilos sintéticos basados en nailon. La polieterdiamina puede dosificarse en forma

líquida.

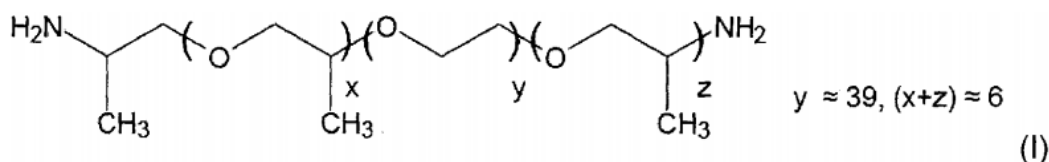
5 Ventajosamente, la cantidad de los dos componentes mencionados anteriormente se dosifica de modo que la cantidad de poliamida esté comprendida preferentemente entre un 50 % y un 98 % en peso. En otras realizaciones, el porcentaje de poliamida puede estar comprendido entre un 50 % y un 95 % en peso, por ejemplo entre un 70 % y un 95 % en peso. En realizaciones ventajosas, el porcentaje de poliamida está comprendido entre un 85 % y un 93 %. Se ha de entender que todos los valores de los intervalos definidos anteriormente y cada subintervalo contenido en los intervalos definidos anteriormente están incluidos en la presente divulgación.

10 Teóricamente, si toda la poliamida reaccionara con la polieteramina, se encontrarían porcentajes análogos en el producto acabado. Se pueden determinar desviaciones de los intervalos de dosificación indicados anteriormente en el producto final por reacción incompleta de la polieteramina o formación de productos secundarios diferentes de la poliamida modificada.

15 En algunas realizaciones, la polieteramina puede ser una alquilpolieteramina.

20 En algunas realizaciones, la polieteramina es una polieterdiamina, tal como Elastamine® RE-2000 producida y comercializada por Huntsman International LLC. Esta polieterdiamina tiene un peso molecular promedio de 2000 y un AHEW de 505 g por equivalente, y por tanto no excede en más de un 10 % el AHEW idealizado, en este caso de 500 g por equivalente.

De acuerdo con algunas realizaciones, la polieterdiamina es un copolímero de óxido de propileno y óxido de etileno con la siguiente estructura:



25 donde  $y \approx 39$  es el número de moléculas de óxido de etileno y  $x + z \approx 6$  es el número de moléculas de óxido de propileno.

30 En otras realizaciones, la polieteramina puede ser un copolímero de  $\alpha,\omega$ -diamina poli(oxialquileno-co-oxialquileno éter), por ejemplo, del tipo descrito en el documento de Patente US 2012/0065362.

35 La polieteramina puede tener un peso molecular que dependa, por ejemplo, de las propiedades deseadas a obtener en el polímero extruido después de la reacción entre poliamida y polieteramina. El peso molecular de la polieteramina es 1500 o superior. En algunas realizaciones, el peso molecular de la polieteramina puede ser igual a 1800, o igual a 2000. En otras realizaciones, el peso molecular puede ser mayor que 2000, por ejemplo mayor o igual que 2200, mayor o igual que 2500 e incluso hasta al menos 5000.

40 La cantidad de polieteramina en el polímero acabado, obtenido por extrusión, puede estar comprendida entre un 1 % y un 30 %, por ejemplo entre un 2 % y un 20 %, preferentemente entre un 5 % y un 15 % en peso, por ejemplo entre un 8 % y un 12 %. Se ha de entender que la presente divulgación también comprende todos los valores de los intervalos definidos anteriormente y cada subintervalo contenido en los intervalos definidos anteriormente.

45 La poliamida utilizable en el método descrito puede tener un peso molecular comprendido, por ejemplo, entre 8.000 y 18.000. En algunas realizaciones, la poliamida tiene un peso molecular comprendido entre 9.000 y 15.000, por ejemplo, entre 10.000 y 14.000 UMA.

50 En una posible realización, la poliamida puede tener un número de grupos amino terminales ( $\text{NH}_2$ ) igual al número de grupos carboxilo terminales ( $\text{COOH}$ ), por ejemplo, en ambos casos igual a 47.

55 De acuerdo con algunas realizaciones, el método descrito puede usar una poliamida con un número de grupos amino terminales menor que el número de grupos carboxilo terminales. En algunas realizaciones, la cantidad de grupos amino terminales (AEG) está comprendida entre 5 y 60 meq/kg. En realizaciones preferentes, la poliamida tiene un AEG inferior a 55, comprendido ventajosamente entre 5 y 45 meq/kg. En algunas realizaciones, la poliamida se caracteriza por un AEG entre 5 y 35. En algunas realizaciones, el número de grupos carboxilo terminales (CEG) está comprendido entre 40 y 200 meq/kg. En algunas realizaciones particularmente ventajosas, se usa una poliamida con un CEG comprendido entre 80 y 100.

El número total de grupos terminales (TEG) está comprendido ventajosamente entre 5 y 155 meq/kg.

De acuerdo con algunas realizaciones, la poliamida puede tener una viscosidad relativa comprendida entre 2 y 3 y preferentemente entre 2,2 y 2,8 (medida en ácido sulfúrico al 95,7 %).

5 Como resultará evidente posteriormente, un número de grupos carboxilo terminales mayor que el número de grupos amino terminales puede permitir la unión de una mayor cantidad de moléculas de polieteramina en el polímero final.

10 En realizaciones ventajosas, la reacción entre polieteramina y poliamida puede tener lugar a temperaturas comprendidas entre 220 y 350 °C, en un recipiente de reacción opcionalmente presurizado. Si la reacción tiene lugar directamente en una o más extrusoras, estas pueden alcanzar temperaturas internas comprendidas entre los valores indicados anteriormente en las áreas en las que tienen lugar contacto y reacción entre polieteramina y poliamida.

15 El hilo obtenido de la extrusión del polímero de acuerdo con el método descrito en el presente documento puede ser un hilo textil de multifilamento de tipo LOY (hilo de baja orientación), POY (hilo parcialmente orientado), o FDY (hilo completamente estirado).

Como se ha mencionado, el filamento puede ser continuo y usarse como tal, o dividirse en fibras cortadas, por ejemplo, de una longitud comprendida entre 10 y 100 mm.

20 Las fibras cortadas pueden convertirse en hilos continuos usando procesos de hilado conocidos.

De acuerdo con un aspecto adicional, las fibras cortadas pueden usarse para producir telas no tejidas, formando redes de fibras que se someten posteriormente a procesos de unión mecánica, hidráulica, química o térmica, o combinaciones de los mismos.

25 Los hilos pueden usarse en procesos de tejido, procesos de tricotado o para otros usos.

30 Los hilos producidos con el procedimiento descrito anteriormente pueden procesarse posteriormente para modificar sus características físicas y mecánicas. En algunas realizaciones, los hilos pueden combinarse con otros hilos para obtener artículos compuestos. En algunas realizaciones, los hilos obtenidos de la hilera pueden texturizarse, taslanizarse, estirarse, combinarse con hilos elastoméricos, por ejemplo, mediante un dispositivo de inyección de entrelazado o cobertura, u otros dispositivos adecuados.

35 Como se ha indicado anteriormente, el hilo puede ser monocomponente. En este caso, el filamento o filamentos que lo forman consisten en el mismo material. En otras realizaciones, el hilo puede ser multicomponente, por ejemplo bicomponente. En este caso, uno, alguno o cada filamento que forma el hilo comprende dos partes formadas por dos polímeros diferentes. En algunas realizaciones, el filamento comprende un núcleo interior y un revestimiento exterior (fibra bicomponente "núcleo-cubierta") producidos con diferentes polímeros. De acuerdo con posibles realizaciones, la parte exterior, o cubierta, que rodea el núcleo interior puede producirse con un polímero que tiene alta recuperación de humedad que contiene poliamida o polieteramina, mientras que el núcleo puede producirse con un polímero diferente, por ejemplo, una poliamida sin moléculas de polieteramina. En algunas realizaciones, un núcleo de nailon 6 o nailon 6,6 puede extruirse con una cubierta de poliamida y polieteramina producida como se describe en el presente documento.

45 En algunas realizaciones, la fibra bicomponente puede tener un segundo componente que consiste en o comprende polipropileno o poliuretano termoplástico, o poliéster, por ejemplo poli(tereftalato de etileno) o poli(tereftalato de butileno).

50 En otras realizaciones, los dos componentes que forman cada filamento pueden disponerse entre sí uno al lado del otro (fibra bicomponente "lado a lado"), en lugar de uno introducido en el interior del otro.

Se conocen cabezales de extrusión para producir fibras multicomponentes, en particular fibras bicomponentes, y pueden usarse ventajosamente en el contexto del presente método.

55 En algunas realizaciones, pueden producirse fibras bicomponentes en las que de un 10 % a un 95 % en peso, preferentemente de un 50 % a un 80 % en peso, del polímero que las componen es un polímero que contiene poliamida y polieteramina, mientras que la parte restante consiste en poliamida, o un polímero de otro tipo, por ejemplo, polipropileno.

60 En algunas realizaciones, el hilo se extruye con un número de filamentos comprendido entre 1 y 300.

De acuerdo con algunas realizaciones, el hilo tiene una densidad lineal comprendida entre 5 y 6000 dtex. En realizaciones ventajosas, el hilo tiene un valor de DPF (dtex por filamento) comprendido entre 0,5 y 20.

65 En algunas realizaciones particularmente ventajosas, el hilo tiene un número de filamentos comprendido entre 1 (filamento individual) y 100, preferentemente entre 30 y 60 y una densidad lineal comprendida entre 7 y 140 dtex,

preferentemente entre 40 y 60 dtex. En algunas realizaciones, el polímero se extruye con una velocidad de extrusión entre 20 y 80 cm/s. Los filamentos que salen de la hilera pueden enfriarse ventajosamente de forma conocida, por ejemplo, en una corriente de aire.

5 En esta etapa, los filamentos individuales se enfrían con un flujo lateral de aire y se hacen converger hacia y a través de un lubricador para combinarse de ese modo para formar un hilo de multifilamento. Corriente abajo, el hilo puede alimentarse alrededor de uno o más rodillos de estiramiento y/o distensión y/o estabilización, monitorizados y controlados a velocidades periféricas que pueden diferir entre sí para obtener el hilo con el grado requerido y deseado de estiramiento y/u orientación.

10 En algunas realizaciones, el hilo se somete a una elongación comprendida entre un 20 % y un 60 %.

Finalmente, el hilo se bobina para formar un carrete o bobina. La velocidad de bobinado puede estar comprendida, por ejemplo, entre 1.000 y 5.500 m/min.

