

Q



Industria y Comercio
SUPERINTENDENCIA

PCT

SOLICITUD
PATENTE DE INVENCION

21 EXPEDIENTE N°

04-491

54 TITULO

METODO PARA LA OBTENCION DE UN POLIMERO A PARTIR DE UNA
COMPOSICION DE PRECURSOR DE POLIMERO.

51 CLASIFICACIÓN INTERNACIONAL

C08k 5/00

71 SOLICITANTE

BASF CORPORATION

DOMICILIO

Mount Olive, New Jersey Estado Unidos de América

74 APODERADO

EMILIO FERRERO

Código 1092

22 BOGOTÁ, D C

202099



Industria y Comercio
SUPERINTENDENCIA



04 000491 00

PETITORIO

SUPERINDUSTRIA Y COMERCIO

Radicación : 04000491 00000000

Folios: 78

Fecha (MM): 2004-01-06 16:40:50

Trámite : 011 PCT-PAIENI 379 FASE NNCI 411 PRESENTAC

Dependencia: 2020 DIVISION DE NUEVAS CREACIONES

FORMULARIO UNICO DE SOLICITUD DE PATENTE
PCT
ENTRADA EN FASE NACIONAL

1	SOLICITUD DE:		
	☒ Patente de Invención.	☐ Patente de Modelo de Utilidad.	
	☐ Capítulo I.	☒ Capítulo II.	
2	SOLICITANTE (71)	Nombre: BASF CORPORATION sociedad constituida y existente bajo las leyes del estado de New Jersey, Estados Unidos de América Dirección: 3000 Continental Drive-North Mount Olive, NJ 07828-1234 Estados Unidos de América Domicilio: Mount Olive, New Jersey Estados Unidos de América	IDENTIFICACION C.C. ☐ NIT ☐ C.E. ☐ Otro ☐ Cual _____ Número: _____
3	REPRESENTANTE APODERADO	Nombre: EMILIO FERRERO Dirección: Carrera 4ª. No. 72-35 Teléfono: 347 38 11 Fax:: 217 92 11 E-mail: <u>clientes@camyp.com.</u> Domicilio: Bogotá, Colombia.	IDENTIFICACION C.C. ☒ NIT ☐ C.E. ☐ Otro ☐ Cual _____ Número: <u>438.019</u> T.P. <u>31.929</u>
4	INVENTOR (ES) (72)	1. Otto M. ILG 6 Westwood Road, Asheville, NC 28803, Estados Unidos de América 2. Harry Y. HU 108 Birch River Road, Greenville, SC 29611, Estados Unidos de América	
5	PCT (86) Solicitud Internacional No. <u>PCT/EP02/04598</u> Fecha: <u>25 de abril de 2002</u> Publicación Internacional No. <u>WO 02/098965 A1</u> Fecha: <u>12 de diciembre de 2002</u>		
6	Título (54) MÉTODO PARA LA OBTENCIÓN DE UN POLÍMERO A PARTIR DE UNA COMPOSICIÓN DE PRECURSOR DE POLÍMERO		
7	Clasificación Internacional (51) <u>C08K 5/00</u>		
8	Prioridad SI ☒ NO ☐	(33) País de Origen <u>USA</u>	(32) Fecha <u>06 de junio de 2001</u>
			(31) Número de Solicitud <u>60/296.381</u>
9	Comprobante de pago No.: <u>03-83.458 ; 04-888</u> Fecha: <u>22 de diciembre de 2003 ; 6 de enero de 2004</u>		

10

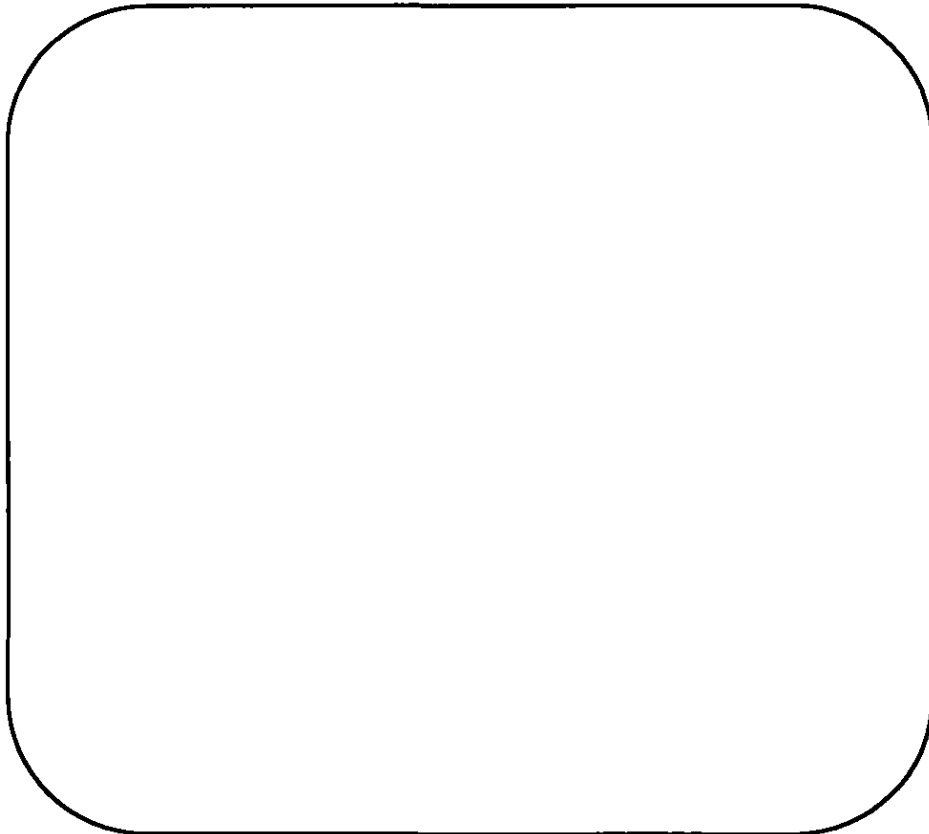
Anexos:

2

- ☒ Comprobante de pago de la tasa de presentación de la solicitud por \$ 422.000.00.
- ☐ Comprobante de pago por reivindicación de prioridad.
- ☒ Documento que acredita la existencia y representación legal cuando el solicitante sea persona jurídica.
- ☒ Poderes, si fuere el caso.
- ☐ Documento de cesión del inventor al solicitante o a su causante.
- ☐ Declaraciones.
- ☒ Copia de la solicitud internacional. (Resumen, descripción, reivindicaciones, dibujos)
- ☒ Traducción de la solicitud internacional al castellano. (Resumen, descripción, reivindicaciones, dibujos)
- ☒ Copia del examen preliminar efectuado por la IPEA.
- ☒ Traducción del examen preliminar efectuado por la IPEA.
- ☐ De ser el caso, copia del contrato de acceso.
- ☐ De ser el caso, documento que acredite la licencia o autorización de uso de conocimientos tradicionales de las comunidades indígenas.
- ☐ De ser el caso, certificado de depósito del material biológico.
- ☐ Arte final 12x12
- ☐ De ser el caso, información sobre otras solicitudes de patente o títulos obtenidos en el extranjero por el mismo titular o su causante, relacionadas parcial o totalmente con la invención de esta solicitud.
- ☐ Otros

11

FIGURA CARACTERISTICA:



12

Solicito la concesión de la patente,

NOMBRE: EMILIO FERRERO

FIRMA:

C.C. 438.019 de Usaquén T.P. 31.929

DLM



CONSULADO GENERAL DE COLOMBIA
10 EAST 46TH STREET, NUEVA YORK, NY 10017
TEL. (212) 370-0004 FAX (212) 972-1725

US440
0048

LA SUSCRITA CONSUL DE COLOMBIA

VISTOS LOS DOCUMENTOS PRESENTADOS POR LOS INTERESADOS

C E R T I F I C A

Que ante el (la) Sr. (a) **JOAN BRAMHALL**, County Clerk of Morris del estado de New Jersey, se encuentra registrado como notario (a) Público (a) de y para el Estado de Nueva Jersey, Estados Unidos de América, el Sr(a) **KARIN A NORRMAN**, quien ejerce las funciones allí expresadas y que la firma y sello que aparece en el documento como suyos, son los que usa y acostumbra en sus actos oficiales;

Que quien firma el precedente documento Sr. (a) **BRIAN W. STEGMAN.**, quien esta facultado (a) en su calidad de Representante legal de **BASF CORPORATION.**, Compañía debidamente constituida y existente bajo las leyes del estado de Delaware, USA;

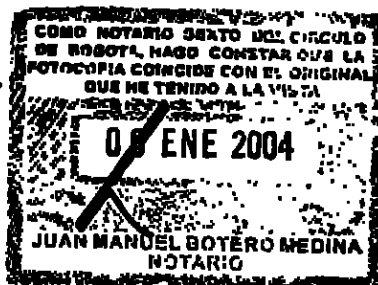
Que ha tenido a la vista los documentos probatorios de los hechos citados por el Notario Público, los cuales forman parte integral del presente documento.

Se expide la anterior certificación de conformidad con el artículo 259 del Código de Procedimiento Civil y 480 del Código de Comercio y a solicitud del interesado a los 24 días del mes de Junio de 1998.

NO SE ASUME RESPONSABILIDAD POR EL CONTENIDO DEL DOCUMENTO ADJUNTO.

PAGADO IMPUESTO DE TIMBRE Y DERECHOS CONSULARES
VALOR CINCUENTA Y SIETE DOLARES US\$57.00 RECIBO No. 206992-2

MARTELLA CORDOBA R.
Consul



JUN 24 1998

NO SE ASUME
RESPONSABILIDAD POR EL TEXTO

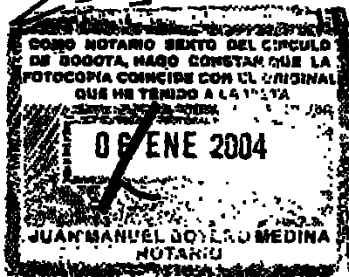
99 JUL -8 PM 12:35

JEFE DE LEGALIZACIONES
SANTAFE DE BOGOTA D.C.

MINISTERIO DE RELACIONES
EXTERIORES

27/11/8
Maria Cordoba

CUYA FIRMA APARECE EN EL
DOCUMENTO DESEMPEÑA
LAS FUNCIONES INDICADAS



REPRESENTACION Y PODER

For patents, utility models, industrial designs, trademarks, commercial names, trade emblems, slogans.

Para patentes, modelos de utilidad, diseños industriales, marcas de fábrica, nombres comerciales, enseñas, lemas comerciales.

REPRESENTATION AND
POWER OF ATTORNEY

I (we), the undersigned/Yo (nosotros), abajo firmado (s)
BASF CORPORATION

of/domiciliado (s) en 3000 Continental Drive-
North Mount Olive, New Jersey 07828-1234,
United States of America,

por el presente nombramos a EMILIO FERRERO, tpa. 31929; GONZALO PERDOMO, tpa. 831; LUZ CLEMENCIA DE PAEZ, tpa. 23555 y GERMAN CAVELIER, tpa. 832, domiciliados en la Carrera 4ª N° 72-35, Bogotá, Colombia, en obediencia a lo dispuesto en el parágrafo 1º del Artículo 543 del Código de Comercio, el primero como principal y los demás como suplentes, en su orden, como mis (nuestros) representantes en todos los asuntos de propiedad industrial con facultad para recibir notificaciones y nombrar apoderados judiciales o extrajudiciales. El primer representante suplente reemplazará al principal en caso de ausencia o impedimento temporal o definitivo de aquél. La misma regla se aplicará cuando el segundo representante suplente haya de reemplazar al primero, o el tercero al segundo. En tales casos, el representante principal, o el primero, o segundo suplente, en su caso, o ambos, declararán su intención de no ejercer la representación mediante declaración autenticada por Notario Público en Colombia, o por Notario u otro Funcionario Público, o Cónsul de Colombia, en el extranjero; y si se tratare de impedimento, con el certificado respectivo. Si alguno de los nombrados faltare definitivamente, el siguiente tomará su lugar. Cuando cesare la ausencia o impedimento del representante principal, o de su primero o segundo suplentes, en su caso, podrán ejercer la representación, en su orden, uno u otros según el caso, asumiéndola por el solo hecho de ejercerla, cesando en ese momento el ejercicio de la representación por el primero, segundo o tercer suplente en su caso.

Además, confiero (conferimos) poder a los abogados arriba nombrados, para obtener la protección de mi (nuestra) propiedad industrial y contra la competencia desleal, a cuyo efecto autorizo (amos) a los dichos apoderados para que me (nos) representen ante cualesquiera entidades o personas, ejerzan o no jurisdicción, especialmente ante las del orden administrativo, contencioso-administrativo y judicial, así como los tribunales de arbitramento, en todo lo concerniente a los siguientes asuntos: a) Obtención de patentes de invención, modelos de utilidad y diseños industriales; el registro de marcas de fábrica, colectivas, defensivas, de servicio, lemas comerciales, nombres comerciales, enseñas, variedades vegetales y denominaciones de origen; su renovación, traspaso, cambio de nombre o domicilio, cancelación voluntaria; y el registro de licencias de uso de esos derechos; b) Las acciones de competencia desleal, protección del consumidor, oposiciones u observaciones, cancelación administrativa y judicial, nulidad, medidas cautelares, concesión de licencias, la tutela, la protección de secretos industriales, y en general los juicios civiles, penales, administrativos o contencioso-administrativos relacionados con estos derechos; acciones y procesos que promovamos o se nos promuevan. Y para que en todos los asuntos arriba determinados, puedan sustituir este mandato, transigir, conciliar, admitir los hechos del proceso, desistir, cancelar, recibir, renunciar, y ratificar los actos de agentes oficiosos.

In due compliance with the terms of paragraph 1st. of article 543 of the Commercial Code, do hereby appoint EMILIO FERRERO, tpa. 31929; GONZALO PERDOMO, tpa. 831; LUZ CLEMENCIA DE PAEZ, tpa. 23555 and GERMAN CAVELIER, tpa. 832; domiciled at Carrera 4ª N° 72-35, Bogotá, Colombia, the first as principal and the others as alternates, in the order of their appointment, as our representatives for all industrial property matters with faculty to receive notifications and to appoint attorneys in and out of Court. The first alternate shall replace the principal in case of his absence or of temporal or definitive impediment. The same rule will apply when the second alternate representative is to replace the first one, or when the third is to replace the first or second alternates in their turn, or both of them, second. In such cases, the principal representative, or the first or second alternates in their turn, or both of them, shall state their intention not to act as representatives through a declaration given before a Notary Public in Colombia, or before a Notary or another Public Official or a Colombian Consul abroad; and in case of impediment, the appropriate certificate shall suffice. If any of the appointees were to be definitely absent, the following alternate shall take his place. When the absence or impediment of the principal representative, or of the first or second alternate in their turn ceases, the representation can be taken again in their sequence, by the principal, the first or second alternate depending on case, and the mere fact of its exercise will suffice. The exercise of the representation by the first, second or third alternates in their turn shall end at such time.