15 En lo sucesivo en el presente documento se describen características y realizaciones ventajosas adicionales de la invención y se indican en las reivindicaciones anexas, que forman parte integral de la presente descripción. La breve descripción proporcionada anteriormente identifica características de las diversas realizaciones de la presente invención para que la siguiente descripción detallada pueda entenderse mejor y para que las presentes contribuciones a la técnica puedan apreciarse mejor. Naturalmente, existen otras características de la invención que se describirán posteriormente y se establecerán en las reivindicaciones anexas. Con referencia a esto, antes de ilustrar diferentes realizaciones de la invención con detalle, se ha de entender que las diversas realizaciones de la invención no están limitadas en su aplicación a los detalles estructurales y las disposiciones de componentes descritos en la siguiente descripción o ilustrados en los dibujos. La invención puede implementarse en otras realizaciones e implementarse y ponerse en práctica de diversas formas. Además, se ha de entender que la fraseología y terminología empleada en el presente documento es meramente con fines descriptivos y no se debe considerar limitante.

20 Por tanto, los expertos en la materia entenderán que el concepto en el que se basa la descripción puede usarse fácilmente como base para diseñar otras estructuras, otros métodos y/u otros sistemas para implementar los diversos objetivos de la presente invención. Por consiguiente, es importante considerar que las reivindicaciones incluyen las estructuras equivalentes que no se apartan del ámbito y del alcance de las reivindicaciones.

#### 35 Breve descripción de los dibujos

La invención se entenderá mejor gracias a la siguiente descripción y a los dibujos anexas, que muestran una realización práctica no limitante de la unidad de acuerdo con la invención. Más en particular, en los dibujos: las Figuras 1 a 6 muestran diagramas de un sistema para la producción de un hilo con el método de la presente descripción en seis realizaciones.

#### 40 Descripción detallada de una realización

45 La siguiente descripción detallada de ejemplos de realizaciones se refiere a los dibujos anexas. Los mismos números de referencia en diferentes dibujos identifican elementos idénticos o similares. Además, los dibujos no son necesariamente a escala. Además, la siguiente descripción detallada no limita la invención. En su lugar, el alcance de la invención está definido por las reivindicaciones anexas.

50 La referencia en toda la descripción a "una realización" o "la realización" o "algunas realizaciones" significa que una característica, estructura o elemento particular descrito con respecto a una realización está incluido en al menos una realización de la materia objeto descrita. Por tanto, la expresión "en una realización" o "en la realización" o "en algunas realizaciones" en diversos puntos de la descripción no se refiere necesariamente a la misma realización o realizaciones. Además, las características, estructuras o elementos particulares pueden combinarse de cualquier forma adecuada en una o más realizaciones.

55 El diagrama de la Figura 1 muestra un sistema o dispositivo para producir un hilo sintético de acuerdo con una realización del método de la presente invención. El número 1 indica el sistema en su conjunto. Comprende una primera extrusora 3 que se alimenta con un polímero que proviene de un tanque 5 a lo largo de una línea de alimentación 4.

60 El polímero puede ser una poliamida (nailon) 6,6, una poliamida 6, u otro polímero definido anteriormente. En lo sucesivo, la alimentación de polímero en 4 se indica simplemente como nailon o poliamida 6,6, entendiéndose que en otras realizaciones pueden usarse otros polímeros.

65 En algunas realizaciones, la extrusora 3 puede comprender un husillo individual. En otras realizaciones, puede usarse una extrusora 3 de doble husillo.

Se alimenta una polieteramina a lo largo de la ruta de alimentación del polímero, por ejemplo, una polieterdiamina de fórmula (I). El número 6 indica genéricamente un tanque de la polieteramina, que se dosifica mediante una bomba 7 y se alimenta a lo largo de las líneas 8, 8A, 8B, 8C a la extrusora.

5 Ventajosamente, la polieterdiamina se inyecta a la extrusora en un área corriente abajo del punto de alimentación de polímero, con respecto a la dirección de alimentación del polímero en la extrusora. En algunas realizaciones, la polieteramina se inyecta en un solo punto de la extrusora. En realizaciones mejoradas, la polieteramina se inyecta a la extrusora en una pluralidad de puntos o posiciones, dispuestos en secuencia a lo largo de la ruta de extrusión. De este modo, el polímero se disuelve al menos parcialmente antes de entrar en contacto con la polieteramina. El diagrama de la Figura 1 indica un sistema con tres puntos de inyección de la polieteramina en la cámara de la extrusora, pero se ha de entender que esta es solo una posible realización ejemplar y que el número de puntos de inyección de la polieteramina puede diferir.

15 En el área final de la extrusora 3, la poliamida se mezcla con la polieteramina.

La mezcla obtenida se alimenta a una segunda extrusora 11 a lo largo de una línea 9. En algunas realizaciones, la mezcla de polieteramina y poliamida que proviene de la primera extrusora 3 se inyecta en uno o, preferentemente, en una pluralidad de puntos o posiciones a lo largo de la ruta de alimentación de la segunda extrusora, como se representa esquemáticamente en 9A, 9B, 9C en la Figura 1. El número de puntos o posiciones de inyección de la poliamida y polieteramina en la segunda extrusora puede ser variable. En el ejemplo representado esquemáticamente se proporcionan tres posiciones de inyección, pero se ha de entender que esta es solo una de las posibles configuraciones del sistema.

25 Se alimenta una dosis medida adicional de poliamida a la segunda extrusora 11 desde un segundo tanque 13 a través del sistema de dosificación 15.

30 En algunas realizaciones, la poliamida alimentada desde el tanque 13 a la segunda extrusora 11 es la misma que la poliamida del tanque 5. En este caso, se podría proporcionar un único tanque y opcionalmente un sistema de dosificación doble para las dos extrusoras 3, 11.

35 En otras realizaciones, la poliamida alimentada a la segunda extrusora 11 es diferente de la poliamida alimentada a la primera extrusora 3. Por ejemplo, la poliamida alimentada a la primera extrusora 3 puede tener una proporción de grupos carboxilo terminales con respecto a grupos amino terminales mayor que 1, preferentemente mayor o igual que 1,5, incluso más preferentemente mayor que 1,8, por ejemplo, aproximadamente 2. Por tanto, esta poliamida tiene mayor número de grupos carboxilo terminales que de grupos amino terminales. En algunas realizaciones, el número de grupos carboxilo terminales está comprendido entre 80 y 100 y el número de grupos amino terminales está comprendido entre 40 y 50.

40 La poliamida alimentada a la primera extrusora 3 puede tener una viscosidad comprendida entre 10 y 100 Pa·s. En algunas realizaciones, la poliamida alimentada a la extrusora 3 puede tener una viscosidad comprendida entre 15 y 70 Pa·s, y en particular entre 20 y 50 Pa·s.

45 La viscosidad (Pa·s) del fundido se mide con un reómetro capilar a una temperatura de 290 °C y diferentes gradientes de velocidad ( $s^{-1}$ ) comprendidos generalmente entre 10 y 10.000  $s^{-1}$ .

50 La poliamida alimentada a la segunda extrusora 11 puede tener una proporción de grupos carboxilo terminales con respecto a grupos amino terminales de aproximadamente 1. En algunas realizaciones, la poliamida alimentada a la segunda extrusora 11 puede tener un número de grupos carboxilo terminales y un número de grupos amino terminales comprendidos entre 30 y 60 meq/kg, por ejemplo, entre 40 y 50 meq/kg.

55 En algunas realizaciones, la viscosidad de la poliamida alimentada a la segunda extrusora 11 puede ser mayor que la viscosidad de la poliamida alimentada a la extrusora 3. Por ejemplo, la viscosidad de la poliamida alimentada a la extrusora 11 puede estar comprendida entre 30 y 50 Pa·s, preferentemente entre 50 y 100 Pa·s.

En algunas realizaciones, la segunda extrusora 11 puede tener asociado un recipiente 17 de un aditivo, y un sistema de dosificación 19, para dosificar el aditivo y mezclarlo en la extrusora 11 con la poliamida que proviene del tanque 13. En algunas realizaciones, los dos sistemas de dosificación 19 y 15 alimentan respectivamente el aditivo y la poliamida a una tolva donde se mezclan antes de alimentarse a la extrusora 11.

60 El aditivo del tanque 17 puede comprender un prolongador de cadena o un injertador para polímeros termoplásticos y, en particular, para poliamidas, adaptado para reaccionar con grupos carboxilo y amino. En algunas realizaciones, el aditivo puede ser un prolongador de cadena Joncryl® ADR-3400 producido por BASF. Otros aditivos adecuados pueden ser Fusabond N493 producido por DuPont, Orgalloy R 6000-6600, producido por Athochem e Irgarod RA20 producido por Ciba Specialty Chemicals.

65 La extrusora 11 puede estar equipada con un mezclador dinámico 21 y con un sistema de desgasificación 23, para

eliminar el vapor que se forma como resultado de la reacción química en la extrusora 11, como se explicará con mayor detalle posteriormente. El polímero obtenido se alimenta a través de la bomba 31 a una hilera 33, con la que se producen filamentos F, recogidos en un hilo Y que a continuación se bobina en un carrete B.

5 En algunas realizaciones, los filamentos F1 generados por la hilera 33 se enfrían en un área de refrigeración 35, por ejemplo, por medio de chorros de aire frío. Corriente abajo del área de refrigeración 35, pueden proporcionarse lubricadores 37, por donde pasan los filamentos F1 antes de recogerse para formar un hilo individual F.

10 Entre los lubricadores 37 y el carrete de bobinado, pueden estar dispuestas una o más guías para hilatura o pares de guías para hilatura B, para impartir cierto grado de estiramiento al hilo F. El diagrama de la Figura 1 muestra tres guías para hilatura 39, 41 y 43, cada una de las cuales comprende una pareja de rodillos. El hilo sigue una ruta a lo largo de la cual se forman una o más vueltas alrededor de cada pareja de rodillos que forma la guía para hilatura. La velocidad de las guías para hilatura se controla para impartir el grado requerido de estiramiento al hilo, y por tanto lo orientan según se requiere.

15 En algunas realizaciones, las guías para hilatura se controlan para generar un estiramiento que no excede de 10 y una tensión de recogida del hilo que no excede de 0,5 g/DPF (DPF = dtex por filamento). Por ejemplo, en un hilo con una densidad lineal de 54 dtex y 40 filamentos, que tiene un DPF de 1,35 ( $54/40 = 1,35$ ), la tensión de bobinado es menor o igual que 10 g.

20 Las guías para hilatura pueden tener una velocidad de alimentación gradualmente creciente. En algunas realizaciones, usando tres guías para hilatura como se ilustra, la velocidad de rotación periférica puede aumentar de 3.600 m/min para la guía para hilatura 39, 3.800 m/min para la guía para hilatura 41 y 4.000 m/min para la guía para hilatura 43, que puede ser igual que la velocidad de recogida en el carrete B.

25 En algunas realizaciones, a lo largo de la ruta del hilo puede proporcionarse un chorro de entrelazado 45.

30 En una realización adicional, no mostrada, una polieteramina, en particular, por ejemplo, una polieterdiamina, y un inyectador y/o un prolongador de cadena u otro aditivo que facilite la reacción entre polieteramina y poliamida, pueden alimentarse a la extrusora 3. El aditivo puede alimentarse a la extrusora a través de un recipiente o tanque en lugar del recipiente 5. La posición de los puntos de inyección del inyectador u otro aditivo y de la polieteramina pueden invertirse. La poliamida puede alimentarse solo a la segunda extrusora 11. En realizaciones adicionales, también puede alimentarse una poliamida a la primera extrusora, junto con la polieteramina y con el inyectador u otro aditivo.

35 En realizaciones modificadas, pueden alimentarse polieteramina y/o poliamida a la primera extrusora y/o a la segunda extrusora, individualmente o en combinación, sin inyectador, prolongador de cadena u otro aditivo.

40 La Figura 2 muestra esquemáticamente una segunda realización ejemplar de un sistema para la producción de un hilo de acuerdo con el método descrito en el presente documento. Los números de referencia iguales indican partes iguales o equivalentes a las descritas con referencia a la Figura 1, y no se describirán nuevamente. En esta realización, se proporciona una única extrusora 101. En algunas realizaciones, la extrusora 101 puede ser una extrusora de husillo individual. En otras realizaciones, la extrusora 101 puede ser una extrusora de doble husillo.

45 Se alimenta poliamida suministrada, por ejemplo, desde un tanque 113, a la extrusora 101. Por ejemplo, el tanque 113 puede contener poliamida 6,6 o poliamida 6 en forma de virutas. La poliamida puede alimentarse a la extrusora 101 a través de un sistema de dosificación 115. En algunas realizaciones, se alimenta un inyectador, un prolongador de cadena u otro componente adicional que facilite la formación del polímero final, a la extrusora 101. El inyectador u otro aditivo puede estar contenido en un recipiente o tanque 117. Puede proporcionarse un sistema de dosificación 119 para alimentar el inyectador u otro aditivo a la extrusora 101. En otras realizaciones, el inyectador puede omitirse.

50 En algunas realizaciones, el sistema puede comprender un tanque 106 que contiene polieteramina, que puede alimentarse a la extrusora 101, por ejemplo, a través de una bomba 107. La polieteramina se alimenta a la cámara de la extrusora en uno o más puntos o posiciones, preferentemente corriente abajo del punto de alimentación de la poliamida y del inyectador, si se usara. La realización ilustrada muestra, únicamente a modo de ejemplo, cuatro puntos o posiciones de alimentación de polieteramina.

El sistema de desgasificación, la hilera y el sistema para refrigerar y recoger los filamentos y el hilo F formado con estos filamentos pueden ser básicamente similares a los descritos con referencia a la Figura 1.

60 La Figura 3 muestra una realización adicional de un sistema para la implementación del método descrito en el presente documento. Los números de referencia iguales indican partes iguales o equivalentes a las ilustradas con referencia a la realización de la Figura 1. En el ejemplo de la Figura 3, se proporcionan una primera extrusora 3 y una segunda extrusora 11 en secuencia o en cascada, con una disposición tal que el polímero extruido desde la extrusora 3 se alimenta a la segunda extrusora 11 en una pluralidad de puntos de alimentación 9A, 9B, 9C.

65 La primera extrusora 3 puede tener asociado un recipiente 17, provisto con un dispositivo de dosificación 19 para

5 dosificar un aditivo, por ejemplo, un injertador o un prolongador de cadena, a la primera extrusora 3. El aditivo puede estar en forma granular o de polvo y puede alimentarse junto con un granulado de poliamida, por ejemplo, poliamida 6 o poliamida 6,6 contenido en un recipiente 13, con el que está asociado un sistema de dosificación 15. En algunas realizaciones, la poliamida que proviene del recipiente 13 y el aditivo que proviene del recipiente 17 se alimentan en un único punto a la extrusora 3. En otras realizaciones, los dos componentes pueden alimentarse en diferentes puntos a lo largo de la ruta de extrusión definida por el husillo o husillos de la extrusora 3.

10 El polímero fundido de la extrusora 3 se alimenta a través de la línea 9 a la segunda extrusora 11 en uno o más puntos 9A, 9B, 9C. En algunas realizaciones, la polieteramina puede dosificarse a la segunda extrusora 11. Por ejemplo, la polieteramina puede estar contenida en un recipiente 6 conectado a través de una línea 8 a la segunda extrusora 11.

15 En algunas realizaciones, la polieteramina puede alimentarse en una posición intermedia entre puntos de inyección secuenciales del polímero que proviene de la primera extrusora.

En otras realizaciones, no mostradas, la polieteramina que proviene del recipiente 6 puede alimentarse en más de un punto de inyección a lo largo de la extensión de la segunda extrusora.

20 En realizaciones adicionales, el punto o puntos de alimentación de la polieteramina que proviene del recipiente 6 pueden estar todos corriente abajo con respecto a uno o más puntos de alimentación del polímero fundido que proviene de la línea 9.

25 Los componentes restantes asociados a la segunda extrusora 11 correspondientes a los ya descritos con referencia a la Figura 1 están marcados con los mismos números de referencia y no se describirán nuevamente.

30 La Figura 4 muestra una realización modificada de un sistema para la implementación del método descrito en el presente documento. Los números de referencia iguales indican partes iguales o equivalentes a las ilustradas con referencia a las Figuras 1 y 3. También en este caso, una primera extrusora 3 y una segunda extrusora 11 están dispuestas en secuencia o en cascada. La primera extrusora 3 puede tener asociado un primer recipiente 13 de poliamida que puede dosificarse a través de un dispositivo de dosificación 13 a la extrusora 3. La poliamida puede estar en forma granular.

35 La extrusora 3 también puede tener asociado un recipiente de un prolongador de cadena, un injertador u otro aditivo que puede dosificarse a través de un dispositivo de dosificación 19 junto con la poliamida del recipiente 13 o en un punto diferente, por ejemplo, corriente abajo del punto de alimentación de la poliamida que proviene del tanque 13 o corriente arriba del mismo, de acuerdo con las condiciones de operación y las elecciones de diseño técnico específicas.

40 Una línea de conexión 9 entre la primera extrusora 3 y la segunda extrusora 11 transporta el polímero fundido que proviene de la primera extrusora a la segunda extrusora 11. Si fuera necesario, esta última puede tener asociado un tanque o recipiente 13A adicional de poliamida. Un dispositivo de dosificación 15A dosifica, por ejemplo, en una tolva, la segunda poliamida que proviene del recipiente 13A. La poliamida puede estar en forma granular.

45 En esta realización ejemplar, tal como en las demás formas de implementación del método y del sistema descritos en el presente documento, en las que se proporcionan dos extrusoras en serie, la poliamida alimentada a la primera extrusora 3 y la poliamida alimentada a la segunda extrusora 11 pueden diferir entre sí en una o más características o propiedades, por ejemplo, pueden tener diferente densidad o diferente peso molecular, diferente número de grupos amino y grupos carboxilo, diferente viscosidad, etc.

50 En algunas realizaciones, la poliamida del recipiente 13A se alimenta corriente arriba con respecto al punto de inyección del polímero fundido que proviene de la primera extrusora 3. El material fundido que proviene de la primera extrusora 3 a través de la línea 9 puede inyectarse en un único punto o en una pluralidad de posiciones separadas entre sí. En algunas realizaciones, el material fundido que proviene de la primera extrusora 3 puede alimentarse a la segunda extrusora 11 en una pluralidad de puntos de alimentación, algunos corriente arriba y otros corriente abajo con respecto al punto de alimentación de la poliamida que proviene del recipiente 13A.

55 En realizaciones posibles, la polieteramina contenida en el recipiente o tanque 6 puede alimentarse a la segunda extrusora a través de la línea 8 en una o más posiciones, por ejemplo, las tres posiciones indicadas con 8A, 8B y 8C, preferentemente corriente abajo del punto de inyección del polímero fundido que proviene de la primera extrusora 3. En otras realizaciones, no mostradas, la polieteramina puede alimentarse a la primera extrusora 3.

60 El sistema también puede comprender componentes similares a los ya descritos con referencia a las figuras precedentes, marcados en la Figura 4 con los mismos números de referencia, y no se describirán.

65 La Figura 5 ilustra una realización adicional de un sistema para la implementación del método descrito en el presente documento. Los números de referencia iguales indican partes iguales o equivalentes a las ilustradas en las figuras

precedentes.

En la Figura 5 se proporcionan una primera extrusora 3 y una segunda extrusora 11. La primera extrusora 3 puede tener asociado un primer recipiente 13 para una poliamida, por ejemplo, en forma granular, que puede dosificarse, por ejemplo, a través de un dispositivo de dosificación 15. En una posición distinta o en la misma posición de alimentación de la poliamida que proviene del recipiente 13, puede alimentarse a la extrusora 3 un inyectador o un prolongador de cadena u otro aditivo equivalente contenido en un recipiente o tanque 17 y dosificarse, por ejemplo, a través de un dispositivo de dosificación 19. En algunas realizaciones, puede proporcionarse un primer recipiente o tanque de polieteramina 6 conectado a través de la línea 8 a la extrusora 3, en el que la polieteramina se alimenta en una pluralidad de posiciones 8A, 8B, 8C o, alternativamente, en una única posición.

El polímero que proviene de la primera extrusora 3 puede alimentarse a la segunda extrusora 11 a través de una línea 9. Esta puede estar conectada a la extrusora 11 en una posición corriente arriba adicional (línea continua) o en una posición corriente abajo adicional (línea discontinua indicada con 9X) o en una pluralidad de posiciones. La segunda extrusora 11 puede tener asociados el recipiente 17A, para un aditivo adicional, y el recipiente 13A, para una poliamida adicional, con los respectivos dispositivos de dosificación 15A y 19A. Los puntos de alimentación de la poliamida que proviene del tanque 13A y del aditivo que proviene del recipiente 17A pueden ser coincidentes o estar separados. Además, los puntos de alimentación de la poliamida que proviene del recipiente 13A y del aditivo que proviene del recipiente 17A pueden estar corriente arriba y/o corriente abajo del punto o puntos de alimentación del polímero que proviene de la primera extrusora 3.

En algunas realizaciones, también puede proporcionarse un segundo recipiente de polieteramina 6X, conectado a través de una línea 8X a la segunda extrusora 11, en el que la polieteramina que proviene del tanque 6X puede alimentarse en una única posición o en una pluralidad de posiciones distintas, como se indica esquemáticamente con 8A, 8B, 8C en la Figura 5.

También en el sistema de la Figura 5, la extrusora 11 tiene asociados componentes adicionales, iguales o equivalentes a los componentes ya descritos con referencia a las figuras precedentes, indicados con los mismos números de referencia, y no se describirán nuevamente.

En otras realizaciones, la poliamida modificada por reacción con polieteramina puede obtenerse, por ejemplo, en forma granular, en un proceso que está separado del proceso de extrusión. En este caso, poliamida y polieteramina están en contacto en un recipiente a temperatura y presión adecuadas, con o sin un compatibilizador, tal como un inyectador o prolongador de cadena adecuado. Las reacciones, descritas posteriormente, entre los componentes situados en el recipiente causan la sustitución de grupos carboxilo de la poliamida con moléculas de polieteramina. El producto final se convierte en gránulos. Posteriormente, los gránulos se alimentan a una extrusora para la producción del hilo. En algunas realizaciones, en la etapa de extrusión pueden añadirse componentes o aditivos adicionales para modificar las características físicas, químicas o reológicas del polímero.