In addition, we grant a Power of Attorney in favor of the above-named attorneys-at-law so that they may obtain the protection of my (our) industrial property and against the unfair competition, for which purpose I (we) authorize the said attorneys to represent me (us) before any authorities or persons, with or without jurisdiction, specially those administrative, administrative contentious and judicial, as well as before Arbitration Court, in all matters concerning the following: a) Obtainment of patents, utility models and industrial designs; the registration of trademarks, collective, defensive and service marks, slogans, commercial names, trade emblems, vegetal varieties and denominations of origin; its renewal, assignment, change of name or domicile, voluntary cancellation; and the registration of licenses of use of the above rights; b) Actions of unfair competition, protection to the consumer, oppositions or observations, administrative or Court cancellation, nullity, infringement, the action for writ mandamus, the protection of trade secrets, and in general the civil, penal and administrative suits relating to those rights; actions and suits instituted by me (us) or against me (us). And that in all the above matters they may substitute this Power of Attorney, compromise, conciliate, admit the facts of the case, desist, cancel, receive, renounce, and ratify acts done by representatives without a power of attorney.

Given and signed this/Dado y firmado hoy _____

In/en _____

CAVELIER ABOGADOS
WPPODERE-181 (MINUTA N° 12.1.1.2.6 USA)

Firma

CERTIFICADO NOTARIAL (INDIVIDUO)

A los 2 días del mes de junio de 19 99
ante mí, Notario Público del Estado de New Jersey
compareció(eron) personalmente Brian W. Stegman

a quien(es) doy fe de conocer y me consta que es(son) la(s)
persona(s) firmante(s) del documento que precede, y quien(es)
tiene(n) capacidad legal para otorgarlo.

Notario Público — Notary Public

CERTIFICADO NOTARIAL (SOCIEDAD)

Hoy, 2 de junio de 19 99
compareció(eron) ante mí
Brian W. Stegman

a quien(es) conozco personalmente y que firma(n) este documento
en representación de la Sociedad/compañía
denominada BASF CORPORATION

Certifico:

1. Que he visto los siguientes documentos:
Certificado de Constitución Delaware, Estados
Unidos de América, 11 de agosto, 1977
Consentimiento unánime por Escrito de la Junta
Directiva de Parsippany, New Jersey, EE.UU.,
20 de diciembre de 1991

2. Que dichos documentos prueban lo siguiente:

2.1. Que BASF CORPORATION
es una Sociedad/Compañía
de acuerdo con las leyes de Delaware

2.2. Que el domicilio de dicha Sociedad/Compañía es
3000 Continental Drive- North Mount Olive,
New Jersey 07828-1234, Estados Unidos de
América.

2.3. Que el objeto u objeto para los cuales se otorga el presente
poder están comprendidos dentro del objeto social de la
mencionada Sociedad/Compañía.

2.4. Que el(los) Sr.(Sres.) Brian W. Stegman

está(n) autorizado(s) para otorgar el presente Poder.

Ciudad Mt. Olive
Estado New Jersey
Hoy 2 de junio de 19 99

Notario Público — Notary Public

* Los documentos deben identificarse con fecha y origen.

NOTARIAL CERTIFICATE (INDIVIDUAL)

On this 2 day of June
before me, a Notary Public of the State of New Jersey
personally appeared Brian W. Stegman

to me known, and known to me to be the person(s) who
executed that foregoing document, and who has(have) legal
capacity to execute it.

Karin A. Norman
NOTARY PUBLIC OF NEW JERSEY

My Commission Expires: 7/2/2001
LICENSE NO. 51744



NOTARIAL CERTIFICATE (CORPORATION)

On this 2 day of June 19 99
appeared before me
Brian W. Stegman

who(m) I know personally and who(m) signed this document as
representative(s) of the Corporation/Company
named BASF CORPORATION

I Certify:

1. That I have seen the following documents:
Certificate of Incorporation Delaware,
United States of America, August 11, 1977
Unanimous Written Consent of Board of
Directors, Parsippany, New Jersey, U.S.A.,
December 20, 1991.

2. That the above documents duly prove the following:

2.1. That BASF CORPORATION
is a Corporation/Company legally constituted and in existence
in accordance with the laws of Delaware

2.2. That the domicile of said Corporation/Company is
3000 Continental Drive- North Mount Olive,
New Jersey 07828-1234, United States of
America.

2.3. That the purpose of purposes for which the present Power
of Attorney is granted are comprised within the corporation
purposes set forth in the charter of the mentioned
Corporation/Company.

2.4. That Mr.(Messrs.) Brian W. Stegman

is(are) authorized to grant the present Power of Attorney.

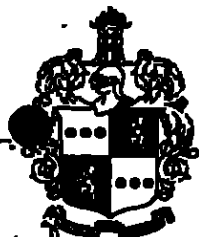
City Mt. Olive
State New Jersey
This 2 day of June 19 99

Karin A. Norman
KARIN A. NORMAN

NOTARY PUBLIC OF NEW JERSEY
My Commission Expires: 7/2/2001
LICENSE NO. 51744

* Documents must be identified with date and origin.

STATE OF NEW JERSEY
COUNTY OF MORRIS



I, Jean Bramhall, Clerk of the County of Morris holden in and for said County, do hereby certify the notary herein set forth by whom the foregoing proof, acknowledgment or affidavit taken and certified was at the time of taking such proof acknowledgment or affidavit a NOTARY PUBLIC, duly commissioned, sworn and residing in said County and State, and was such officer of this State, authorized to take and certify said proof, acknowledgment or affidavit as well as to take and certify proofs of acknowledgments of deeds for conveyance of lands, tenements or hereditaments and other instruments in Writing, to be recorded in said State; and full faith credit are and ought to be given to his/her official acts and I am well acquainted with the handwriting of said Notary and believe the signature to the instrument to which the certificate is attached is his/her genuine signature.

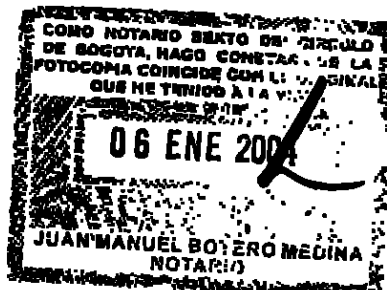
Karin A. Norman

Notary

In Testimony Whereof, I have set my hand and affixed the seal of said Court and County at Morristown.

Dated: 14 June 1999

Jean Bramhall County Clerk
Dorville Glenne Special Deputy Clerk



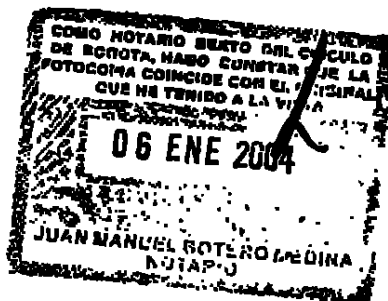
**CERTIFICACION NOTARIAL
Y AUTENTICACION CONSULAR**

1. Es necesaria la legalización con certificado notarial. El Notario Público debe certificar:
 - 1.1. Que la compañía está legalmente constituida y actualmente existente.
 - 1.2. Su domicilio.
 - 1.3. Que el propósito del poder está incluido en el objeto social de la compañía.
 - 1.4. Que el poderdante está autorizado para dar el poder en nombre de la compañía.
2. Los documentos que hay que mostrarle al Notario Público para probar los puntos anteriores, deben estar expresados en el Certificado Notarial con fecha y origen:
 - 2.1. Respecto a los puntos 1.1, 1.2 y 1.3 sugerimos referirse a los artículos de constitución con fecha y lugar de otorgamiento; y
 - 2.2. Para el punto 1.4 sugerimos mencionar la resolución de la Junta Directiva o los estatutos, según los cuales la persona que otorga el poder está autorizada para ello.
3. Enseguida el Señor Cónsul de Colombia debe autenticar la firma del Notario Público.

**NOTARIAL CERTIFICATION AND
CONSULAR AUTHENTICATION**

1. Notarial legalization is necessary. The Notary Public must certify:
 - 1.1. That the company is legally constituted and presently existent.
 - 1.2. Its place of business.
 - 1.3. That the purpose of the Power-of-Attorney is included in the activities of the company.
 - 1.4. That the grantor is empowered to give the Power of Attorney in the name of the company he represents.
2. The documents which the Notary Public had before him to prove the above points must be listed by him in the Notarial Certificate with dated and origin:
 - 2.1. In connection with points 1.1, 1.2. and 1.3 we suggest referring to the articles of incorporation with date and place of execution.
 - 2.2. For point 1.4 we suggest to mention the resolution of the Board of Directors and/or the by-laws whereby the person who grants the Power of Attorney has been authorized to give it.
3. Then the Colombian Consul must legalize the signature of the Notary Public.

NOTA PARA EL SEÑOR CONSUL COLOMBIANO: Según el artículo 259 del C. de P.C. el Señor Cónsul debe autenticar la última precedente autenticación.

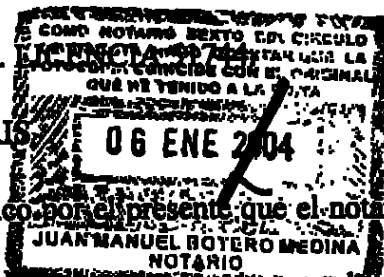


TRADUCCIÓN OFICIAL 078-99 REALIZADA POR EDUARDO CALADO NOGUERA, TRADUCTOR OFICIAL, AUTORIZADO POR RESOLUCIÓN 541 DEL MINISTERIO DE JUSTICIA DE FECHA 27 DE FEBRERO DE 1976 Y DEBIDAMENTE REGISTRADO ANTE EL MINISTERIO DE RELACIONES EXTERIORES DE COLOMBIA.

DOCUMENTO ESCRITO EN INGLÉS Y EN ESPAÑOL MEDIANTE EL CUAL BASF CORPORATION, EMPRESA DOMICILIADA EN 3000 CONTINENTAL DRIVE- NORTH MOUNT OLIVE, NEW JERSEY, 07828-1234, ESTADOS UNIDOS DE AMÉRICA, OTORGA PODER A EMILIO FERRERO, TPA 31929, GONZALO PERDOMO, TPA 831, LUZ CLEMENCIA DE PAEZ, TPA 23555 Y A GERMÁN CAVELIER, TPA 832. OTORGADO Y FIRMADO . FIRMA ILEGIBLE.

CERTIFICADO NOTARIAL DE FECHA 2 DE JUNIO DE 1999 PARA CERTIFICAR LA COMPARECENCIA PERSONAL DE BRIAN W. STEGMAN PARA OTORGAR ESTE PODER. FIRMADO: B. STEGMAN. SELLO: NOTARIO PÚBLICO DE NUEVA JERSEY. MI CARGO VENCE EL 7/2/2001. LICENCIA 51744 .

CERTIFICADO NOTARIAL PARA CERTIFICAR LA EXISTENCIA LEGAL Y EL DOMICILIO DE LA EMPRESA BASF CORPORATION COMO LA CAPACIDAD DE BRIAN STEGMAN PARA OTORGAR EL PRESENTE PODER. DADO EN MT OLIVE, NUEVA JERSEY EL 2 DE JUNIO DE 1999. FIRMADO: KARIN A NORRMAN, NOTARIO PÚBLICO DE NUEVA JERSEY. MI CARGO VENCE EL 7/2/2001. ESTADO DE NUEVA JERSEY, CONDADO DE MORRIS



Yo, Joan Bramhall, escribano del condado Morris, certifico por el presente que el notario ante quien se tomó y certificó la prueba, reconocimiento o declaración jurada anterior, era en momento de tomar la misma un notario público debidamente nombrado, juramentado y residente en dicho condado y estado, y que en calidad de funcionario de este estado, estaba debidamente autorizado para tomar y certificar dicho documento, así como también para certificar las pruebas de reconocimientos de escrituras para transferencia de tierras, finca raíz o heredades y otros documentos escritos que vayan a registrarse en dicho estado. Además que sus actos oficiales merecen pleno crédito y fe y que conozco bien la caligrafía de dicho notario y además que opino

que la firma en el documento adjunto es su firma genuina. Firmado: Karin A. Norman, notario.

En testimonio de lo anterior, he firmado y fijado el sello de esta corte y condado en Morristown.

Fechado 14 de junio de 1999. Firmado: JB, escribano del condado. Firmado: Escribano especial suplente.

Diligencia del 24 de junio de 1999 del Consulado General de Colombia en Nueva York, mediante la cual se certifica la firma y funciones de Joan Bramhall, escribano del condado de Morris y de Karin A. Norman, cónsul. Además para certificar que Brian W. Stegman está facultado como representante legal de BASF CORPORATION para firmar el documento adjunto.

Pagado impuesto de timbre y derechos consulares. Firmado: Martha Lya Córdoba R, cónsul.

La firma y funciones de Martha Córdoba se encuentran autenticados mediante diligencia 277119 del 8 de julio de 1999 por el Ministerio de Relaciones Exteriores. Firmado: Jefe de legalizaciones, Santafé de Bogotá, D.C.

Es traducción fiel y completa, de la cual se deja copia en nuestras oficinas para propósitos de comprobación.

COLO: 11577-801-001-3

WPCL002G. ID. 743

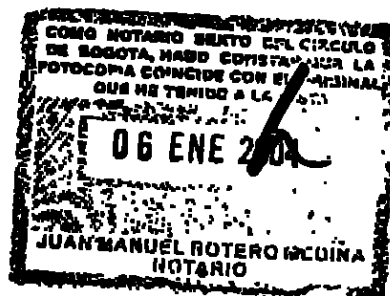
Bogotá, 16 de julio de 1999.

Eduardo Calado R.

NO SE ASUME
RESPONSABILIDAD DEL TEXTO

99 JUL 16 PM 12:25

JEFE DE LEGALIZACIONES
SANTAFÉ DE BOGOTÁ D.C.



MINISTERIO DE RELACIONES
EXTERIORES

078826

CUYA FIRMA APARECE EN EL
DOCUMENTO DESEMPEÑA
LAS FUNCIONES INDICADAS

COMO NOTARIO SEXTO DEL CIRCULO DE SANTAFE DE BOGOTA, HAGO CONSTAR QUE LAS FIRMAS DE

[Firma manuscrita]

[Firma manuscrita]

COINCIDE(N) CON LA FIRMA REGISTRADA POR EL (ELLOS) EN ESTA NOTARIA SANTAFE DE BOGOTA.