En otras realizaciones, la poliamida y la polieteramina (con o sin un aditivo tal como un inyectador o un prolongador de cadena para facilitar la reacción) pueden ponerse en contacto en un recipiente separado con respecto a la extrusora, reaccionar para obtener la poliamida modificada en estado fundido y esta última puede alimentarse directamente a la extrusora.

La Figura 6 muestra una realización de un sistema para la implementación del método descrito en el presente documento, en donde se usa una única extrusora 101, de forma similar a la realización de la Figura 2, a la que se alimenta una poliamida modificada con polieteramina.

En algunas realizaciones, la extrusora 101 tiene asociados un recipiente 121 con un dispositivo de dosificación 123. El recipiente 121 contiene una poliamida modificada por reacción con polieteramina. La poliamida modificada del recipiente 121 puede estar en forma granular y puede haberse obtenido en una etapa de conversión previa, por ejemplo, en un tanque a temperatura y presión a las que una poliamida 6,6 o una poliamida 6 reacciona con una polieteramina con o sin un inyectador u otro aditivo de compatibilización.

La poliamida en forma granular que proviene del recipiente 121 dosificada en la extrusora 101 se funde y se extruye hacia una bomba 31 que alimenta la hilera 33 para producir filamentos F1, que a continuación se recogen mediante los elementos mostrados en la Figura 6 y ya descritos con referencia a las figuras precedentes e indicados con los mismos números de referencia.

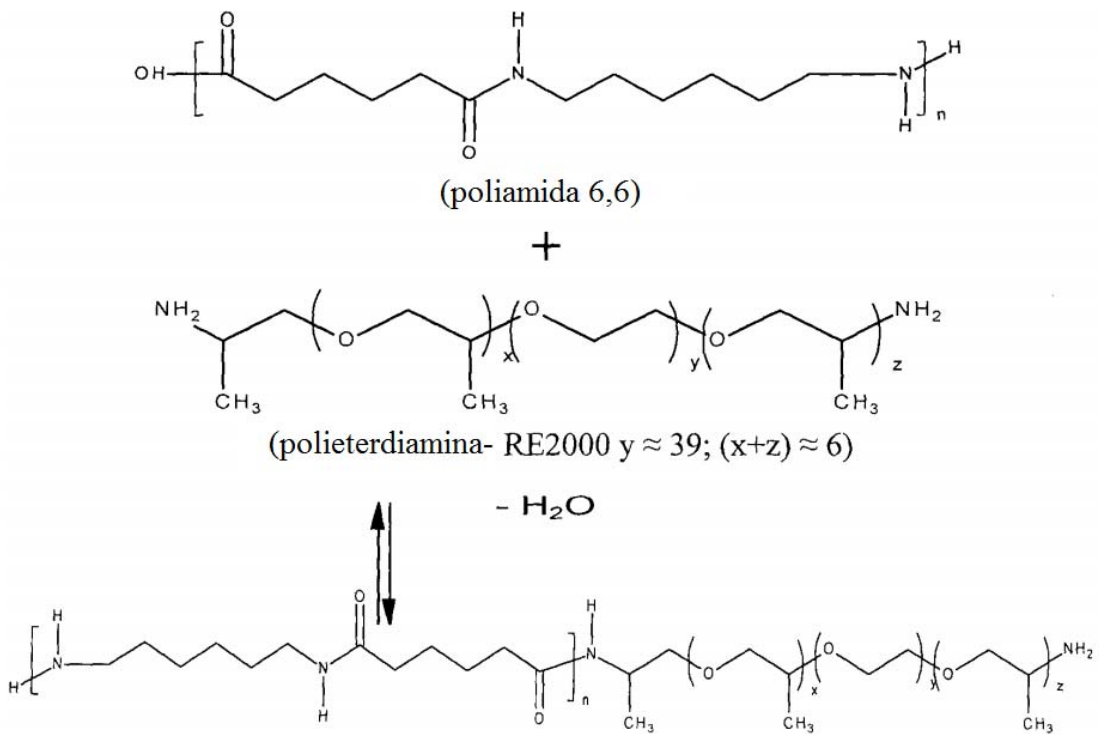
En algunas realizaciones, pueden alimentarse otros componentes a la extrusora 101, conjuntamente o en posiciones separadas, corriente arriba o corriente abajo de la poliamida modificada que proviene del tanque 121.

En otras realizaciones, la poliamida modificada puede estar presente en estado fundido en lugar de en forma granular, por ejemplo, si en lugar de ser un único recipiente a partir del que se suministra la poliamida, el recipiente 121 consiste en un tanque de reacción en el que la poliamida está en contacto con la polieteramina para reaccionar entre sí, con o sin un inyectador u otro aditivo adecuado.

Ejemplo de referencia 1:

Producción de poliamida 6,6 con la adición de polieterdiamina de fórmula (I).

5 Para producir poliamida 6,6 con la adición de polieterdiamina sin el uso de injertadores o prolongadores de cadena, alimentando los dos componentes a la extrusora, se obtiene la siguiente reacción en la etapa de extrusión:

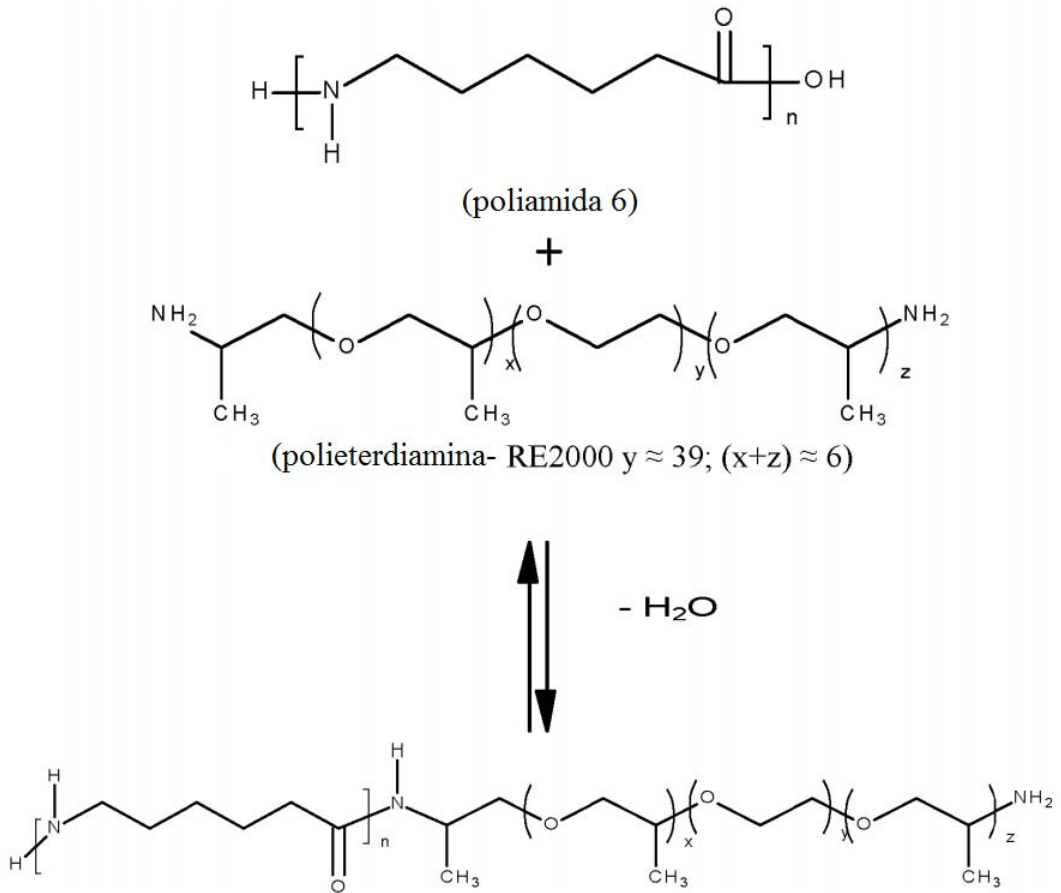


10 Parte de los extremos carboxilo de la poliamida 6,6 se unen al extremo amino de la polieterdiamina, liberando agua y obteniendo una poliamida modificada.

Ejemplo de referencia 2:

15 Producción de poliamida 6 con la adición de polieterdiamina de fórmula (I).

20 Para producir poliamida 6 con la adición de polieterdiamina sin el uso de injertadores o prolongadores de cadena, alimentando los dos componentes a la extrusora, se obtiene la siguiente reacción en la etapa de extrusión:



Parte de los extremos carboxilo de la poliamida 6 se unen al extremo amino de la polieterdiamina, liberando agua y obteniendo una poliamida 6 modificada.

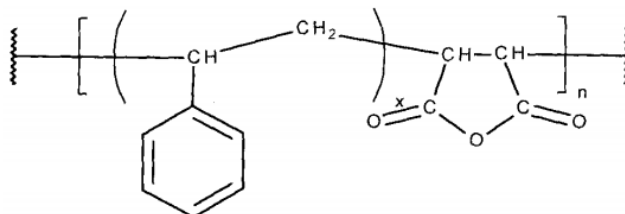
5

Los Ejemplos 1 y 2 no están dentro del alcance de las reivindicaciones.

Ejemplo 3

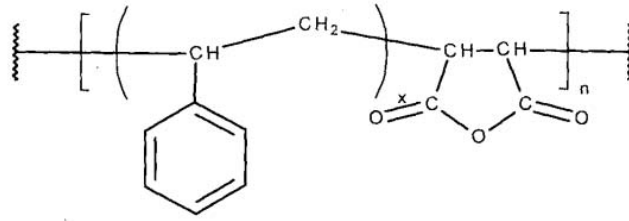
10 Producción de poliamida 6,6 modificada con polieterdiamina en presencia de prolongador de cadena, de acuerdo con la invención reivindicada.

15 Para facilitar la formación de cadenas poliméricas basadas en poliamida modificada, usando el sistema de la Figura 1 o la Figura 2, se añade durante la etapa de extrusión un prolongador de cadena o un inyectador, que facilita la formación de enlaces entre las moléculas de polieterdiamina y las moléculas de poliamida. Como prolongador de cadena puede usarse un copolímero basado en estireno, tal como un prolongador de cadena Joncryl FA11\_010 de BASF Performance Chemical, de fórmula



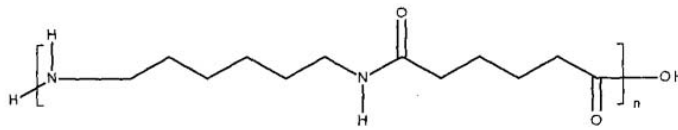
20

En una primera etapa, el prolongador de cadena reacciona con la poliamida 6,6 de acuerdo con la siguiente reacción:

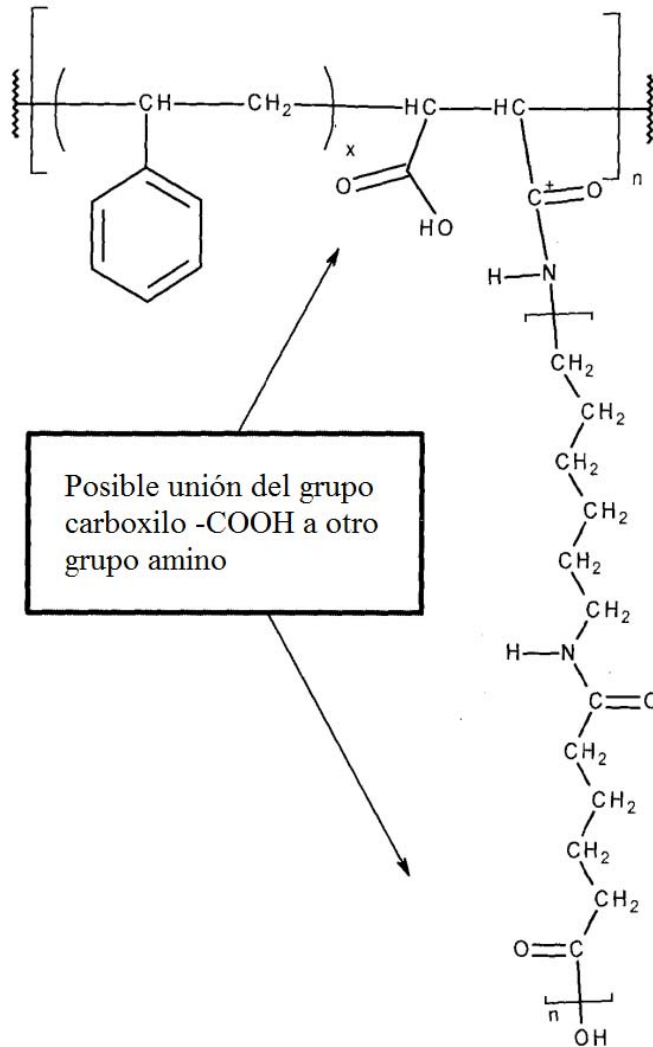


(Prolongador de cadena Joncryl FA11\_010)

+

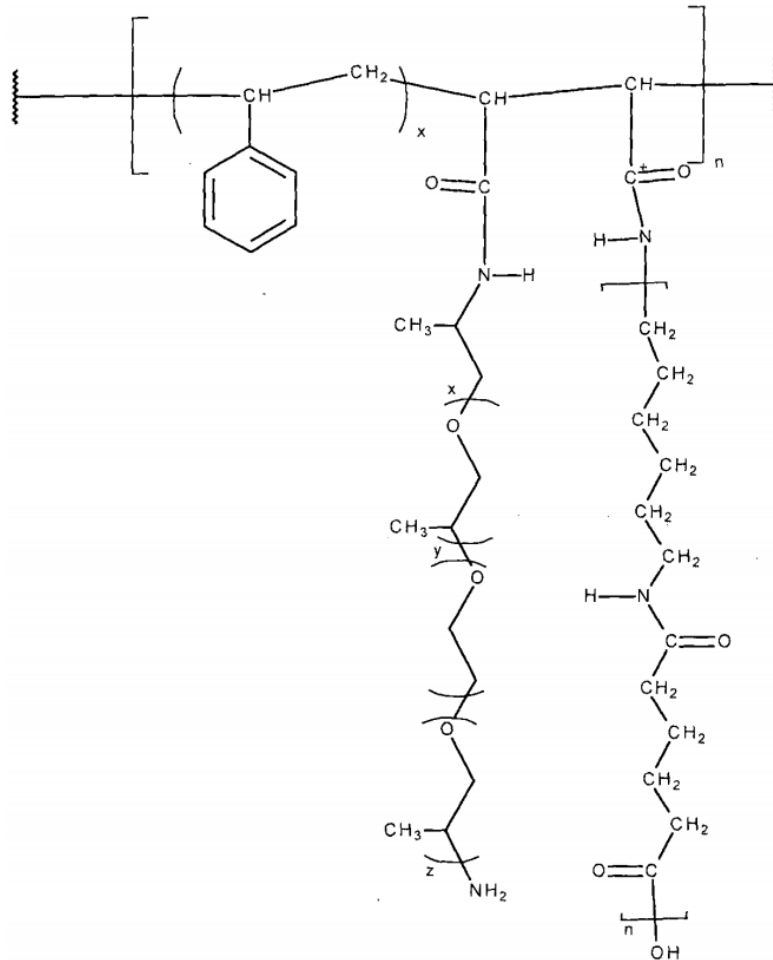


(poliamida 6,6)

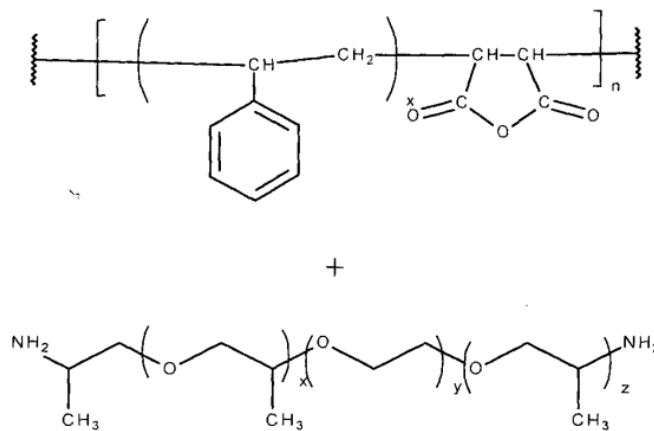


creando una molécula con dos grupos OH que a su vez puede reaccionar con las respectivas moléculas de

polieterdiamina, formando el siguiente producto de reacción y liberando agua:

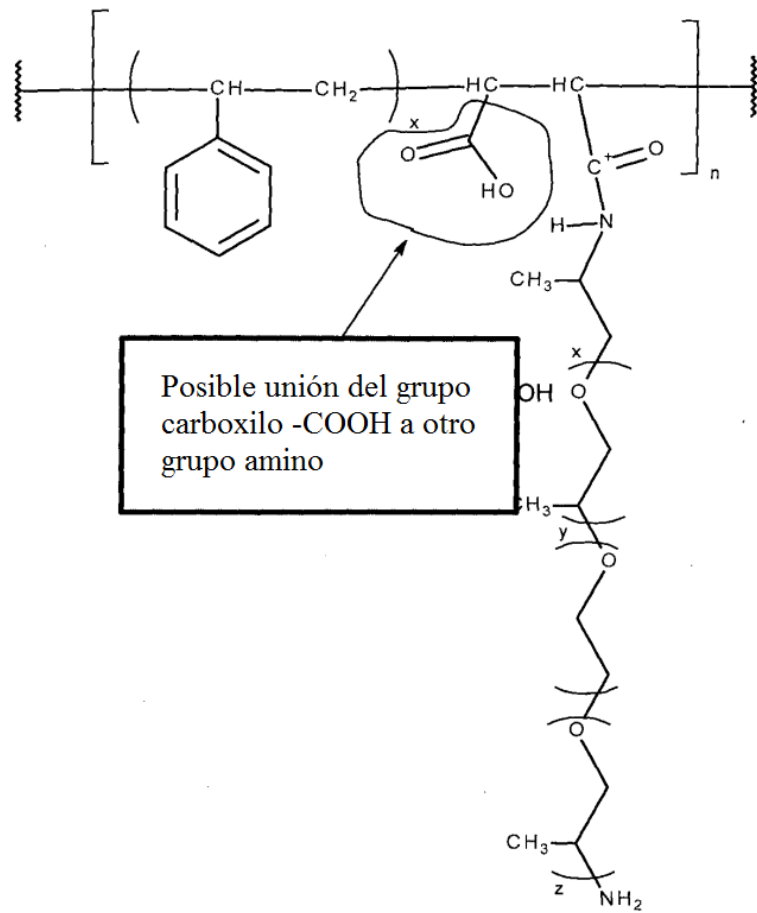


- 5 En otros modos de reacción, el prolongador de cadena reacciona con la polieterdiamina y el compuesto obtenido reacciona posteriormente con la poliamida 6,6, dando lugar a la poliamida modificada como producto de reacción, de acuerdo con la siguiente secuencia:

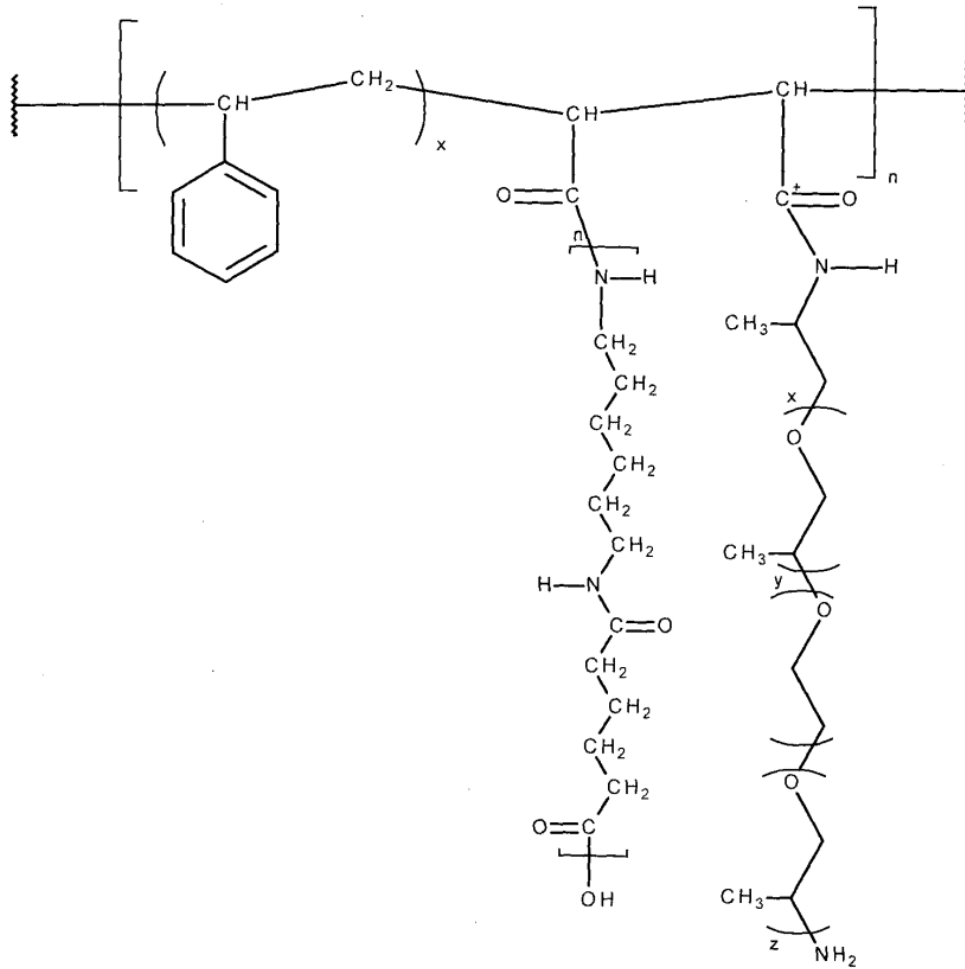


10

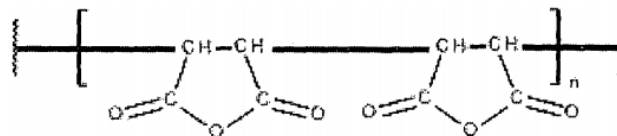
de lo que se obtiene



que reaccionando con la poliamida 6,6 genera el siguiente producto de reacción junto con agua:



- 5 En la práctica, ambas secuencias de reacción pueden tener lugar, prevaleciendo la primera o la segunda dependiendo de las condiciones operativas específicas. El ensayo realizado en hilos de multifilamento con el método descrito anteriormente ha mostrado que el hilo de poliamida modificado con polieteramina tiene una tasa de recuperación de humedad mucho mayor que una poliamida de acuerdo con la técnica actual, aproximadamente igual o incluso mayor que un hilo de algodón. Las demás características pertinentes para el procesamiento textil son comparables a las de un hilo de poliamida convencional.
- 10 El prolongador de cadena usado puede diferir del indicado anteriormente únicamente a modo de ejemplo. Por ejemplo, en algunas realizaciones, puede usarse el prolongador de cadena Joncryl 3400 producido por BASF, que tiene la siguiente fórmula:



- 15 que da lugar a reacciones similares a las indicadas anteriormente con la formación de poliamida modificada.

- 20 La siguiente tabla resume los resultados de ensayos realizados en dos muestras de referencia (muestras A y H) y en seis muestras de hilo obtenidas con el método de la presente invención (muestras B-G). Más en particular, la muestra A es una muestra de poliamida 6,6 producida y distribuida por Invista, que tiene las siguientes características:

- 25       Peso molecular PA66: 14.000 - 15.000 UMA
- Viscosidad relativa RV 2,49 (medida en ácido sulfúrico)

## ES 2 927 349 T3

Grupos terminales amino NH<sub>2</sub> = 45 (AEG) y carboxilo COOH = 84,5.

La muestra H es un hilo de algodón con una densidad lineal de 132 Ne (correspondiente a 44,7 dtex).

5 Las muestras B-G se obtienen por la combinación de:

Poliamida 6,6 Invista CE viscosidad 2,49 en H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, TEG 129,5 Polieteramina: Elastamine® RE2000 producida por Huntsman de fórmula (I)

10 Prolongador de cadena: Joncryl (BASF)

(\*) Equivalente a 44,7 dtex.

| Ensayo N.º | Poliamida 6,6 % en peso | RE2000 % en peso | Prolongador de cadena % en peso | dtex / N.º de filamentos | Viscosidad relativa medida en ácido sulfúrico al 95,7 % | Elongación % | Tenacidad (cN/Tex) | % recuperación de humedad a 16 °C y 90 % de humedad relativa |
|------------|-------------------------|------------------|---------------------------------|--------------------------|---------------------------------------------------------|--------------|--------------------|--------------------------------------------------------------|
| A          | 100                     | 0                | 0                               | 56 / 40                  | 2,48                                                    | 73,0         | 38,0               | 5,42                                                         |
| B          | 96                      | 4                | 0                               | 56 / 40                  | 2,7                                                     | 69,1         | 36,2               | 6,69                                                         |
| C          | 92                      | 8                | 0                               | 56 / 40                  | 2,16                                                    | 66,2         | 33,8               | 11,04                                                        |
| D          | 88                      | 12               | 0                               | 56 / 40                  | 2,03                                                    | 64,1         | 31,7               | 13,15                                                        |
| E          | 91,5                    | 8                | 0,5                             | 56 / 40                  | 2,10                                                    | 71,0         | 27,0               | 10,88                                                        |
| F          | 91                      | 8                | 1                               | 56 / 40                  | 2,03                                                    | 103,0        | 17,0               | 11,42                                                        |
| G          | 87,5                    | 12               | 0,5                             | 56 / 40                  | 1,95                                                    | 67,0         | 26,0               | 13,16                                                        |
| H          | Algodón                 |                  |                                 | 132 Ne (*)               |                                                         |              |                    | 10,16                                                        |

15 Como puede observarse a partir de la tabla anterior, los hilos obtenidos con el método descrito en el presente documento (muestras B, C, D, E, F, G) tienen una recuperación de humedad, es decir, una capacidad para absorber humedad, de ligeramente mayor a mucho mayor que una poliamida 6,6 convencional (muestra A). La capacidad de absorción de humedad aumenta a medida que aumenta la cantidad de polieteramina añadida al polímero final y es sustancialmente invariable con respecto a la presencia de prolongadores de cadena o injertadores. Con cantidades de polieteramina comprendidas entre un 8 y un 12 % en peso, puede obtenerse una recuperación de humedad que es dos veces mayor, y en ciertos casos tres veces mayor, que la poliamida sin polieteramina. Solo con la adición de un 8 % en peso de polieteramina se obtiene un valor de recuperación de humedad comparable o ligeramente mayor que la fibra de algodón natural (muestra H). Con cantidades mayores de polieteramina, la recuperación de humedad es claramente mejor que en la fibra natural (muestra H). Los valores de recuperación de humedad indicados anteriormente se obtuvieron con el siguiente ensayo:

- 25
- extracción total de la muestra de hilo en éter de petróleo (40-60 °C)
  - determinación de la humedad usando un manómetro
  - enfriamiento de la muestra en condiciones anhidras durante 15 minutos
  - implementación de la primera pesada (P1)
  - 30 - acondicionamiento durante tres horas a 16 °C y humedad relativa del 90 %
  - implementación de una segunda pesada (P2).

El grado de recuperación de humedad se determina a partir de los dos valores de la primera pesada (P1) y de la segunda pesada de la muestra:

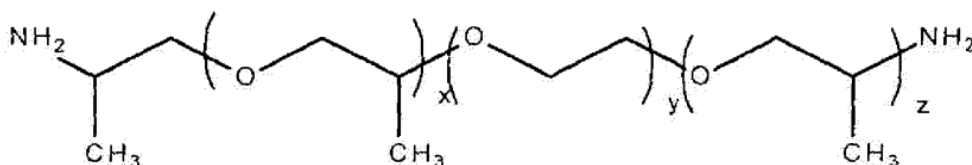
35

$$\% \text{ R.H.} = [(P2 - P1)/P1]*100$$

40 Cualquier número de referencia en las reivindicaciones anexas se proporciona para facilitar la lectura de las reivindicaciones con referencia a la descripción y a los dibujos, y no limita el alcance de protección representado por las reivindicaciones.

## REIVINDICACIONES

1. Un método para producir un hilo sintético basado en poliamida que tiene una alta capacidad de recuperación de humedad, que comprende las etapas de: hacer reaccionar una poliamida y polieteramina que tiene un peso molecular promedio de al menos 1500 para obtener una poliamida modificada que contiene polieteramina, en donde la poliamida modificada tiene al menos algunos grupos carboxilo sustituidos con polieteramina para aumentar la recuperación de humedad de la poliamida; y generar un hilo a partir de una masa fundida de dicha poliamida modificada; y en donde la poliamida y la polieteramina están en contacto en estado fundido, en presencia de un aditivo que reacciona con los grupos amino de la poliamida y con los grupos amino de la polieteramina, en al menos una extrusora, desde donde el polímero se alimenta a una hilera para la producción del hilo.
2. El método de acuerdo con la reivindicación 1, en donde dicho hilo tiene una recuperación de humedad como se define en la descripción comprendida entre un 6 % y un 15 %.
3. El método de acuerdo con la reivindicación 1, en donde la polieteramina tiene un peso molecular de la polieteramina dividido por el número de hidrógenos de amina activos por molécula (AHEW: peso equivalente de hidrógeno de amina) que no excede en más de un 10 % el AHEW idealizado para dicha polieteramina, en donde el número de hidrógenos de amina activos por molécula, y por tanto el AHEW se calcula determinando el contenido de nitrógeno de grupos amino usando el procedimiento descrito por la norma ISO 9702.
4. El método de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, en donde dicha polieteramina es una polieterdiamina.
5. El método de acuerdo con una o más de las reivindicaciones precedentes, en donde dicha polieteramina tiene un peso molecular promedio mayor o igual que 2000.
6. El método de acuerdo con una o más de las reivindicaciones precedentes, en donde la poliamida es una poliamida alifática.
7. El método de acuerdo con la reivindicación 5, en donde dicha poliamida comprende nailon 6,6 y/o nailon 6.
8. El método de acuerdo con una o más de las reivindicaciones precedentes, en donde la polieteramina es una polieterdiamina que tiene la fórmula



9. El método de acuerdo con la reivindicación 8, en donde la polieterdiamina tiene un número de moléculas de óxido de etileno comprendido entre 30 y 45 y preferentemente 39, y en donde preferentemente dicha polieterdiamina tiene un número de moléculas de óxido de propileno comprendido entre 5 y 8 y preferentemente 6.
10. El método de acuerdo con una o más de las reivindicaciones precedentes, en donde dicha poliamida y dicha polieteramina están en contacto a una temperatura comprendida entre 220 °C y 350 °C.
11. El método de acuerdo con una o más de las reivindicaciones precedentes, en donde dicho aditivo es un injertador y/o un prolongador de cadena.
12. El método de acuerdo con una o más de las reivindicaciones precedentes, en donde dicha poliamida tiene un número de grupos amino terminales comprendido entre 5 y 60 meq/kg y preferentemente entre 5 y 35 meq/kg.
13. El método de acuerdo con una o más de las reivindicaciones precedentes, en donde dicha poliamida tiene un número de grupos carboxilo terminales comprendido entre 40 y 200 y preferentemente entre 80 y 100 meq/kg.
14. El método de acuerdo con una o más de las reivindicaciones precedentes, en donde dicha poliamida y dicha polieteramina están en contacto en estado fundido en al menos dos extrusoras dispuestas en cascada, y en donde el polímero que sale de la extrusora corriente abajo se alimenta a una hilera para la producción del hilo.
15. El método de acuerdo con una o más de las reivindicaciones precedentes en donde el hilo tiene un dtex por filamento (DPF) comprendido entre 0,5 y 20.
16. El método de acuerdo con una o más de las reivindicaciones precedentes, en donde la poliamida tiene un peso

molecular comprendido entre 8.000 y 18.000 UMA y preferentemente entre 9.000 y 15.000 UMA e incluso más preferentemente entre 10.000 y 14.000 UMA.