16 JUL 2003



COMO NOTARIO SEXTO DEL CIRCULO DE BOGOTA, HAGO CONSTAR QUE LA FOTOCOPIA COINCIDE CON EL ORIGINAL QUE HE TENIDO A LA VISTA

06 ENE 2004

JUAN MANUEL BUTERO MEDINA
NOTARIO

RECEIVED
JAN 12 2004

2004 JAN 12 14:52

2004

23/05/2004

(19) World Intellectual Property Organization
International Bureau



Pt: 2063/06293



(43) International Publication Date
12 December 2002 (12.12.2002)

PCT

(10) International Publication Number
WO 02/098965 A1

(51) International Patent Classification:
5/3435, C08G 69/04, 69/16, 69/48

C08K 5/00, (81)

Designated States (national): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NO, NZ, OM, PH, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, UZ, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

(21) International Application Number: PCT/EP02/04596

(22) International Filing Date: 25 April 2002 (25.04.2002)

(25) Filing Language: English

(26) Publication Language: English

(30) Priority Data:
60/296,381 6 June 2001 (06.06.2001) US

(71) Applicants: BASF CORPORATION [US/US]; 3000 Continental Drive-North, Mount Olive, NJ 07828-1234 (US). BASF AKTIENGESELLSCHAFT [DE/DE]; 67056 Ludwigshafen (DE).

(72) Inventors: ILG, Otto, M.; 6 Westwood Road, Asheville, NC 28803 (US). HU, Harry, Y.; 108 Birch River Road, Greenville, SC 29611 (US).

(74) Agents: CIMNIAK, Thomas et al.; BASF Aktiengesellschaft, 67056 Ludwigshafen (DE).

(84) Designated States (regional): ARIPO patent (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), Eurasian patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), European patent (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, TR), OAPI patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Published:

- with international search report
- before the expiration of the time limit for amending the claims and to be republished in the event of receipt of amendments

For two-letter codes and other abbreviations, refer to the "Guidance Notes on Codes and Abbreviations" appearing at the beginning of each regular issue of the PCT Gazette.

2063/06293
060401

(54) Title: METHOD OF MAKING A POLYMER FROM A POLYMER PRECURSOR COMPOSITION

(57) Abstract: A method of making a polymer is disclosed. The method includes the following steps: packaging a polymer precursor composition in a sealable container; transferring the polymer precursor composition from the sealable container to a reaction vessel; and polymerizing the polymer precursor composition. A method of making a thermoformable article from a pre-packaged polymer precursor composition is also disclosed. Further, a method of doing business, which includes the step of offering for sale a sealable container containing a polymer precursor composition, is disclosed. In addition, articles of manufacture are disclosed. One article includes a sealable container containing a polymer precursor composition.

WO 02/098965 A1

C1

Method of making a polymer from a polymer precursor composition

Description

5

The present invention is directed to a method of packaging a polymer precursor composition, and a method of making a polymer from the polymer precursor composition. The present invention is further directed to packaged polymer precursor compositions.

10

Much effort has been directed at improving the light stability of polymers, such as polyamides. One method of improving the light stability of polymers is to incorporate one or more components into the polymer structure, wherein the one or more components
15 comprise a light-stabilizing moiety. When present in the polymer chain of the resulting polymer, the light-stabilizing moiety provides enhanced light stability to the polymer. For example, nylon and nylon fibers formed by the polymerization of caprolactam in the presence of a hindered piperidine compound, such as
20 4-amino-2,2,6,6-tetramethylpiperidine (TAD), exhibit improved light stability due to the light-stabilizing TAD moiety as taught in U.S. Patents Nos. 5,851,238; 6,136,433; and 6,150,496, all of which are assigned to BASF Corporation, Mt. Olive, NJ, the entirety of all of which is incorporated herein by reference.

25

Typically, once a combination of polymer-producing components is found to produce a desired polymer, the combination of polymer-producing components is used over and over. The individual components used to produce the desired polymer are acquired separately and mixed together and then subjected to a polymerization
30 reaction. However, this conventional process has a number of shortcomings. First, there is the potential to waste a great deal of time using trial-and-error techniques trying to determine the proper ratio of individual components needed to produce a
35 polymer having optimum properties. Second, the act of measuring individual components and mixing the components together at a reaction vessel increases the likelihood of operator error, which can lead to an improper weighing of any one of the individual components, an improper molar ratio of individual components, inconsistency of polymer composition from batch-to-batch, and less
40 than desirable resulting polymer.

What is needed in the art is a method of reducing the potential for operator error in the production of a desired polymer. What
45 is also needed in the art is a method of reducing the variability in the end product during the production of a desired polymer. What is further needed in the art is a convenient method of pro-

ducing a desired polymer without having to resort to a timely trial-and-error procedure.

The present invention addresses some of the difficulties and problems discussed above by the discovery of a method of making a desired polymer, wherein a polymer precursor composition is pre-packaged such that an operator pours the polymer precursor composition into a reaction vessel without having to weigh out individual components. The method of the present invention may be applicable for producing any polymer, which is produced from two or more polymer-producing components.

Accordingly, the present invention is directed to a method of making a polymer, wherein the method comprises packaging a polymer precursor composition in a sealable container; transferring the polymer precursor composition from the sealable container to a reaction vessel; and polymerizing the polymer precursor composition. The method allows an operator to pour premeasured polymer-producing components into a reaction vessel for a batch process or a continuous process without having to weigh the individual components.

The present invention is also directed to a method of making a thermoformable article, wherein the method comprises transferring a polymer precursor composition from the sealable container to a reaction vessel; polymerizing the polymer precursor composition; and shaping the polymer.

The present invention is further directed to a method of doing business, wherein the method comprises the step of offering for sale a sealable container, which contains a polymer precursor composition.

The present invention is even further directed to an article of manufacture comprising a sealable container and a polymer precursor composition within the sealable container.

These and other features and advantages of the present invention will become apparent after a review of the following detailed description of the disclosed embodiments and the appended claims.

To promote an understanding of the principles of the present invention, descriptions of specific embodiments of the invention follow and specific language is used to describe the specific embodiments. It will nevertheless be understood that no limitation of the scope of the invention is intended by the use of specific language. Alterations, further modifications, and such

further applications of the principles of the invention discussed are contemplated as would normally occur to one ordinarily skilled in the art to which the invention pertains.

5 The present invention is directed to a method of making a polymer. The method of the present invention is suitable for making any polymer composed of at least two monomers or polymer-forming components. The method of making a polymer comprises the steps of packaging a polymer precursor composition in a sealable container; transferring the polymer precursor composition from the
10 sealable container to a reaction vessel; and polymerizing the polymer precursor composition. Desirably, the polymer precursor composition comprises at least two monomers or polymer-forming components, which polymerize in the presence of an initiator.

15

As used herein, the term "reaction vessel" includes vessels for use in a batch process, as well as, vessels for use in a continuous process. For example, reaction vessels for use in a batch process include, but are not limited to, a sealable mixing tank.

20 In addition, reaction vessels for use in a continuous process include, but are not limited to, an extruder, or a mixing unit leading to an extruder.

In one embodiment of the present invention, the method of making
25 a polymer further comprises one or more of the following steps: adding a polymerization initiator to the reaction vessel; adding one or more chain regulators to the reaction vessel; heating the reaction vessel; and pressurizing the reaction vessel.

30 The present invention is also directed to a method of making a thermoformable article. The method of making a thermoformable article may be used to make any thermoformable article including, but not limited to, fibers, films, and molded articles. The method of making a thermoformable article comprises the steps of
35 transferring a polymer precursor composition from a sealable container to a reaction vessel; polymerizing the polymer precursor composition to form a polymer; and shaping the polymer. Suitable shaping processes include, but are not limited to, extrusion, pultrusion, and batch molding. Desirably, the thermoformable
40 article is a fiber or film. More desirably, the thermoformable article is a fiber.

The method of the present invention is particularly useful in the preparation of light-stabilized polyamides and thermoformable
45 articles formed therefrom. Suitable light-stabilized polyamides include, but are not limited to, polyamides disclosed in U.S. Patents Nos. 5,851,238; 6,136,433; and 6,150,496, all of which

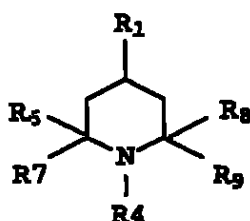
are assigned to BASF Corporation, Mt. Olive, NJ, and all of which are incorporated herein by reference. The polyamides, disclosed in U.S. Patents Nos. 5,851,238, 6,136,433, and 6,150,496, are produced by polymerizing caprolactam in the presence of water, an optional carboxylic acid chain regulator, and a hindered piperidine derivative. By preparing a polymer precursor composition comprising, for example, a desired ratio of caprolactam and a hindered piperidine derivative, the polyamides of U.S. Patents Nos. 5,851,238, 6,136,433, and 6,150,496 may be prepared according to the present invention.

In one embodiment of the present invention, light-stabilized polyamides and light-stabilized polyamide articles, including fibers, are made using a polymer precursor composition. In this embodiment, the method of making light-stabilized polyamides comprises the steps of packaging a polymer precursor composition in a sealable container, wherein the polymer precursor composition comprises caprolactam and a hindered piperidine derivative; transferring the polymer precursor composition from the sealable container to a reaction vessel; and polymerizing the polymer precursor composition to form a polyamide. In a further shaping step, light-stabilized polyamide fibers are made by extruding the polyamide to form fibers. Desirably, the polymer precursor composition comprises caprolactam and 4-amino-2,2,6,6-tetramethylpiperidine (TAD).

One advantage of the method of the present invention is the ability to measure a desired amount of each of the components of the polymer precursor composition in a controlled environment. Quality control measurements may be taken to accurately determine the composition of the polymer precursor mixture prior to packaging, as opposed to discovering an improper combination of components in a polymerization vessel. In-line sample testing and process control techniques may be used to check and adjust the composition of the polymer precursor mixture while producing large quantities of polymer precursor mixture prior to packaging. Further, desired combinations of polymer precursor components having a consistent composition may be available to the consumer so that the guesswork is removed from the method of making a superior polymer. For example, if it has been determined that a desired composition for making polymer X comprises 1 mole of Component A and 0.5 moles of Component B, a prepackaged polymer precursor composition may be prepared and made available to the consumer.

In one embodiment of the present invention, it has been determined that a desired composition for making light-stabilized polyamide comprises from about 0.08 to about 0.40 weight percent of 4-amino-2,2,6,6-tetramethylpiperidine (TAD) in caprolactam, based on the total weight of the caprolactam/TAD mixture. More desirably, a composition for making light-stabilized polyamide comprises from about 0.10 to about 0.30 weight percent of 4-amino-2,2,6,6-tetramethylpiperidine (TAD) in caprolactam, based on the total weight of the caprolactam/TAD mixture. Even more desirably, a composition for making light-stabilized polyamide comprises 0.15 weight percent of 4-amino-2,2,6,6-tetramethylpiperidine (TAD) in caprolactam, based on the total weight of the caprolactam/TAD mixture. Therefore, one desired polymer precursor composition of the present invention comprises caprolactam and TAD at a weight ratio of 1:0.0015 (i.e., 1 kg of caprolactam to 1.5 g of TAD).

It should be noted that the present invention is applicable for producing many polymers and polymer fibers using a pre-packaged polymer precursor composition. For example, in the preparation of polyamide and polyamide fibers, a suitable pre-packaged polymer precursor composition may comprise caprolactam in combination with one or more light stabilizing components. Suitable light stabilizing components include, but are not limited to, hindered amines, hindered phosphites, hindered phosphonites, and hindered phenols, and a combination thereof. Suitable hindered amines for use in the present invention include, but are not limited to, amines having the following structure



wherein R_1 represents $-NR_2R_3$;
 R_2 and R_3 each independently represent hydrogen or an alkyl group containing from 1 to 7 carbon atoms;
 R_4 represents hydrogen, an alkyl group containing from 1 to 20 carbon atoms, or $-OR_5$;
 R_5 represents hydrogen or an alkyl group containing from 1 to 20 carbon atoms; and
 R_6 , R_7 , R_8 and R_9 each independently represent hydrogen or an alkyl group containing from 1 to 7 carbon atoms. Desirably, R_4 and R_5 each independently represent hydrogen or an alkyl group containing from 1 to 7 carbon atoms. Other suitable hindered amines include, but are not limited to, aromatic hindered amines

sold under the trade designations NYLOSTABTM S-EED from Clariant Corporation (Charlotte, NC); and TINUVIN[®] 765, TINUVIN[®] 770, and TINUVIN[®] 622 available from Ciba Specialty Chemicals Corporation (Tarrytown, NY).

5

Suitable hindered phosphites and phosphonites for use in the present invention include, but are not limited to, hindered phosphites and hindered phosphonites sold under the trade designations IRGAFOS[®] 168, IRGAFOS[®] TNPP, and IRGAFOS[®] P-EPQ, all of which are available from Ciba Specialty Chemicals Corporation (Tarrytown, NY).

Suitable hindered phenols for use in the present invention include, but are not limited to, hindered phenols sold under the trade designations IRGANOX[®] 245, IRGANOX[®] 1098, IRGANOX[®] 259, IRGANOX[®] 1135, IRGANOX[®] 1010, IRGANOX[®] 1222, IRGANOX[®] 1076, IRGANOX[®] 1330, IRGANOX[®] 1425, and IRGANOX[®] MD1024, all of which are available from Ciba Specialty Chemicals Corporation (Tarrytown, NY).

20

Suitable blends, such as blends of hindered phenols and phosphites, for use in the present invention include, but are not limited to, compositions sold under the trade designations IRGANOX[®] B215, IRGANOX[®] B225, IRGANOX[®] B561, IRGANOX[®] B900, and IRGANOX[®] B1171, all of which are available from Ciba Specialty Chemicals Corporation (Tarrytown, NY).

Further, in the preparation of polyamide and polyamide fibers, a suitable pre-packaged polymer precursor composition may comprise caprolactam in combination with one or more light stabilizing components, as well as, one or more chain regulators. Any chain regulator may be used in combination with the caprolactam and the one or more light stabilizing components as long as the chain regulator does not negatively impact the pre-packaged polymer precursor composition during storage and shipping of the product. By "negatively impact" it is meant that the chain regulator does not react with any of the pre-packaged polymer precursor components, and does not inhibit interaction of the pre-packaged polymer precursor components with one another. Suitable chain regulators, which may be pre-packaged with caprolactam and one or more light stabilizing components, include, but are not limited to, many of the chain regulators disclosed in U.S. Patents Nos. 5,851,238; 6,136,433; and 6,150,496, all of which are assigned to BASF Corporation, Mt. Olive, NJ, and all of which are incorporated herein by reference.

Suitable chain regulators for use in the pre-packaged polymer precursor composition of the present invention include, but are not limited to, monocarboxylic acids, dicarboxylic acids, amines, diamines, and combinations thereof. Suitable monocarboxylic acids include, but are not limited to, acetic acid, propionic acid, and benzoic acid. Suitable dicarboxylic acids include, but are not limited to, C₄-C₁₀ alkane dicarboxylic acids, particularly adipic acid, azelaic acid, sebacic acid, decanedicarboxylic acid, and dodecanedioic acid; C₅-C₈ cycloalkane dicarboxylic acids, particularly cyclohexane-1,4-dicarboxylic acid; and benzoic dicarboxylic acids, particularly isophthalic acid, terephthalic acid, and naphthalene-2,6-dicarboxylic acid. Suitable amines include, but are not limited to, hexylamine, cyclohexylamine, octylamine, benzylamine, and 2-phenylethylamine. Suitable diamines include, but are not limited to, C₂-C₁₈ alkane diamines, particularly tetramethylene diamine, hexamethylene diamine, and dodecane diamine; C₅-C₈ cycloalkane diamines; and C₆-C₂₄ aryl diamines, particularly para-phenylene diamine, meta-phenylene diamine, meta-xylylene diamine, and para-xylylene diamine. Desirably, the chain regulator used in the pre-packaged polymer precursor composition of the present invention comprises one or more dicarboxylic acids or one or more diamines.

The chain regulator may be present in the pre-packaged polymer precursor composition of the present invention in an amount ranging from 0 to about 50 weight percent, based on the total weight of the polymer precursor composition mixture. Desirably, the one or more chain regulators are used in an amount ranging from about 0.001 to about 5.0 weight percent, based on the total weight of the polymer precursor composition mixture. More desirably, the one or more chain regulators are used in an amount ranging from about 0.01 to about 1.0 weight percent, based on the total weight of the polymer precursor composition mixture.

The pre-packaged polymer precursor compositions of the present invention may be packaged in a variety of sealable containers. As used herein, the term "sealable container" refers to a single-use or multi-use container, wherein the single-use container is opened and all of the pre-packaged polymer precursor composition is emptied from the container, while the multi-use container is opened, at least a portion of the pre-packaged polymer precursor composition is emptied from the container, and the container is closed or resealed. Suitable containers include, but are not limited to, metal containers, plastic containers, paper containers, or combinations thereof. The size of the sealable container may vary as desired. The sealable container may range in size from as small as a one-pound container to as large as a tank

on a truck or a rail car. Desirably, the sealable container is a plastic-lined paper container. More desirably, the sealable container is a polyethylene-lined paper bag capable of containing 55 pounds (25 kg) of pre-packaged polymer precursor composition.

5

The pre-packaged polymer precursor composition of the present invention may be used in any conventional polymerization method. The pre-packaged polymer precursor composition of the present invention eliminates the need for an operator to weigh and then

10 combine two or more polymer-forming components during the polymerization process. Instead, an operator transfers a desired amount of the pre-packaged polymer precursor composition to a reaction vessel, and then combines one or more additional materials with the pre-packaged polymer precursor composition.

15 Additional materials include, but are not limited to, components such as polymerization initiators and chain regulators. In the case of polyamides, a pre-packaged polymer precursor composition comprising caprolactam and a hindered amine may be transferred from a sealable container to a reaction vessel, and then combined
20 with additional materials including water (i.e., initiator) and an optional chain regulator, such as a carboxylic acid. See U.S. Patents Nos. 5,851,238; 6,136,433; and 6,150,496 for a complete description of polymerization methods for forming polyamides.

25 The present invention is further directed to a method of doing business, wherein the method comprises the step of offering for sale a sealable container containing a polymer precursor composition comprising two or more polymer-forming components. The method of doing business may include one or more additional steps
30 such as determining a desired ratio of two or more polymer-forming components; preparing a polymer precursor composition comprising two or more polymer-forming components; preparing a polymer precursor composition comprising two or more polymer-forming components according to a customer's specifications; packaging
35 the polymer precursor composition in a sealable container; advertising the availability of specialty polymer precursor compositions; taking orders for specialty polymer precursor compositions in person, over the phone, or over the Internet; selling the polymer precursor composition in a sealable container; shipping
40 the sealable container containing a polymer precursor composition; and delivering the sealable container containing a polymer precursor composition to a customer.

In one embodiment of the present invention, the method of doing
45 business comprises the step of offering for sale a sealable container containing a polymer precursor composition comprising two or more polyamide-forming components. Desirably, the method of

doing business comprises the step of offering for sale a sealable container containing a polymer precursor composition comprising caprolactam and a light-stabilizing component. More desirably, the method of doing business comprises the step of offering for sale a sealable container containing a polymer precursor composition comprising caprolactam and 4-amino-2,2,6,6-tetramethylpiperidine (TAD). Even more desirably, the method of doing business comprises the step of offering for sale a sealable container containing a polymer precursor composition comprising from about 0.08 to about 0.40 weight percent of 4-amino-2,2,6,6-tetramethylpiperidine (TAD) in caprolactam, based on the total weight of the caprolactam/TAD mixture. Even more desirably, the method of doing business comprises the step of offering for sale a sealable container containing a polymer precursor composition comprising from about 0.10 to about 0.30 weight percent of 4-amino-2,2,6,6-tetramethylpiperidine (TAD) in caprolactam, based on the total weight of the caprolactam/TAD mixture. Even more desirably, the method of doing business comprises the step of offering for sale a sealable container containing a polymer precursor composition comprising 0.15 weight percent of 4-amino-2,2,6,6-tetramethylpiperidine (TAD) in caprolactam, based on the total weight of the caprolactam/TAD mixture.

The present invention is even further directed to an article of manufacture comprising a sealable container containing a polymer precursor composition comprising two or more polymer-forming components. The sealable container may be any container capable of storing the polymer precursor composition. Suitable containers include containers as described above.

30

In one embodiment of the present invention, the article of manufacture comprises a sealable container containing a polymer precursor composition comprising two or more polyamide-forming components. Desirably, the article of manufacture comprises a sealable container containing a polymer precursor composition comprising caprolactam and a light-stabilizing component. More desirably, the article of manufacture comprises a sealable container containing a polymer precursor composition comprising caprolactam and 4-amino-2,2,6,6-tetramethylpiperidine (TAD). Even more desirably, the article of manufacture comprises a sealable container containing a polymer precursor composition comprising from about 0.08 to about 0.40 weight percent of 4-amino-2,2,6,6-tetramethylpiperidine (TAD) in caprolactam, based on the total weight of the caprolactam/TAD mixture. Even more desirably, the article of manufacture comprises a sealable container containing a polymer precursor composition comprising from about 0.10 to about 0.30 weight percent of 4-amino-2,2,6,6-tetra-

methylnpiperidine (TAD) in caprolactam, based on the total weight of the caprolactam/TAD mixture. Even more desirably, the article of manufacture comprises a sealable container containing a polymer precursor composition comprising 0.15 weight percent of
5 4-amino-2,2,6,6-tetramethylnpiperidine (TAD) in caprolactam, based on the total weight of the caprolactam/TAD mixture.

The present invention is further illustrated by the following examples, which are not to be construed in any way as imposing
10 limitations upon the scope thereof. On the contrary, it is to be clearly understood that resort may be had to various other embodiments, modifications, and equivalents thereof which, after reading the description herein, may suggest themselves to those skilled in the art without departing from the spirit of the
15 present invention and/or the scope of the appended claims.

EXAMPLES

The following test methods were used to determine physical and
20 chemical properties of the polymer articles produced in the examples that follow.

Test For Measuring End Group Content

The amino end group content was determined by dissolving about
25 2.0 grams of a polymer in about 60 cc of a phenol-methanol mixture (68:32 wt%) at 60°C. The solution was then titrated with about 0.02 N HCl at about 25°C by a potentiometric method, wherein the endpoint was determined by a steep potential increase. The carboxylic end group content was determined by dissolving about
30 0.30 grams of a polymer in about 40 cc of a mixture of benzyl alcohol at 180°C. The solution was then titrated with about 0.03 N t-butyl ammonium hydroxide at about 80°C to about 100°C by a potentiometric method, wherein the endpoint was determined by a steep potential increase.

35

The AATCC 16E Test Method For Lightfastness

The procedure used to conduct the AATCC test method 16E is described herein. Swatches of fabric having dimensions of 2.75
40 in (6.99 cm) x 4.70 in (11.94 cm) were cut from a woven fabric with the longest dimension of the fabric swatch being parallel to the machine direction of the fabric. The fabric samples were secured in a sample holder having front and back covers to produce a test specimen. The front cover of the sample holder had
45 an opening so as to produce a fabric exposure area of 1.2 in (3.05 cm) x 1.2 in (3.05 cm).

The test specimen was exposed to UV light at 420 nm from a water-cooled xenon-arc machine, an Atlas C135 Xenon-Arc WEATHER-O-METER®. The black panel temperature was set at 63°C, the dry bulb temperature was set at 43°C, and the humidity was set at 30%. The test specimen was exposed to a total of 2125 kJ of exposure in five 425 kJ increments.

Strength Retention Test

- 10 The strength retention test used to determine yarn strength after exposure to ultraviolet (UV) light is described herein. Fabric samples were exposed to UV light as described in the AATCC 16B Test Method For Lightfastness described above. The strength of yarn raveled from the fabric prior to exposure, as well as, yarn raveled from the fabric after exposure to UV light was measured using an INSTRON™ machine model 4502. The strength retention was determined as shown below:

$$\text{Strength Retention (\%)} = \frac{(\text{Yarn Strength After UV Exposure})}{(\text{Yarn Strength Prior to UV Exposure})} \times 100$$

EXAMPLE 1

Preparation of A Packaged Nylon Fiber Precursor Composition

- 25 Into a 100 gallon stainless steel mixing vessel was added 300 kg of caprolactam and 450 g of 4-amino-2,2,6,6-tetramethylpiperidine (TAD). After mixing, a caprolactam/TAD mixture containing 0.15 wt% 4-amino-2,2,6,6-tetramethylpiperidine (TAD) was distributed into 55-gallon drums lined with a polyethylene film. The container was sealed.

EXAMPLE 2

- 35 Preparation of Nylon Pellets Using a Prepackaged Fiber Precursor Composition

- The sealed container of Example 1 was opened. The fiber precursor composition was added to 1800 g of water and 135 g of propionic acid. The resulting mixture was charged into a 250-liter autoclave. The mixture in the autoclave was heated to 270°C in one hour while the pressure was increased to 60 psi (3102 mm Hg). After holding the mixture at 60 psi for 30 minutes, the pressure was slowly released. To accelerate polymerization, the system was placed under a vacuum of 400 mm Hg for 75 minutes.

The polymer was then extruded under a positive nitrogen pressure and cut into chips. The chips were washed with hot water (90°C) and dried in a tumble dryer. The relative viscosity measured 2.71. The amino group content measured 42 meq/kg, and the 5 carboxylic end group content measured 45 meq/kg.

EXAMPLE 3

Preparation of Nylon Pellets Using a Prepackaged Fiber Precursor 10 Composition

The sealed container of Example 1 was opened. The fiber precursor composition was added to 1800 g of water and 240 g of adipic acid. The resulting mixture was charged into a 250-liter autoclave. 15 The mixture in the autoclave was heated to 270°C in one hour while the pressure was increased to 60 psi (3102 mm Hg). After holding the mixture at 60 psi for 30 minutes, the pressure was slowly released. To accelerate polymerization, the system was placed under a vacuum of 500 mm Hg for 45 minutes.

20

The polymer was then extruded under a positive nitrogen pressure and cut into chips. The chips were washed with hot water (90°C) and dried in a tumble dryer. The relative viscosity measured 2.67. The amino group content measured 37 meq/kg, and the 25 carboxylic end group content measured 70 meq/kg.

EXAMPLE 4

Preparation of Solution-Dyed Nylon Fibers Using a Prepackaged 30 Fiber Precursor Composition

Samples of nylon-6 polymer from Examples 2 and 3, as well as, commercially available nylon-6 polymer (ULTRAMID B nylon-6 available from BASF corporation of Mount Olive, NJ) were extruded using a small-scale extruder at 260-265°C. Opal Gray color concentrate was mixed with the nylon-6 polymer material, and fed to a spinning machine through volumetric feeders. The extruded filaments were cooled and solidified by a stream of quench air at 15°C. After the application of a spin finish, the yarns were 40 drawn at a draw ratio of 3.3 and textured in a texture jet at 215°C. The yarns were taken off at a draw roll speed of about 2350 m/min. The final yarns formed from Examples 2 and 3 polymer samples and the ULTRAMID B nylon-6 polymer had a yarn construction of 1288 denier/58 filaments.

45

EXAMPLE 5

Strength Retention Testing of Nylon Fibers Using an AATCC 16E Test Method

5

Knitted fabric samples were produced by knitting fabrics using the three types of yarns produced in Example 4. Fabrics were knitted on a knitting machine, Model 6-CK, manufactured by I-R Machine Sales, Inc. (Chickamauga, GA) using the following settings: 6 inch-diameter, and 90 needles. The strength retention of yarn samples removed from the fabric samples were measured after exposure to UV light according to AATCC 16E Test Method described above.

15 The TAD-containing polymer fibers were found to have superior strength retention properties when compared to fibers produced from commercially available nylon-6 polymer (ULTRAMID B nylon-6). The TAD-containing polymer fibers retained more than 85% of their strength after 2125 KJ of exposure. However, the fibers produced
20 from ULTRAMID B nylon-6 only retained about 40% of their strength after 2125 KJ of exposure.

While the specification has been described in detail with respect to specific embodiments thereof, it will be appreciated that
25 those skilled in the art, upon attaining an understanding of the foregoing, may readily conceive of alterations to, variations of, and equivalents to these embodiments. Accordingly, the scope of the present invention should be assessed as that of the appended claims and any equivalents thereto.