5 17. El método de acuerdo con una o más de las reivindicaciones precedentes, en donde dicho hilo es un hilo multicomponente, estando formado al menos uno de los componentes del hilo por dicha poliamida modificada.

10 18. Un hilo obtenido mediante un proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, que comprende al menos una parte formada por una poliamida modificada con polieteramina que tiene un peso molecular promedio de al menos 1500, estando al menos algunos de los grupos carboxilo de la poliamida sustituidos con dicha polieteramina.

15 19. El hilo de acuerdo con la reivindicación 18, en donde el porcentaje en peso de la polieteramina está comprendido entre un 1 % y un 30 % y preferentemente entre un 2 % y un 20 % e incluso más preferentemente entre un 5 % y un 15 % y en particular entre un 8 % y un 13 %.

20 20. El hilo de acuerdo con la reivindicación 18 o 19, que tiene una recuperación de humedad como se define en la descripción comprendida entre un 6 % y un 15 %.

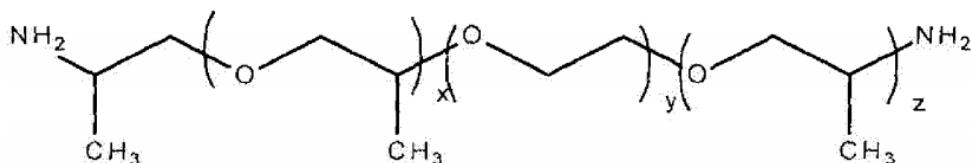
21. El hilo de acuerdo con la reivindicación 18, 19 o 20 con una estructura multicomponente, en donde al menos uno de los componentes comprende dicha poliamida modificada, formando dicho al menos un componente al menos una parte de la superficie del hilo.

25 22. El hilo de acuerdo con una o más de las reivindicaciones 18 a 21, en donde la poliamida es una poliamida alifática.

23. El hilo de acuerdo con una o más de las reivindicaciones 18 a 22, en donde dicha poliamida comprende nailon 6 y/o nailon 6,6.

30 24. El hilo de acuerdo con una o más de las reivindicaciones 18 a 23, que tiene un dtex por filamento (DPF) comprendido entre 0,5 y 20.

25. El hilo de acuerdo con una o más de las reivindicaciones 18 a 24, en donde la polieteramina es una polieterdiamina que tiene la fórmula



35 26. El hilo de acuerdo con la reivindicación 25, en donde el número de moléculas de óxido de etileno de la polieterdiamina está comprendido entre 30 y 45 y es preferentemente 39; y en donde preferentemente el número de moléculas de óxido de propileno está comprendido entre 5 y 8 y es preferentemente 6.

40 27. Un artículo textil producido con un hilo de acuerdo con una o más de las reivindicaciones 18 a 26, o con fibras obtenidas a partir de este hilo.