30

35

40

45

Claims

What is claimed is:

5

1. A method of making a polymer, wherein the method comprises:
packaging a polymer precursor composition in a sealable container, wherein the polymer precursor composition comprises two or more polymer-forming components;
10 transferring the polymer precursor composition from the sealable container to a reaction vessel; and
polymerizing the polymer precursor composition.
2. The method of Claim 1, wherein the two or more polymer-forming components comprise caprolactam and a light-stabilizing compound.
15
3. The method of Claim 2, wherein the light-stabilizing compound comprises 4-amino-2,2,6,6-tetramethylpiperidine.
20
4. The method of Claim 1, wherein the polymer precursor composition comprises a mixture of 1 part by weight of caprolactam and 0.0015 parts by weight of 4-amino-2,2,6,6-tetramethylpiperidine.
25
5. The method of Claim 1, further comprising adding one or more additional materials to the reaction vessel.
6. The method of Claim 5, wherein the one or more additional materials comprise a polymerization initiator, a chain regulator, or a combination thereof.
30
7. A method of making a thermoformable article comprising shaping the polymer made from the method of Claim 1.
35
8. A method of making a fiber comprising extruding the polymer made from the method of Claim 1.
9. A method of doing business, wherein the method comprises:
40 offering for sale a sealable container containing a polymer precursor composition, wherein the polymer precursor composition comprises two or more polymer-forming components.
10. The method of Claim 9, wherein the two or more polymer-forming components comprise caprolactam and a light-stabilizing compound.
45

11. The method of Claim 10, wherein the light-stabilizing compound comprises 4-amino-2,2,6,6-tetramethylpiperidine.
12. The method of Claim 9, wherein the polymer precursor composition comprises a mixture of 1 part by weight of caprolactam and 0.0015 parts by weight of 4-amino-2,2,6,6-tetramethylpiperidine.
13. The method of Claim 9, further comprising one or more of the following steps: determining a desired ratio of the two or more polymer-forming components; preparing a polymer precursor composition comprising two or more polymer-forming components; preparing a polymer precursor composition comprising two or more polymer-forming components according to a customer's specifications; packaging the polymer precursor composition in a sealable container; advertising availability of polymer precursor compositions; taking orders for polymer precursor composition in person, over the phone, or over the internet; selling the polymer precursor composition in a sealable container; shipping the sealable container containing a polymer precursor composition; and delivering the sealable container containing a polymer precursor composition to a customer.
14. The method of Claim 9, further comprising:
preparing the polymer precursor composition;
packaging the polymer precursor composition in a sealable container; and
selling the packaged polymer precursor composition.
15. The method of Claim 14, further comprising:
determining a desired ratio of the two or more polymer-forming components;
advertising availability of the packaged polymer precursor composition;
taking orders for the packaged polymer precursor composition in person, by phone, or over the Internet; and
delivering the packaged polymer precursor composition to a customer.
16. An article of manufacture comprising a sealable container containing a polymer precursor composition, wherein the polymer precursor composition comprises two or more polymer-forming components.
17. The article of Claim 16, wherein the sealable container comprises a plastic container.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Intr al Application No

PCT/EP 02/04596

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	EP 0 822 275 A (BASF CORP) 4 February 1998 (1998-02-04) page 3, line 10-54 & US 5 851 238 A (D. GADOURY ET AL) 22 December 1998 (1998-12-22) cited in the application	1-8, 11, 12, 18, 19

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/EP 02/04596

Box I Observations where certain claims were found unsearchable (Continuation of Item 1 of first sheet)

This International Search Report has not been established in respect of certain claims under Article 17(2)(a) for the following reasons:

1. ☐ Claims Nos.:
because they relate to subject matter not required to be searched by this Authority, namely:
2. ☒ Claims Nos.: 9-15
because they relate to parts of the International Application that do not comply with the prescribed requirements to such an extent that no meaningful International Search can be carried out, specifically:
see FURTHER INFORMATION sheet PCT/ISA/210
3. ☐ Claims Nos.:
because they are dependant claims and are not drafted in accordance with the second and third sentences of Rule 6.4(a).

Box II Observations where unity of invention is lacking (Continuation of Item 2 of first sheet)

This International Searching Authority found multiple inventions in this International application, as follows:

1. ☐ As all required additional search fees were timely paid by the applicant, this International Search Report covers all searchable claims.
2. ☐ As all searchable claims could be searched without effort justifying an additional fee, this Authority did not invite payment of any additional fee.
3. ☐ As only some of the required additional search fees were timely paid by the applicant, this International Search Report covers only those claims for which fees were paid, specifically claims Nos.:
4. ☐ No required additional search fees were timely paid by the applicant. Consequently, this International Search Report is restricted to the invention first mentioned in the claims; it is covered by claims Nos.:

Remark on Protest

- ☐ The additional search fees were accompanied by the applicant's protest.
☐ No protest accompanied the payment of additional search fees.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No. PCT/EP 02 04596

FURTHER INFORMATION CONTINUED FROM PCT/ISA/ 210

Continuation of Box I.2

Claims Nos.: 9-15

The claims relate to subject matter for which no search is required according to Rule 39 PCT. Given that the claims are formulated in terms of such subject matter or merely specify commonplace features relating to its technological implementation, the search examiner could not establish any technical problem which might potentially have required an inventive step to overcome. Hence it was not possible to carry out a meaningful search into the state of the art (Art. 17(2)(a)(i) and (ii) PCT; see PCT Guidelines Part B Chapter VIII, 1-6).

The applicant's attention is drawn to the fact that claims, or parts of claims, relating to inventions in respect of which no international search report has been established need not be the subject of an international preliminary examination (Rule 66.1(e) PCT). The applicant is advised that the EPO policy when acting as an International Preliminary Examining Authority is normally not to carry out a preliminary examination on matter which has not been searched. This is the case irrespective of whether or not the claims are amended following receipt of the search report or during any Chapter II procedure.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

Int'l Application No

PCT/EP 02/04596

19

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
WO 9941297	A	19-08-1999	AU 2725499 A	30-08-1999
			BG 104495 A	31-01-2001
			BR 9906843 A	17-10-2000
			CA 2320338 A1	19-08-1999
			CN 1290277 T	04-04-2001
			DE 69901486 D1	20-06-2002
			DE 69901486 T2	29-08-2002
			WO 9941297 A1	19-08-1999
			EP 1053272 A1	22-11-2000
			HU 0100700 A2	28-06-2001
			JP 2002503738 T	05-02-2002
			PL 342368 A1	04-06-2001
			SI 1053272 T1	31-08-2002
			SK 6362000 A3	12-02-2001
			TR 200002324 T2	21-12-2000
			US 6150496 A	21-11-2000
			ZA 9901130 A	14-08-2000
WO 9946323	A	16-09-1999	BG 104746 A	30-04-2001
			BR 9908608 A	14-11-2000
			CA 2323360 A1	16-09-1999
			CN 1294611 T	09-05-2001
			WO 9946323 A1	16-09-1999
			EP 1062270 A1	27-12-2000
			HU 0102204 A2	28-10-2001
			JP 2002506102 T	26-02-2002
			PL 342814 A1	02-07-2001
			SK 11992000 A3	09-04-2001
			TR 200002589 T2	23-07-2001
			TW 448202 B	01-08-2001
			ZA 9901879 A	11-10-2000
EP 0822275	A	04-02-1998	US 5851238 A	22-12-1998
			CA 2199639 A1	01-02-1998
			EP 0822275 A2	04-02-1998
			JP 10183480 A	14-07-1998
			US 5814107 A	29-09-1998

Method of making a polymer from a polymer precursor composition

Description

5

The present invention is directed to a method of packaging a polymer precursor composition, and a method of making a polymer from the polymer precursor composition. The present invention is further directed to packaged polymer precursor compositions.

10

Much effort has been directed at improving the light stability of polymers, such as polyamides. One method of improving the light stability of polymers is to incorporate one or more components into the polymer structure, wherein the one or more components

15 comprise a light-stabilizing moiety. When present in the polymer chain of the resulting polymer, the light-stabilizing moiety provides enhanced light stability to the polymer. For example, nylon and nylon fibers formed by the polymerization of caprolactam in the presence of a hindered piperidine compound, such as

20 4-amino-2,2,6,6-tetramethylpiperidine (TAD), exhibit improved light stability due to the light-stabilizing TAD moiety as taught in U.S. Patents Nos. 5,851,238; 6,136,433; and 6,150,496, all of which are assigned to BASF Corporation, Mt. Olive, NJ, the entirety of all of which is incorporated herein by reference.

25

Typically, once a combination of polymer-producing components is found to produce a desired polymer, the combination of polymer-producing components is used over and over. The individual components used to produce the desired polymer are acquired separately and mixed together and then subjected to a polymerization reaction. However, this conventional process has a number of shortcomings. First, there is the potential to waste a great deal of time using trial-and-error techniques trying to determine the proper ratio of individual components needed to produce a

30 polymer having optimum properties. Second, the act of measuring individual components and mixing the components together at a reaction vessel increases the likelihood of operator error, which can lead to an improper weighing of any one of the individual components, an improper molar ratio of individual components, inconsistency of polymer composition from batch-to-batch, and less

40 than desirable resulting polymer.

What is needed in the art is a method of reducing the potential for operator error in the production of a desired polymer. What

45 is also needed in the art is a method of reducing the variability in the end product during the production of a desired polymer. What is further needed in the art is a convenient method of pro-

ducing a desired polymer without having to resort to a timely trial-and-error procedure.

The present invention addresses some of the difficulties and
5 problems discussed above by the discovery of a method of making a desired polymer, wherein a polymer precursor composition is pre-packaged such that an operator pours the polymer precursor composition into a reaction vessel without having to weigh out individual components. The method of the present invention may be
10 applicable for producing any polymer, which is produced from two or more polymer-producing components.

Accordingly, the present invention is directed to a method of making a polymer, wherein the method comprises packaging a polymer precursor composition in a sealable container; transferring
15 the polymer precursor composition from the sealable container to a reaction vessel; and polymerizing the polymer precursor composition. The method allows an operator to pour premeasured polymer-producing components into a reaction vessel for a batch
20 process or a continuous process without having to weigh the individual components.

The present invention is also directed to a method of making a thermoformable article, wherein the method comprises transferring
25 a polymer precursor composition from the sealable container to a reaction vessel; polymerizing the polymer precursor composition; and shaping the polymer.

The present invention is further directed to a method of doing
30 business, wherein the method comprises the step of offering for sale a sealable container, which contains a polymer precursor composition.

The present invention is even further directed to an article of
35 manufacture comprising a sealable container and a polymer precursor composition within the sealable container.

These and other features and advantages of the present invention will become apparent after a review of the following detailed
40 description of the disclosed embodiments and the appended claims.

To promote an understanding of the principles of the present invention, descriptions of specific embodiments of the invention follow and specific language is used to describe the specific
45 embodiments. It will nevertheless be understood that no limitation of the scope of the invention is intended by the use of specific language. Alterations, further modifications, and such

2d

further applications of the principles of the invention discussed are contemplated as would normally occur to one ordinarily skilled in the art to which the invention pertains.

5 The present invention is directed to a method of making a polymer. The method of the present invention is suitable for making any polymer composed of at least two monomers or polymer-forming components. The method of making a polymer comprises the steps of packaging a polymer precursor composition in a sealable container; transferring the polymer precursor composition from the
10 sealable container to a reaction vessel; and polymerizing the polymer precursor composition. Desirably, the polymer precursor composition comprises at least two monomers or polymer-forming components, which polymerize in the presence of an initiator.

15

As used herein, the term "reaction vessel" includes vessels for use in a batch process, as well as, vessels for use in a continuous process. For example, reaction vessels for use in a batch process include, but are not limited to, a sealable mixing tank.

20 In addition, reaction vessels for use in a continuous process include, but are not limited to, an extruder, or a mixing unit leading to an extruder.

In one embodiment of the present invention, the method of making
25 a polymer further comprises one or more of the following steps: adding a polymerization initiator to the reaction vessel; adding one or more chain regulators to the reaction vessel; heating the reaction vessel; and pressurizing the reaction vessel.

30 The present invention is also directed to a method of making a thermoformable article. The method of making a thermoformable article may be used to make any thermoformable article including, but not limited to, fibers, films, and molded articles. The method of making a thermoformable article comprises the steps of
35 transferring a polymer precursor composition from a sealable container to a reaction vessel; polymerizing the polymer precursor composition to form a polymer; and shaping the polymer. Suitable shaping processes include, but are not limited to, extrusion, pultrusion, and batch molding. Desirably, the thermoformable
40 article is a fiber or film. More desirably, the thermoformable article is a fiber.

The method of the present invention is particularly useful in the preparation of light-stabilized polyamides and thermoformable
45 articles formed therefrom. Suitable light-stabilized polyamides include, but are not limited to, polyamides disclosed in U.S. Patents Nos. 5,851,238; 6,136,433; and 6,150,496, all of which

are assigned to BASF Corporation, Mt. Olive, NJ, and all of which are incorporated herein by reference. The polyamides, disclosed in U.S. Patents Nos. 5,851,238, 6,136,433, and 6,150,496, are produced by polymerizing caprolactam in the presence of water, an optional carboxylic acid chain regulator, and a hindered piperidine derivative. By preparing a polymer precursor composition comprising, for example, a desired ratio of caprolactam and a hindered piperidine derivative, the polyamides of U.S. Patents Nos. 5,851,238, 6,136,433, and 6,150,496 may be prepared according to the present invention.

In one embodiment of the present invention, light-stabilized polyamides and light-stabilized polyamide articles, including fibers, are made using a polymer precursor composition. In this embodiment, the method of making light-stabilized polyamides comprises the steps of packaging a polymer precursor composition in a sealable container, wherein the polymer precursor composition comprises caprolactam and a hindered piperidine derivative; transferring the polymer precursor composition from the sealable container to a reaction vessel; and polymerizing the polymer precursor composition to form a polyamide. In a further shaping step, light-stabilized polyamide fibers are made by extruding the polyamide to form fibers. Desirably, the polymer precursor composition comprises caprolactam and 4-amino-2,2,6,6-tetramethylpiperidine (TAD).

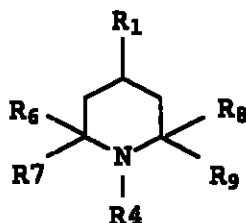
One advantage of the method of the present invention is the ability to measure a desired amount of each of the components of the polymer precursor composition in a controlled environment. Quality control measurements may be taken to accurately determine the composition of the polymer precursor mixture prior to packaging, as opposed to discovering an improper combination of components in a polymerization vessel. In-line sample testing and process control techniques may be used to check and adjust the composition of the polymer precursor mixture while producing large quantities of polymer precursor mixture prior to packaging. Further, desired combinations of polymer precursor components having a consistent composition may be available to the consumer so that the guesswork is removed from the method of making a superior polymer. For example, if it has been determined that a desired composition for making polymer X comprises 1 mole of Component A and 0.5 moles of Component B, a prepackaged polymer precursor composition may be prepared and made available to the consumer.

5

In one embodiment of the present invention, it has been determined that a desired composition for making light-stabilized polyamide comprises from about 0.08 to about 0.40 weight percent of 4-amino-2,2,6,6-tetramethylpiperidine (TAD) in caprolactam, based on the total weight of the caprolactam/TAD mixture. More desirably, a composition for making light-stabilized polyamide comprises from about 0.10 to about 0.30 weight percent of 4-amino-2,2,6,6-tetramethylpiperidine (TAD) in caprolactam, based on the total weight of the caprolactam/TAD mixture. Even more desirably, a composition for making light-stabilized polyamide comprises 0.15 weight percent of 4-amino-2,2,6,6-tetramethylpiperidine (TAD) in caprolactam, based on the total weight of the caprolactam/TAD mixture. Therefore, one desired polymer precursor composition of the present invention comprises caprolactam and TAD at a weight ratio of 1:0.0015 (i.e., 1 kg of caprolactam to 1.5 g of TAD).

It should be noted that the present invention is applicable for producing many polymers and polymer fibers using a pre-packaged polymer precursor composition. For example, in the preparation of polyamide and polyamide fibers, a suitable pre-packaged polymer precursor composition may comprise caprolactam in combination with one or more light stabilizing components. Suitable light stabilizing components include, but are not limited to, hindered amines, hindered phosphites, hindered phosphonites, and hindered phenols, and a combination thereof. Suitable hindered amines for use in the present invention include, but are not limited to, amines having the following structure

30



35

wherein R_1 represents $-NR_2R_3$;
 R_2 and R_3 each independently represent hydrogen or an alkyl group containing from 1 to 7 carbon atoms;
 R_4 represents hydrogen, an alkyl group containing from 1 to 20 carbon atoms, or $-OR_5$;
 R_5 represents hydrogen or an alkyl group containing from 1 to 20 carbon atoms; and
 R_6 , R_7 , R_8 and R_9 each independently represent hydrogen or an alkyl group containing from 1 to 7 carbon atoms. Desirably, R_4 and R_5 each independently represent hydrogen or an alkyl group containing from 1 to 7 carbon atoms. Other suitable hindered amines include, but are not limited to, aromatic hindered amines

6

sold under the trade designations NYLOSTABTM S-EED from Clariant Corporation (Charlotte, NC); and TINUVIN[®] 765, TINUVIN[®] 770, and TINUVIN[®] 622 available from Ciba Specialty Chemicals Corporation (Tarrytown, NY).

5

Suitable hindered phosphites and phosphonites for use in the present invention include, but are not limited to, hindered phosphites and hindered phosphonites sold under the trade designations IRGAFOS[®] 168, IRGAFOS[®] TNPP, and IRGAFOS[®] P-EPQ, all of which are available from Ciba Specialty Chemicals Corporation (Tarrytown, NY).

Suitable hindered phenols for use in the present invention include, but are not limited to, hindered phenols sold under the trade designations IRGANOX[®] 245, IRGANOX[®] 1098, IRGANOX[®] 259, IRGANOX[®] 1135, IRGANOX[®] 1010, IRGANOX[®] 1222, IRGANOX[®] 1076, IRGANOX[®] 1330, IRGANOX[®] 1425, and IRGANOX[®] MD1024, all of which are available from Ciba Specialty Chemicals Corporation (Tarrytown, NY).

20

Suitable blends, such as blends of hindered phenols and phosphites, for use in the present invention include, but are not limited to, compositions sold under the trade designations IRGANOX[®] B215, IRGANOX[®] B225, IRGANOX[®] B561, IRGANOX[®] B900, and IRGANOX[®] B1171, all of which are available from Ciba Specialty Chemicals Corporation (Tarrytown, NY).

Further, in the preparation of polyamide and polyamide fibers, a suitable pre-packaged polymer precursor composition may comprise caprolactam in combination with one or more light stabilizing components, as well as, one or more chain regulators. Any chain regulator may be used in combination with the caprolactam and the one or more light stabilizing components as long as the chain regulator does not negatively impact the pre-packaged polymer precursor composition during storage and shipping of the product. By "negatively impact" it is meant that the chain regulator does not react with any of the pre-packaged polymer precursor components, and does not inhibit interaction of the pre-packaged polymer precursor components with one another. Suitable chain regulators, which may be pre-packaged with caprolactam and one or more light stabilizing components, include, but are not limited to, many of the chain regulators disclosed in U.S. Patents Nos. 5,851,238; 6,136,433; and 6,150,496, all of which are assigned to BASF Corporation, Mt. Olive, NJ, and all of which are incorporated herein by reference.

Suitable chain regulators for use in the pre-packaged polymer precursor composition of the present invention include, but are not limited to, monocarboxylic acids, dicarboxylic acids, amines, diamines, and combinations thereof. Suitable monocarboxylic acids include, but are not limited to, acetic acid, propionic acid, and benzoic acid. Suitable dicarboxylic acids include, but are not limited to, C₄-C₁₀ alkane dicarboxylic acids, particularly adipic acid, azelaic acid, sebacic acid, decanedicarboxylic acid, and dodecanedioic acid; C₅-C₈ cycloalkane dicarboxylic acids, particularly cyclohexane-1,4-dicarboxylic acid; and benzoic dicarboxylic acids, particularly isophthalic acid, terephthalic acid, and naphthalene-2,6-dicarboxylic acid. Suitable amines include, but are not limited to, hexylamine, cyclohexylamine, octylamine, benzylamine, and 2-phenylethylamine. Suitable diamines include, but are not limited to, C₂-C₁₈ alkane diamines, particularly tetramethylene diamine, hexamethylene diamine, and dodecane diamine; C₅-C₈ cycloalkane diamines; and C₆-C₂₄ aryl diamines, particularly para-phenylene diamine, meta-phenylene diamine, meta-xylylene diamine, and para-xylylene diamine. Desirably, the chain regulator used in the pre-packaged polymer precursor composition of the present invention comprises one or more dicarboxylic acids or one or more diamines.

The chain regulator may be present in the pre-packaged polymer precursor composition of the present invention in an amount ranging from 0 to about 50 weight percent, based on the total weight of the polymer precursor composition mixture. Desirably, the one or more chain regulators are used in an amount ranging from about 0.001 to about 5.0 weight percent, based on the total weight of the polymer precursor composition mixture. More desirably, the one or more chain regulators are used in an amount ranging from about 0.01 to about 1.0 weight percent, based on the total weight of the polymer precursor composition mixture.

The pre-packaged polymer precursor compositions of the present invention may be packaged in a variety of sealable containers. As used herein, the term "sealable container" refers to a single-use or multi-use container, wherein the single-use container is opened and all of the pre-packaged polymer precursor composition is emptied from the container, while the multi-use container is opened, at least a portion of the pre-packaged polymer precursor composition is emptied from the container, and the container is closed or resealed. Suitable containers include, but are not limited to, metal containers, plastic containers, paper containers, or combinations thereof. The size of the sealable container may vary as desired. The sealable container may range in size from as small as a one-pound container to as large as a tank

on a truck or a rail car. Desirably, the sealable container is a plastic-lined paper container. More desirably, the sealable container is a polyethylene-lined paper bag capable of containing 55 pounds (25 kg) of pre-packaged polymer precursor composition.

5

The pre-packaged polymer precursor composition of the present invention may be used in any conventional polymerization method. The pre-packaged polymer precursor composition of the present invention eliminates the need for an operator to weigh and then

10 combine two or more polymer-forming components during the polymerization process. Instead, an operator transfers a desired amount of the pre-packaged polymer precursor composition to a reaction vessel, and then combines one or more additional materials with the pre-packaged polymer precursor composition.

15 Additional materials include, but are not limited to, components such as polymerization initiators and chain regulators. In the case of polyamides, a pre-packaged polymer precursor composition comprising caprolactam and a hindered amine may be transferred from a sealable container to a reaction vessel, and then combined
20 with additional materials including water (i.e., initiator) and an optional chain regulator, such as a carboxylic acid. See U.S. Patents Nos. 5,851,238; 6,136,433; and 6,150,496 for a complete description of polymerization methods for forming polyamides.

25 The present invention is further directed to a method of doing business, wherein the method comprises the step of offering for sale a sealable container containing a polymer precursor composition comprising two or more polymer-forming components. The method of doing business may include one or more additional steps
30 such as determining a desired ratio of two or more polymer-forming components; preparing a polymer precursor composition comprising two or more polymer-forming components; preparing a polymer precursor composition comprising two or more polymer-forming components according to a customer's specifications; packaging
35 the polymer precursor composition in a sealable container; advertising the availability of specialty polymer precursor compositions; taking orders for specialty polymer precursor compositions in person, over the phone, or over the Internet; selling the polymer precursor composition in a sealable container; shipping
40 the sealable container containing a polymer precursor composition; and delivering the sealable container containing a polymer precursor composition to a customer.

In one embodiment of the present invention, the method of doing
45 business comprises the step of offering for sale a sealable container containing a polymer precursor composition comprising two or more polyamide-forming components. Desirably, the method of

doing business comprises the step of offering for sale a sealable container containing a polymer precursor composition comprising caprolactam and a light-stabilizing component. More desirably, the method of doing business comprises the step of offering for sale a sealable container containing a polymer precursor composition comprising caprolactam and 4-amino-2,2,6,6-tetramethylpiperidine (TAD). Even more desirably, the method of doing business comprises the step of offering for sale a sealable container containing a polymer precursor composition comprising from about 0.08 to about 0.40 weight percent of 4-amino-2,2,6,6-tetramethylpiperidine (TAD) in caprolactam, based on the total weight of the caprolactam/TAD mixture. Even more desirably, the method of doing business comprises the step of offering for sale a sealable container containing a polymer precursor composition comprising from about 0.10 to about 0.30 weight percent of 4-amino-2,2,6,6-tetramethylpiperidine (TAD) in caprolactam, based on the total weight of the caprolactam/TAD mixture. Even more desirably, the method of doing business comprises the step of offering for sale a sealable container containing a polymer precursor composition comprising 0.15 weight percent of 4-amino-2,2,6,6-tetramethylpiperidine (TAD) in caprolactam, based on the total weight of the caprolactam/TAD mixture.

The present invention is even further directed to an article of manufacture comprising a sealable container containing a polymer precursor composition comprising two or more polymer-forming components. The sealable container may be any container capable of storing the polymer precursor composition. Suitable containers include containers as described above.

In one embodiment of the present invention, the article of manufacture comprises a sealable container containing a polymer precursor composition comprising two or more polyamide-forming components. Desirably, the article of manufacture comprises a sealable container containing a polymer precursor composition comprising caprolactam and a light-stabilizing component. More desirably, the article of manufacture comprises a sealable container containing a polymer precursor composition comprising caprolactam and 4-amino-2,2,6,6-tetramethylpiperidine (TAD). Even more desirably, the article of manufacture comprises a sealable container containing a polymer precursor composition comprising from about 0.08 to about 0.40 weight percent of 4-amino-2,2,6,6-tetramethylpiperidine (TAD) in caprolactam, based on the total weight of the caprolactam/TAD mixture. Even more desirably, the article of manufacture comprises a sealable container containing a polymer precursor composition comprising from about 0.10 to about 0.30 weight percent of 4-amino-2,2,6,6-tetra-

10

methylnpiperidine (TAD) in caprolactam, based on the total weight of the caprolactam/TAD mixture. Even more desirably, the article of manufacture comprises a sealable container containing a polymer precursor composition comprising 0.15 weight percent of

5 4-amino-2,2,6,6-tetramethylpiperidine (TAD) in caprolactam, based on the total weight of the caprolactam/TAD mixture.

The present invention is further illustrated by the following examples, which are not to be construed in any way as imposing

10 limitations upon the scope thereof. On the contrary, it is to be clearly understood that resort may be had to various other embodiments, modifications, and equivalents thereof which, after reading the description herein, may suggest themselves to those skilled in the art without departing from the spirit of the

15 present invention and/or the scope of the appended claims.

EXAMPLES

The following test methods were used to determine physical and

20 chemical properties of the polymer articles produced in the examples that follow.

Test For Measuring End Group Content

The amino end group content was determined by dissolving about

25 2.0 grams of a polymer in about 60 cc of a phenol-methanol mixture (68:32 wt%) at 60°C. The solution was then titrated with about 0.02 N HCl at about 25°C by a potentiometric method, wherein the endpoint was determined by a steep potential increase. The carboxylic end group content was determined by dissolving about

30 0.30 grams of a polymer in about 40 cc of a mixture of benzyl alcohol at 180°C. The solution was then titrated with about 0.03 N t-butyl ammonium hydroxide at about 80°C to about 100°C by a potentiometric method, wherein the endpoint was determined by a steep potential increase.

35

The AATCC 16E Test Method For Lightfastness

The procedure used to conduct the AATCC test method 16E is described herein. Swatches of fabric having dimensions of 2.75

40 in (6.99 cm) x 4.70 in (11.94 cm) were cut from a woven fabric with the longest dimension of the fabric swatch being parallel to the machine direction of the fabric. The fabric samples were secured in a sample holder having front and back covers to produce a test specimen. The front cover of the sample holder had

45 an opening so as to produce a fabric exposure area of 1.2 in (3.05 cm) x 1.2 in (3.05 cm).

11

The test specimen was exposed to UV light at 420 nm from a water-cooled xenon-arc machine, an Atlas Ci35 Xenon-Arc WEATHER-O-METER®. The black panel temperature was set at 63°C, the dry bulb temperature was set at 43°C, and the humidity was set at 30%. The 5 test specimen was exposed to a total of 2125 kJ of exposure in five 425 kJ increments.

Strength Retention Test

- 10 The strength retention test used to determine yarn strength after exposure to ultraviolet (UV) light is described herein. Fabric samples were exposed to UV light as described in the AATCC 16E Test Method For Lightfastness described above. The strength of yarn raveled from the fabric prior to exposure, as well as, yarn 15 raveled from the fabric after exposure to UV light was measured using an INSTRON™ machine model 4502. The strength retention was determined as shown below:

$$\text{Strength Retention (\%)} = \frac{(\text{Yarn Strength After UV Exposure})}{(\text{Yarn Strength Prior to UV Exposure})} \times 100$$

20

EXAMPLE 1

Preparation of A Packaged Nylon Fiber Precursor Composition

- 25 Into a 100 gallon stainless steel mixing vessel was added 300 kg of caprolactam and 450 g of 4-amino-2,2,6,6-tetramethylpiperidine (TAD). After mixing, a caprolactam/TAD mixture containing 0.15 wt% 4-amino-2,2,6,6-tetramethylpiperidine (TAD) was distributed 30 into 55-gallon drums lined with a polyethylene film. The container was sealed.

EXAMPLE 2

- 35 Preparation of Nylon Pellets Using a Prepackaged Fiber Precursor Composition

The sealed container of Example 1 was opened. The fiber precursor composition was added to 1800 g of water and 135 g of 40 propionic acid. The resulting mixture was charged into a 250-liter autoclave. The mixture in the autoclave was heated to 270°C in one hour while the pressure was increased to 60 psi (3102 mm Hg). After holding the mixture at 60 psi for 30 minutes, the pressure was slowly released. To accelerate polymerization, the 45 system was placed under a vacuum of 400 mm Hg for 75 minutes.

12

The polymer was then extruded under a positive nitrogen pressure and cut into chips. The chips were washed with hot water (90°C) and dried in a tumble dryer. The relative viscosity measured 2.71. The amino group content measured 42 meq/kg, and the 5 carboxylic end group content measured 45 meq/kg.

EXAMPLE 3

Preparation of Nylon Pellets Using a Prepackaged Fiber Precursor
10 Composition

The sealed container of Example 1 was opened. The fiber precursor composition was added to 1800 g of water and 240 g of adipic acid. The resulting mixture was charged into a 250-liter auto-
15 clave. The mixture in the autoclave was heated to 270°C in one hour while the pressure was increased to 60 psi (3102 mm Hg). After holding the mixture at 60 psi for 30 minutes, the pressure was slowly released. To accelerate polymerization, the system was placed under a vacuum of 500 mm Hg for 45 minutes.

20

The polymer was then extruded under a positive nitrogen pressure and cut into chips. The chips were washed with hot water (90°C) and dried in a tumble dryer. The relative viscosity measured 2.67. The amino group content measured 37 meq/kg, and the
25 carboxylic end group content measured 70 meq/kg.