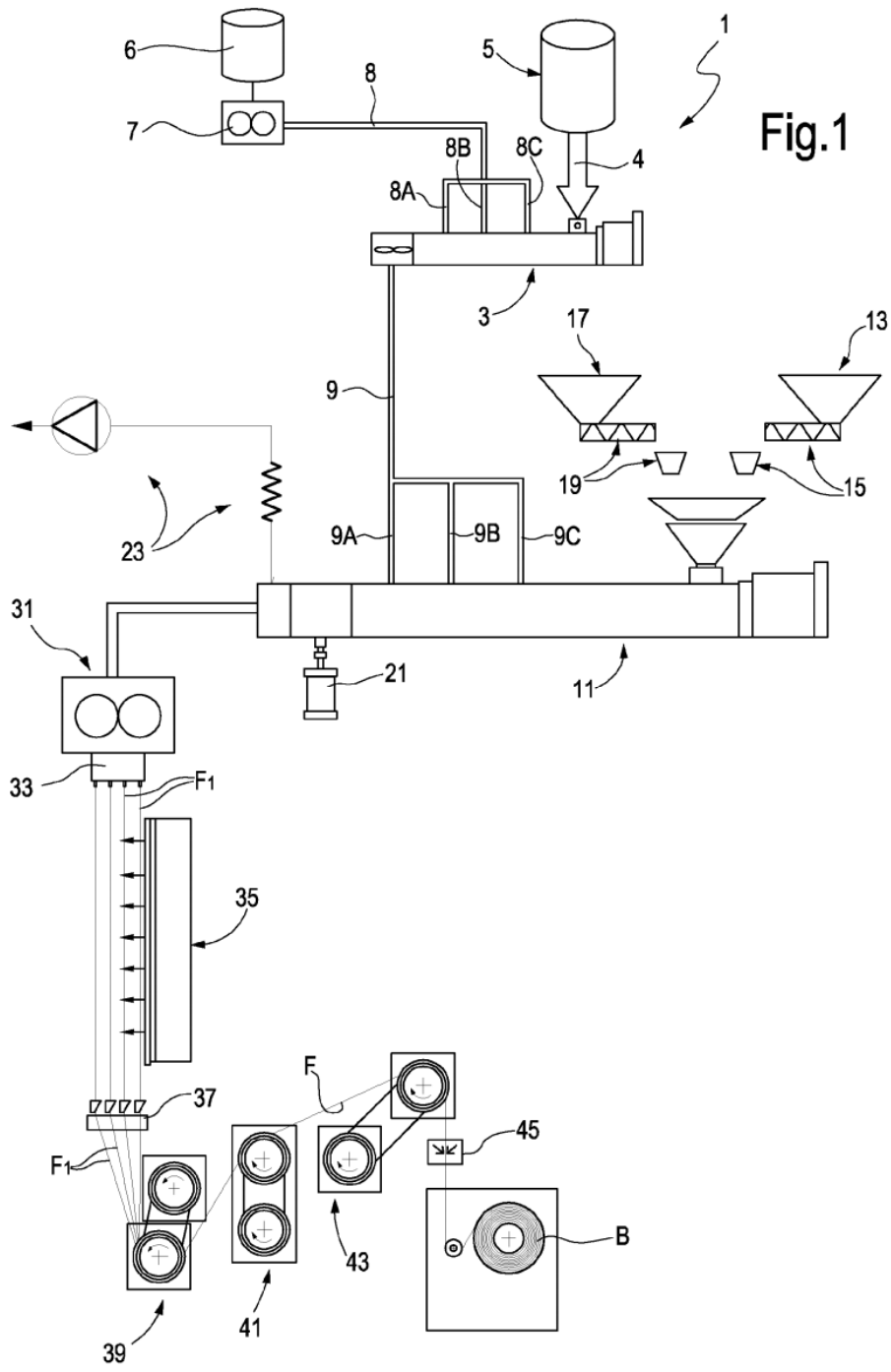


Fig.1

Fig.2

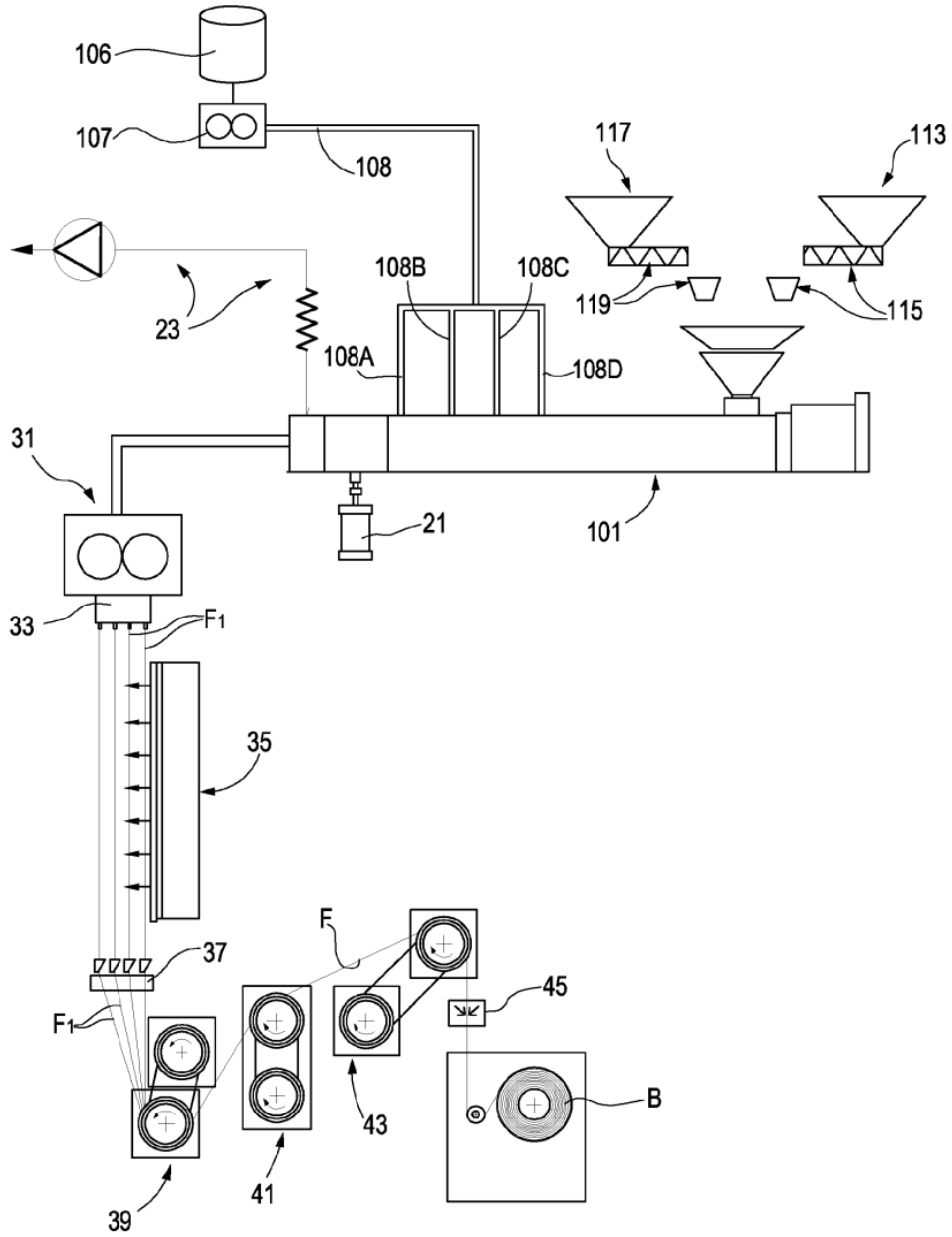


Fig.3

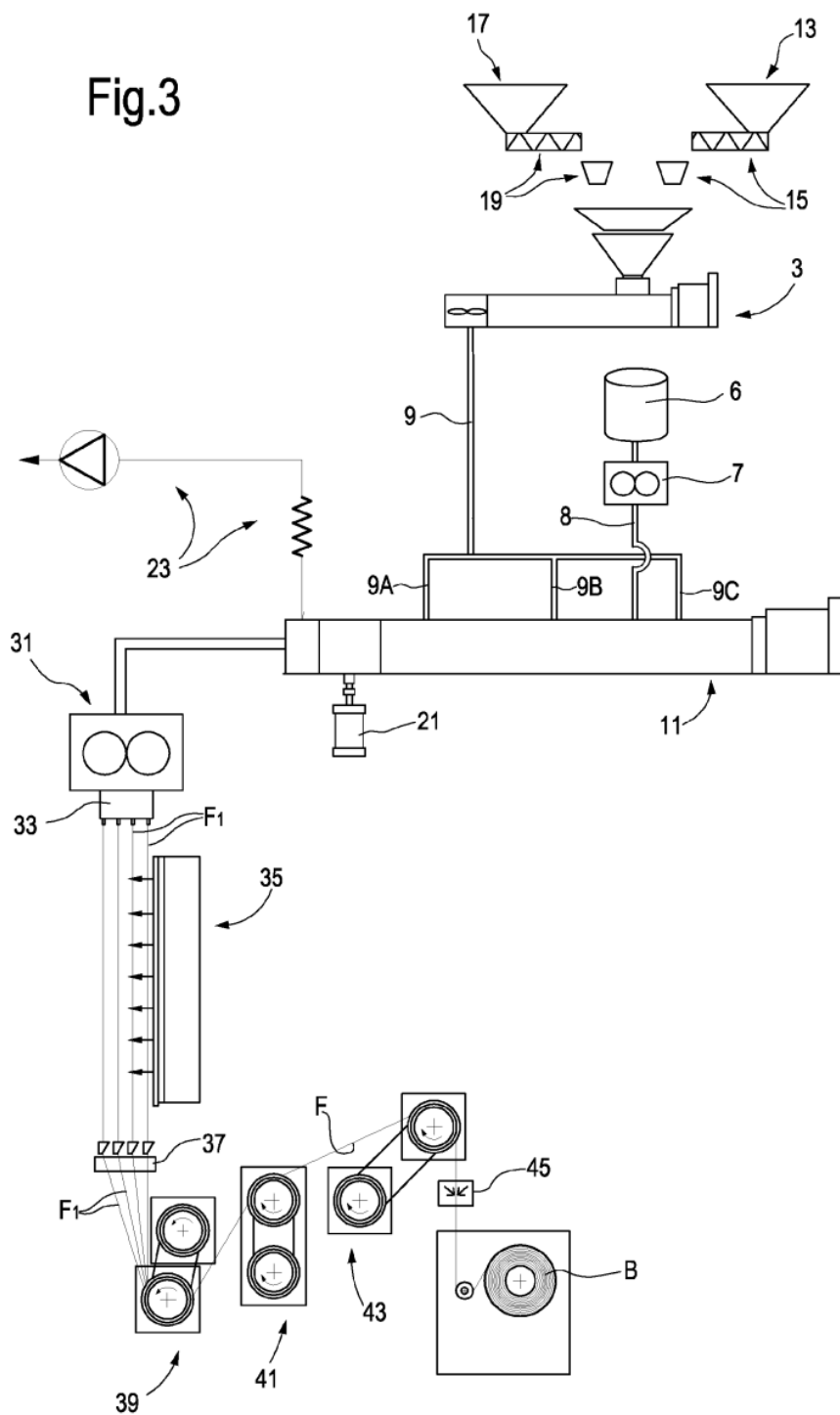


Fig.4

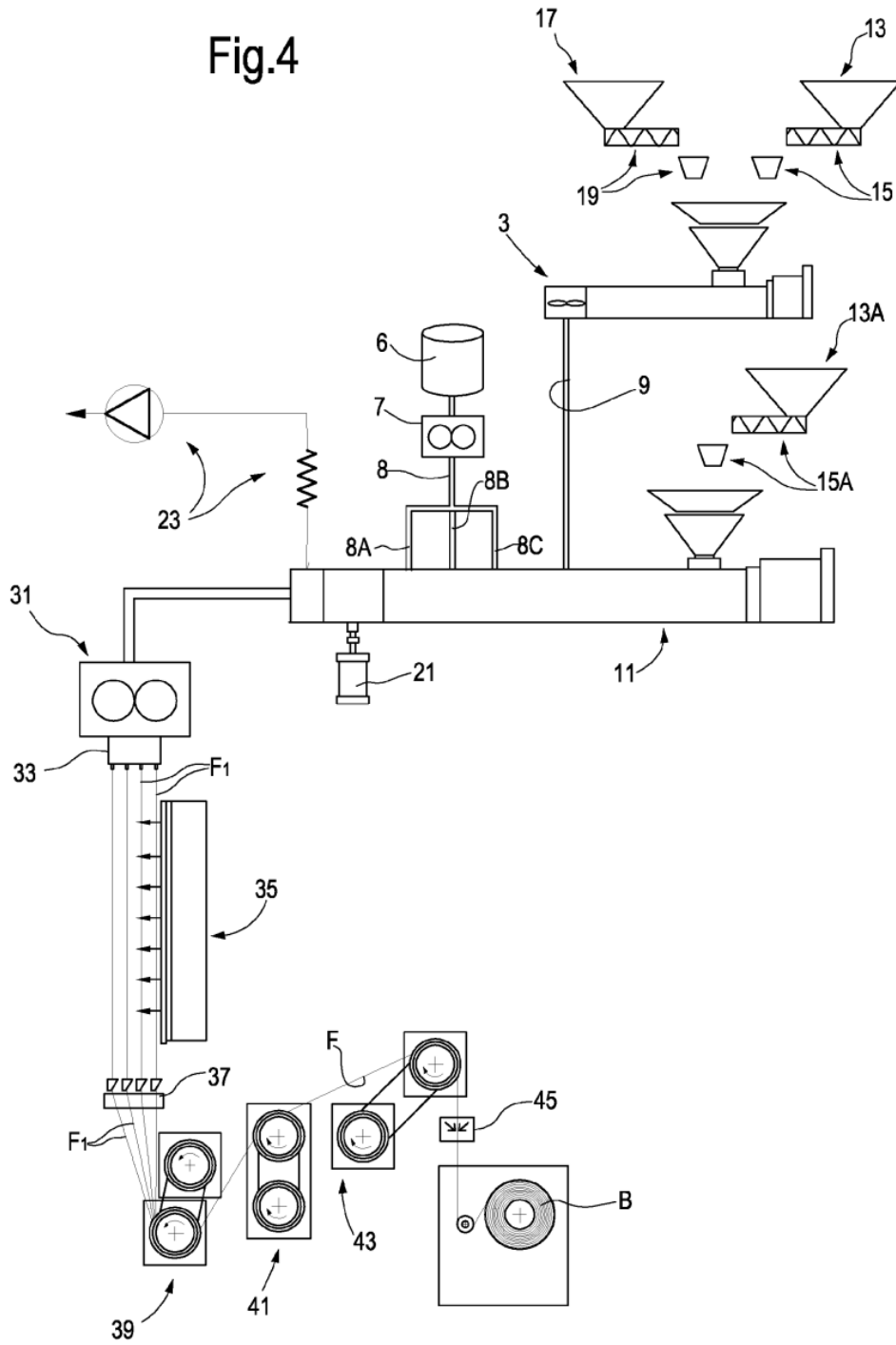


Fig.5

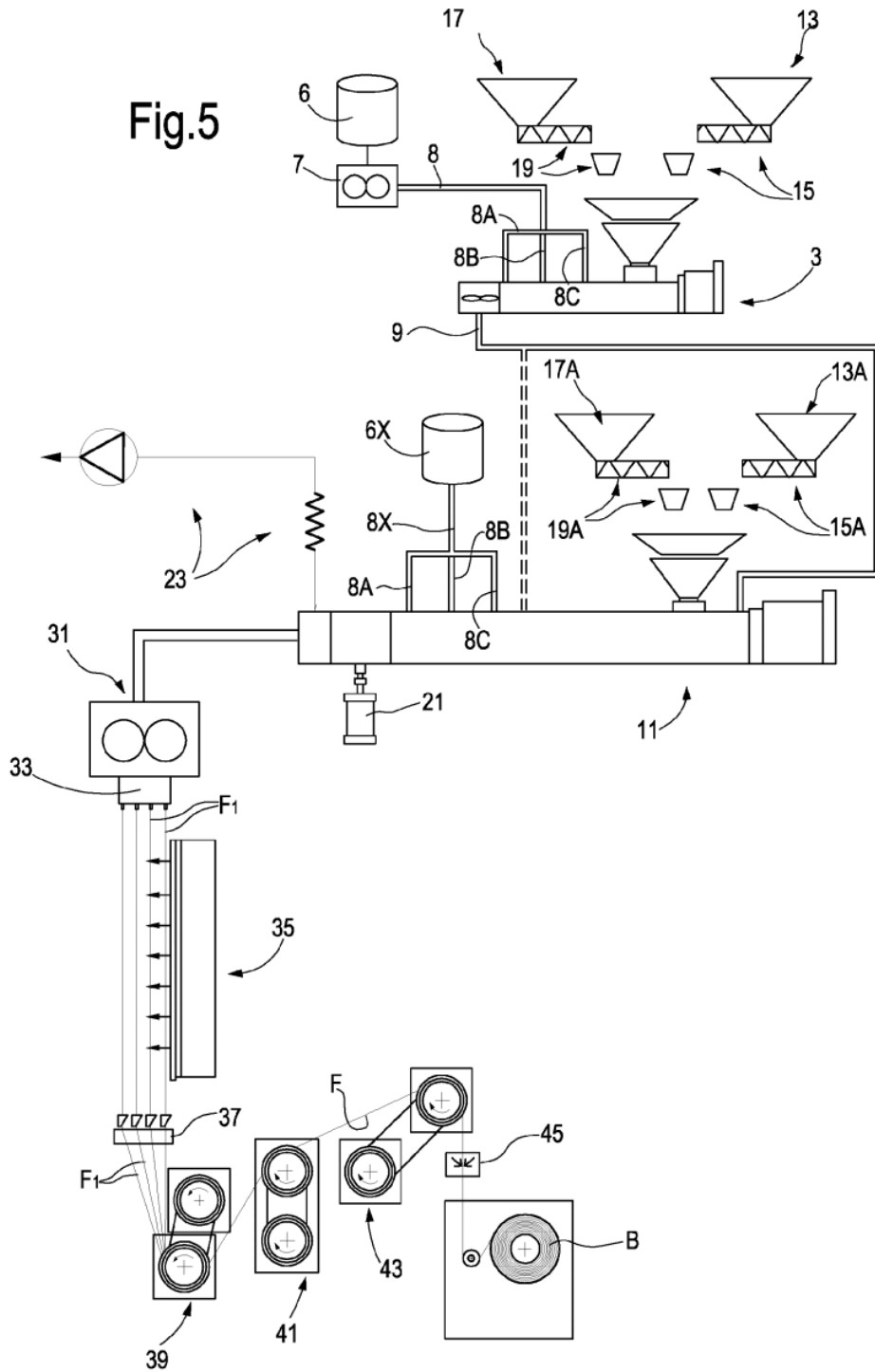


Fig.6