EXAMPLE 4

Preparation of Solution-Dyed Nylon Fibers Using a Prepackaged
30 Fiber Precursor Composition

Samples of nylon-6 polymer from Examples 2 and 3, as well as, commercially available nylon-6 polymer (ULTRAMID B nylon-6 available from BASF corporation of Mount Olive, NJ) were extruded using a small-scale extruder at 260-265°C. Opal Gray color concentrate was mixed with the nylon-6 polymer material, and fed to a
35 spinning machine through volumetric feeders. The extruded filaments were cooled and solidified by a stream of quench air at 15°C. After the application of a spin finish, the yarns were
40 drawn at a draw ratio of 3.3 and textured in a texture jet at 215°C. The yarns were taken off at a draw roll speed of about 2350 m/min. The final yarns formed from Examples 2 and 3 polymer samples and the ULTRAMID B nylon-6 polymer had a yarn construction of 1288 denier/58 filaments.

45

32

EXAMPLE 5

Strength Retention Testing of Nylon Fibers Using an AATCC 16E Test Method

5

Knitted fabric samples were produced by knitting fabrics using the three types of yarns produced in Example 4. Fabrics were knitted on a knitting machine, Model 6-CK, manufactured by L-R Machine Sales, Inc. (Chickamauga, GA) using the following settings: 6 inch-diameter, and 90 needles. The strength retention of yarn samples removed from the fabric samples were measured after exposure to UV light according to AATCC 16E Test Method described above.

15 The TAD-containing polymer fibers were found to have superior strength retention properties when compared to fibers produced from commercially available nylon-6 polymer (ULTRAMID B nylon-6). The TAD-containing polymer fibers retained more than 85% of their strength after 2125 KJ of exposure. However, the fibers produced
20 from ULTRAMID B nylon-6 only retained about 40% of their strength after 2125 KJ of exposure.

While the specification has been described in detail with respect to specific embodiments thereof, it will be appreciated that
25 those skilled in the art, upon attaining an understanding of the foregoing, may readily conceive of alterations to, variations of, and equivalents to these embodiments. Accordingly, the scope of the present invention should be assessed as that of the appended claims and any equivalents thereto.

30

35

40

45

Claims

What is claimed is:

- 5 1. A method of making a polymer, wherein the method comprises:
packaging a polymer precursor composition in a sealable con-
tainer, wherein the polymer precursor composition comprises
two or more polymer-forming components;
10 transferring the polymer precursor composition from the sea-
lable container to a reaction vessel; and
polymerizing the polymer precursor composition.
2. The method of Claim 1, wherein the two or more polymer-for-
15 ming components comprise caprolactam and a light-stabilizing
compound.
3. The method of Claim 2, wherein the light-stabilizing compound
comprises 4-amino-2,2,6,6-tetramethylpiperidine.
20
4. The method of Claim 1, wherein the polymer precursor composi-
tion comprises a mixture of 1 part by weight of caprolactam
and 0.0015 parts by weight of 4-amino-2,2,6,6-tetramethylpi-
peridine.
25
5. The method of Claim 1, further comprising adding one or more
additional materials to the reaction vessel.
6. The method of Claim 5, wherein the one or more additional
30 materials comprise a polymerization initiator, a chain regu-
lator, or a combination thereof.
7. A method of making a thermoformable article comprising sha-
ping the polymer made from the method of Claim 1.
35
8. A method of making a fiber comprising extruding the polymer
made from the method of Claim 1.
9. A method of doing business, wherein the method comprises:
40 offering for sale a sealable container containing a polymer
precursor composition, wherein the polymer precursor composi-
tion comprises two or more polymer-forming components.
10. The method of Claim 9, wherein the two or more polymer-for-
45 ming components comprise caprolactam and a light-stabilizing
compound.

15

11. The method of Claim 10, wherein the light-stabilizing compound comprises 4-amino-2,2,6,6-tetramethylpiperidine.
12. The method of Claim 9, wherein the polymer precursor composition comprises a mixture of 1 part by weight of caprolactam and 0.0015 parts by weight of 4-amino-2,2,6,6-tetramethylpiperidine.
13. The method of Claim 9, further comprising one or more of the following steps: determining a desired ratio of the two or more polymer-forming components; preparing a polymer precursor composition comprising two or more polymer-forming components; preparing a polymer precursor composition comprising two or more polymer-forming components according to a customer's specifications; packaging the polymer precursor composition in a sealable container; advertising availability of polymer precursor compositions; taking orders for polymer precursor composition in person, over the phone, or over the internet; selling the polymer precursor composition in a sealable container; shipping the sealable container containing a polymer precursor composition; and delivering the sealable container containing a polymer precursor composition to a customer.
14. The method of Claim 9, further comprising:
preparing the polymer precursor composition;
packaging the polymer precursor composition in a sealable container; and
selling the packaged polymer precursor composition.
15. The method of Claim 14, further comprising:
determining a desired ratio of the two or more polymer-forming components;
advertising availability of the packaged polymer precursor composition;
taking orders for the packaged polymer precursor composition in person, by phone, or over the Internet; and
delivering the packaged polymer precursor composition to a customer.
16. An article of manufacture comprising a sealable container containing a polymer precursor composition, wherein the polymer precursor composition comprises two or more polymer-forming components.
17. The article of Claim 16, wherein the sealable container comprises a plastic container.

16

18. The article of Claim 16, wherein the two or more polymer-forming components comprise caprolactam and a light-stabilizing compound.
- 5 19. The article of Claim 16, wherein the light-stabilizing compound comprises 4-amino-2,2,6,6-tetramethylpiperidine.
20. The article of Claim 16, wherein the polymer precursor composition comprises a mixture of 1 part by weight of caprolactam
10 and 0.0015 parts by weight of 4-amino-2,2,6,6-tetramethylpiperidine.

15

20

25

30

35

40

45

Method of making a polymer from a polymer precursor composition

Abstract of the Disclosure

5

A method of making a polymer is disclosed. The method includes the following steps: packaging a polymer precursor composition in a sealable container; transferring the polymer precursor composition from the sealable container to a reaction vessel; and polymerizing the polymer precursor composition.

A method of making a thermoformable article from a pre-packaged polymer precursor composition is also disclosed. Further, a method of doing business, which includes the step of offering for sale a sealable container containing a polymer precursor composition, is disclosed.

In addition, articles of manufacture are disclosed. One article includes a sealable container containing a polymer precursor composition.

25

30

35

40

45

Método para la obtención de un polímero a partir de una composición de precursor de polímero

Descripción

El presente invento se refiere a un método para empacar una composición de precursor de polímero y un método para la obtención de un polímero a partir de una composición de precursor de polímero. El presente invento se refiere, además, a composiciones de precursor polímero empacadas.

Ya han habido muchos intentos de mejorar la estabilidad a la luz de polímeros, tales como poliamidas. Un método de mejorar la estabilidad a la luz de polímeros consiste en incorporar uno o más componentes en la estructura del polímero, en donde el uno o los varios componentes comprenden una proporción estabilizante a la luz. Cuando la proporción estabilizante a la luz está presente en la cadena polímera del polímero resultante, entonces ésta mejora la estabilidad del polímero frente a la luz. Por ejemplo, nylon y fibras de nylon obtenidas por polimerización de caprolactama en presencia de un compuesto de piperidina inhibido, como p.ej. 4-amino-2,2,6,6-tetrametilpiperidina (TAD), presentan una estabilidad a la luz mejorada gracias a la proporción de TAD estabilizante frente a la luz, tal y como lo enseñan las patentes estadounidenses Nos. 5,851,238; 6,136,433 y 6,150,496, todas las cuales están asignadas a la BASF Corporation, Mt. Olive, NJ, cuyo contenido entero está incorporado en la presente por referencia.

Típicamente, cuando se ha encontrado una combinación de componentes formadores de polímero que dé el polímero deseado, entonces se usa esta combinación de componentes formadores de polímero siempre de nuevo. Los componentes individuales usados para la obtención del polímero deseado se compran separadamente y se mezclan y luego se someten a una reacción de polimerización. Sin embargo, este proceso convencional tiene varias desventajas. Primero, existe el peligro potencial de perder bastante tiempo aplicando las técnicas de ensayo y error, tratando de determinar la relación apropiada de los componentes individuales necesarios para obtener un polímero con las propiedades óptimas. Segundo, la necesidad de pesar los componentes individuales y mezclarlos entre sí antes de su introducción en una caldera de reacción aumenta la probabilidad de que el operador cometa un error, que puede ser un pesado incorrecto de cualquiera de los componentes individuales, una relación molar incorrecta de los componentes individuales entre sí, una inconsistencia de la composición polimérica de carga en carga y un polímero resultante que no corresponde al deseado.

El estado de la técnica necesita un método para reducir el potencial de error por parte del operador en la producción del polímero deseado. Lo que también se necesita en el estado de la técnica es un método para reducir la variabilidad del producto final durante la producción del polímero deseado. Igualmente, se necesita un método conveniente para la obtención del polímero deseado, sin tener que valerse del proceso de ensayo y error que consuma tanto tiempo.

2063/06293

El presente invento resuelve algunas de las dificultades y problemas arriba discutidos por haber encontrado un método para la obtención de un polímero deseado, en donde una composición de precursor de polímero se empaqueta de tal manera, que el operador vierta la composición de precursor de polímero en la caldera de reacción sin tener que pesar los componentes individuales. El método según la presente invención es aplicable para la obtención de cualquier polímero, que se prepara a partir de dos o más componentes formadores de polímero.

Por tanto, la presente invención se refiere a un método para la obtención de un polímero, caracterizado porque el método comprende empaquetar una composición de precursor de polímero en un recipiente sellable, transferir la composición de precursor de polímero del recipiente sellable a la caldera de reacción, y polimerizar la composición de precursor de polímero. El método permite que el operador vierta componentes formadores de polímero premedidas en una caldera de reacción para un procedimiento discontinuo sin tener que pesar los componentes individuales.

El presente invento se refiere, igualmente, a un método para la obtención de un artículo termoconformable, cuyo método comprende transferir una composición de precursor de polímero de un recipiente sellable a una caldera de reacción, polimerizar la composición de precursor de polímero y moldear el polímero.

El presente invento se refiere, además, a un método de hacer negocio, cuyo método comprende la etapa de ofrecer a la venta

un recipiente sellable, que contiene una composición de precursor de polímero.

El presente invento se refiere, adicionalmente, a un artículo de fabricación, que comprende un recipiente sellable y una composición de precursor de prepolímero en el interior del recipiente sellable.

Estos y otros objetos, efectos, características y ventajas del presente invento se pondrán de relieve tras revisar la descripción detallada y las modalidades preferidas siguientes y las reivindicaciones anexas.

Para hacer más claros los principios del presente invento, se presentará, en lo sucesivo, una descripción detallada de modalidades específicas del invento y se usará un lenguaje específico para describirlas. Sin embargo, cabe destacar, que este lenguaje específico no debe entenderse como limitación del ámbito del presente invento, sino que éste abarcará las alteraciones, modificaciones, equivalentes y otras aplicaciones de los principios de la invención discutidas, que se presentan en caso normal al perito en el campo al que el presente invento pertenece.

El presente invento se refiere a un método para la obtención de un polímero. El método según la presente invención es apropiado para la obtención de cualquier polímero que se compone de por lo menos dos componentes. El método de obtención del polímero comprende las etapas de empacar una composición de precursor de polímero en un recipiente sellable, transferir la composición de precursor de polímero

del recipiente sellable a la caldera de reacción, y polimerizar la composición de precursor de polímero. Preferentemente, la composición de precursor de polímero comprende por lo menos dos monómeros o componentes formadores de polímero, que se polimerizan en presencia de un iniciador.

El término "caldera de reacción" en la forma usada en la presente, incluye calderas que se usan en procedimientos discontinuos, igual que calderas que se usan en procedimientos continuos. Por ejemplo, calderas de reacción usadas para un procedimiento discontinuo incluyen, pero no están limitadas a, tanques de mezcla hermetizables. Además, las calderas de reacción usadas en procedimientos continuos incluyen, pero no están limitadas a, unidades de mezcla que conducen en una extrusionadora.

En una modalidad del presente invento, el método para la obtención de un polímero comprende, además, uno o dos de las etapas siguientes: adicionar un iniciador de polimerización en la caldera de reacción; adicionar uno o más reguladores de cadena en la caldera de reacción; calentar la caldera de reacción; y aplicar presión a la caldera de reacción.

La presente invención se refiere también a un método para la obtención de un artículo termoconformable. El método para la obtención de un artículo termoconformable se puede aplicar para la fabricación de cualquier artículo termoconformable, incluyendo, sin estar limitado a, fibras, películas y artículos moldeados. El método para la obtención de artículos termoconformables comprende las etapas de transferir una composición de precursor de polímero de un recipiente sellable

a una caldera de reacción; polimerizar la composición de precursor de polímero para dar un polímero; y moldear el polímero. Procedimientos de moldeo apropiados incluyen, sin estar limitados a, extrusión, pultrusión y colada en racimo. Preferentemente, el artículo termoconformable es una fibra o una película. Más preferentemente, el artículo termoconformable es una fibra.

El método de la presente invención es especialmente útil para la obtención de poliamidas estabilizadas a la luz y artículos termoconformables moldeados a partir de las mismas.

Poliamidas estabilizadas a la luz apropiadas incluyen, sin estar limitadas a, las poliamidas divulgadas en las patentes estadounidenses Nos. 5,851,238; 6,136,433 y 6,150,496, todas las cuales están asignadas a la BASF Corporation, Mt. Olive, NJ, y cuyo contenido entero está incorporado en la presente por referencia. Las poliamidas indicadas en las patentes estadounidenses Nos. 5,851,238, 6,136,433 y 6,150,496 se obtienen por polimerización de caprolactama en presencia de agua, un regulador de cadena de ácido carboxílico optativo y un derivado de piperidina inhibido. Cuando se prepara una composición de precursor de polímero que comprende, por ejemplo, una proporción de caprolactama y un derivado de piperidina inhibido, se pueden obtener las poliamidas según las patentes estadounidenses Nos. 5,851,238, 6,136,433 y 6,150,496 según la presente invención.

En una modalidad del presente invento se fabrican poliamidas estabilizadas frente a la luz y artículos de poliamida estabilizadas a la luz, incluyendo fibras, usando una composición de precursor de polímero. En esta modalidad el

método para la obtención de poliamidas estabilizadas a la luz comprende las etapas de empacar una composición de precursor de polímero en un recipiente sellable, cuya composición de precursor de polímero comprende caprolactama y un derivado de piperidina inhibido; transferir la composición de precursor de polímero del recipiente sellable a una caldera de reacción; y polimerizar la composición de precursor de polímero, formando una poliamida. En una etapa de moldeo adicional, se preparan fibras de poliamida estabilizadas a la luz por extrusión de la poliamida en fibras. Preferentemente, la composición de precursor de polímero comprende caprolactama y 4-amino-2,2,6,6-tetrametilpiperidina (TAD).

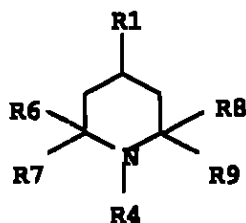
Una ventaja del método según la presente invención es la posibilidad de medir la cantidad deseada de cada componente de la composición de precursor de polímero en un entorno controlable. Se pueden tomar medidas de control de calidad para determinar exactamente la composición de la mezcla de precursor antes del empacado, en lugar de encontrar una combinación no apropiada de componentes en una caldera de polimerización. Se pueden aplicar ensayos de muestras y controles de proceso técnicos en línea para chequear y ajustar la composición de la mezcla de precursor de polímero al producir grandes cantidades de mezcla de precursor antes del empacado. Además, se pueden ofrecer al consumidor combinaciones deseadas de componentes de precursor de polímero con una composición uniforme, eliminando de este modo las conjeturas dentro del método para la obtención de un polímero superior. Por ejemplo, si se ha determinado, que una composición deseada para la obtención de un polímero X comprende 1 mol de Componente A y 0,5 moles de Componente B,

entonces se puede preparar una composición de precursor de polímero pre-empacada y ofrecerla así al consumidor.

En una modalidad de la presente invención, se ha determinado, que una composición deseada para la obtención de una poliamida estabilizada a la luz debe comprender de unos 0,08 hasta unos 0,40% en peso de 4-amino-2,2,6,6-tetrametilpiperidina (TAD) en caprolactama, con respecto al peso total de la mezcla de caprolactama/TAD. Mas preferentemente, una composición para la obtención de poliamida estabilizada a la luz comprende de unos 0,10 hasta unos 0,30% en peso de 4-amino-2,2,6,6-tetrametilpiperidina (TAD) en caprolactama, con respecto al peso total de la mezcla de caprolactama/TAD. Aún más preferentemente, una composición para la obtención de poliamida estabilizada a la luz comprende 0,15 % en peso de 4-amino-2,2,6,6-tetrametilpiperidina (TAD) en caprolactama, con respecto al peso total de la mezcla de caprolactama/TAD. Por tanto, una composición de precursor de polímero deseada según la presente invención comprende caprolactama y TAD en una relación ponderal de 1:0,0015 (i.e., 1 kg de caprolactama hasta 1,5 g de TAD).

Se hace constar, que la presente invención es aplicable para la obtención de muchos polímeros y fibras polímeras, usando una composición de precursor de polímero previamente empacada. Por ejemplo, en la obtención de poliamida y fibras de poliamida, una composición de precursor de polímero previamente empacada, apropiada puede comprender caprolactama en combinación con uno o más componentes estabilizantes a la luz. Componentes estabilizantes a la luz apropiados incluyen, sin estar limitados a, aminas inhibidas, fosfitos inhibidos,

fosfonitas inhibidas y fenoles inhibidos, así como una combinación de los mismos. Aminas inhibidas apropiadas que pueden ser usadas en la presente invención incluyen, sin estar limitadas a, las aminas con la estructura siguiente



en donde R_1 representa $-NR_2R_3$;

R_2 y R_3 representan, independientemente, hidrógeno o un grupo alquilo con 1 a 7 átomos de carbono;

R_4 representa hidrógeno, un grupo alquilo con 1 a 20 átomos de carbono, o $-OR_5$;

R_5 representa hidrógeno o un grupo alquilo con 1 a 20 átomos de carbono; y

R_6 , R_7 , R_8 y R_9 representan, independientemente, hidrógeno o un grupo alquilo con 1 a 7 átomos de carbono. Preferentemente, R_6 y R_8 representan, independientemente, hidrógeno o un grupo alquilo con 1 a 7 átomos de carbono. Otras aminas inhibidas apropiadas incluyen, sin estar limitadas a, aminas aromáticas inhibidas comercializadas bajo los nombres comerciales:

NYLOSTAB[™] S-EED de Clariant Corporation (Charlotte, NC); y TINUVIN[®] 765, TINUVIN[®] 770, y TINUVIN[®] 622 disponible de Ciba Specialty Chemicals Corporation (Tarrytown, NY).

Fosfitos inhibidos y fosfonitas inhibidas, que pueden ser usados en la presente invención incluyen, pero no están limitadas a, fosfitos inhibidos y fosfonitas inhibidas que se venden bajo los nombres comerciales: IRGAFOS[®] 168, IRGAFOS[®]

2063/06293

TNPP, y IRGAFOS® P-EPQ, todos los cuales se consiguen de Ciba Specialty Chemicals Corporation (Tarrytown, NY).

Fenoles inhibidos apropiados para ser usados en la presente invención incluyen, sin estar limitados a, fenoles inhibidos comercializadas bajo los nombres comerciales: IRGANOX® 245, IRGANOX® 1098, IRGANOX® 259, IRGANOX® 1135, IRGANOX® 1010, IRGANOX® 1222, IRGANOX® 1076, IRGANOX® 1330, IRGANOX® 1425, y IRGANOX® MD1024, todos los cuales son disponibles de Ciba Specialty Chemicals Corporation (Tarrytown, NY).

Mezclas apropiadas, tales como las mezclas de fenoles inhibidos y fosfitos inhibidos, que pueden ser usados en la presente invención incluyen, sin estar limitados a, composiciones comercializadas bajo los nombres comerciales: IRGANOX® B215, IRGANOX® B225, IRGANOX® B561, IRGANOX® B900, y IRGANOX® B1171, todos ellos disponibles de Ciba Specialty Chemicals Corporation (Tarrytown, NY).

Además, una composición de precursor de polímero pre-empacada, apropiada para la preparación de poliamida y fibras de poliamida puede comprender caprolactama en combinación con uno o más componentes estabilizantes a la luz, así como uno o más reguladores de cadena. Se puede usar cualquier regulador de cadena en combinación con la caprolactama y uno o más componentes estabilizantes a la luz, siempre que el regulador de cadena no afecte negativamente a la composición de precursor de polímero durante el almacenamiento y despacho del producto. Por "afectar negativamente" se entiende que el regulador de cadena no reaccione con ningunos de los componentes de precursor de polímero pre-empacados, y no

2063/06293

inhiba la interacción de los componentes de precursor de poliamida pre-empacadas entre si. Reguladores de cadena apropiados, que pueden ser pre-empacados con caprolactama y uno o más componentes estabilizantes a la luz, incluyen, sin estar limitados a, muchos de los reguladores de cadena descritos en las patentes estadounidenses Nos. 5,851,238; 6,136,433 y 6,150,496, todos los cuales están asignados a BASF Corporation, Mt. Olive, NJ, y cuyo contenido total se incorpora en la presente por referencia.

Reguladores de cadena apropiados para ser usados en la composición de precursor de polímero pre-empacadas según la presente invención incluyen, sin estar limitados a, ácidos monocarboxílicos, ácidos dicarboxílicos, aminas, diaminas y combinaciones de los mismos. Ácidos monocarboxílicos apropiados incluyen, sin estar limitados a, ácido acético, ácido propiónico y ácido benzoico. Ácidos dicarboxílicos apropiados incluyen, sin estar limitados a, ácidos alcanodicarboxílicos con 4 a 10 átomos de carbono, especialmente, ácido adípico, ácido azelaico, ácido sebásico, ácido decanodicarboxílico y ácido dodecanodiolico; ácidos cicloalcanodicarboxílicos con 5 a 8 átomos de carbono, especialmente, ácido ciclohexano-1,4-dicarboxílico; y ácidos benzodicarboxílicos, especialmente, ácido isoftálico, ácido tereftálico y ácido naftalen-2,6-dicarboxílico. Aminas apropiadas incluyen, sin estar limitadas a, hexilamina, ciclohexilamina, octilamina, bencilamina, y 2-feniletilamina. Diaminas apropiadas incluyen, sin estar limitadas a, alcanodiaminas con 2 a 18 átomos de carbono, especialmente, tetrametilen-diamina, hexametilen-diamina, y dodecan-diamina; C₅-C₈ cicloalcano-diaminas con 5 a 8 átomos de carbono y aril-

2063/06293

diaminas con 6 a 24 átomos de carbono, especialmente para-fenilen-diamina, meta-fenilen-diamina, meta-xililen-diamina, y para-xililen-diamina. Preferentemente, el regulador de cadena usado en la composición de precursor de polímero pre-empacado de la presente invención comprende uno o más ácidos dicarboxílicos y una o más diaminas.

El regulador de cadena puede estar presente en la composición de precursor de polímero pre-empacada de la presente invención en una cantidad de 0 hasta unos 50 % en peso, con respecto al peso total de la mezcla de composición de precursor de polímero. Preferentemente, el uno o más reguladores de cadena se usan en una cantidad de unos 0,001 hasta unos 5,0 % en peso, con respecto al peso total de la mezcla de composición de precursor de polímero mixture. Más preferentemenre, el uno o más reguladores de cadena se pueden usar en una cantidad de unos 0,01 hasta unos 1,0 % en peso, con respecto al peso total de la mezcla de composición de precursor de polímero.

La composición de precursor de polímeros pre-empacada de la presente invención puede ser empacada en un gran número de recipientes sellables. El término "recipiente sellable" en la forma usada en la presente invención se refiere a un recipiente de un sólo uso o de uso múltiple, en donde el recipiente de un sólo uso se abre y se vacía toda la composición de precursor de polímero pre-empacada del recipiente, mientras que el recipiente de uso múltiple se abre, se vacía por lo menos una parte de la composición de precursor de polímero pre-empacada del recipiente y se cierra o se resella el recipiente. Recipientes apropiados incluyen, sin estar limitados a, recipientes metálicos, recipientes

2063/06293

plásticos, recipientes de papel o combinaciones de los mismos. El tamaño del recipiente sellable puede variar en la forma deseada. El recipiente sellable puede variar de tamaño de un recipiente pequeño de una libra hasta un recipiente grande como un tanque o una cisterna de camión o vagón. Preferentemente, el recipiente sellable es un recipiente de papel forrado con plástico. Más preferentemente, el recipiente sellable es una bolsa de papel forrada de polietileno que contiene 55 libras (25 kg) de composición de precursor de polímero pre-empacada.

La composición de precursor de polímero pre-empacada de la presente invención puede ser usada en cualquier método de polimerización convencional. La composición de precursor de polímero pre-empacada de la presente invención elimina la necesidad por parte de un operador de pesar y combinar dos o más componentes formadores de polímero durante un proceso de polimerización. En lugar de eso, el operador transfiere una cantidad deseada de la composición de precursor de polímero pre-empacada a una caldera de reacción y luego combina uno o más materiales adicionales con la composición de precursor de polímero preempacada. Materiales adicionales incluyen, sin estar limitados a, componentes, tales como iniciadores de polimerización y reguladores de cadena. En el caso de poliamidas, una composición de precursor de polímero pre-empacada, que comprende caprolactama y una amina inhibida, se puede transferir de un recipiente sellable a una caldera de reacción y combinar, luego, con los materiales adicionales, incluyendo agua (p.ej. iniciador) y un regulador de cadena optativo, como p.ej. ácido carboxílico. Para una descripción completa de los métodos de polimerización para la obtención de poliamidas, ver patentes estadounidenses Nos. 5,851,238;

2063/06293

6,136,433 y 6,150,496.

La presente invención se refiere, además, a un método de hacer negocio, cuyo método comprende la etapa de ofrecer a la venta un recipiente sellable, que contiene una composición de precursor de polímero que comprende dos o más componentes formadores de polímero. El método de hacer negocio puede comprender una o más etapas adicionales, tales como, la de determinar una relación deseada de dos o más componentes formadores de polímero; preparar una composición de precursor de polímero, que comprende dos o más componentes formadores de polímero; preparar una composición de precursor de polímero, que comprende dos o más componentes formadores de polímero según las especificaciones de un cliente; empacar la composición de precursor de polímero en un recipiente sellable; anunciar la disponibilidad de la especialidad de composición de precursor de polímero; recibir pedidos para la especialidad de composición de precursor de polímero personalmente, por teléfono o por internet; vender la composición de precursor de polímero en un recipiente sellable; expedir el recipiente sellable, que contiene una composición de precursor de polímero; y suministrar el recipiente sellable, que contiene una composición de precursor de polímero, a un cliente.

En una modalidad de la presente invención, el método de hacer negocio comprende la etapa de ofrecer a la venta un recipiente sellable, que contiene una composición de precursor de polímero comprendiendo dos o más componente formadores de poliamida. Preferentemente, el método de hacer negocio comprende la etapa de ofrecer a la venta un recipiente

2063/06293

sellable, que contiene una composición de precursor de polímero comprendiendo caprolactama y un componente estabilizante a la luz. Más preferentemente, el método de hacer negocio comprende la etapa de ofrecer a la venta un recipiente sellable, que contiene una composición de precursor de polímero comprendiendo caprolactama y 4-amino-2,2,6,6-tetrametilpiperidina (TAD). Aún más preferentemente, el método de hacer negocio comprende la etapa de ofrecer a la venta un recipiente sellable, que contiene una composición de precursor de polímero comprendiendo unos 0,08 hasta unos 0,40% en peso de 4-amino-2,2,6,6-tetrametilpiperidina (TAD) en caprolactama, con respecto al peso total de la mezcla de caprolactama/TAD. Aún más preferentemente, el método de hacer negocio comprende la etapa de ofrecer a la venta un recipiente sellable, que contiene una composición de precursor de polímero comprendiendo unos 0,10 hasta unos 0,30% en peso de 4-amino-2,2,6,6-tetrametilpiperidina (TAD) en caprolactama, con respecto al peso total de la mezcla de caprolactama/TAD. Aún más preferentemente, el método de hacer negocio comprende la etapa de ofrecer a la venta un recipiente sellable, que contiene una composición de precursor de polímero comprendiendo 0,15% en peso de 4-amino-2,2,6,6-tetrametilpiperidina (TAD) en caprolactama, con respecto al peso total de la mezcla de caprolactama/TAD.

La presente invención se refiere, adicionalmente, a un artículo de fabricación, que comprende un recipiente sellable, que contiene una composición de precursor de polímero comprendiendo dos o más componente formadores de polímero. El recipiente sellable puede ser cualquier recipiente capaz de almacenar la composición de precursor de polímero.

2063/06293

Recipientes apropiados pueden incluir los recipientes arriba descritos.

En una modalidad de la presente invención, el artículo de fabricación comprende un recipiente sellable, que contiene una composición de precursor de polímero comprendiendo dos o más componentes formadores de poliamida. Preferentemente, el artículo de fabricación comprende un recipiente sellable, que contiene una composición de precursor de polímero comprendiendo caprolactama y un componente estabilizante a la luz. Más preferentemente, el artículo de fabricación comprende un recipiente sellable, que contiene una composición de precursor de polímero comprendiendo caprolactama y 4-amino-2,2,6,6-tetrametilpiperidina (TAD). Aún más preferentemente, el artículo de fabricación comprende un recipiente sellable, que contiene una composición de precursor de polímero comprendiendo de unos 0,08 hasta unos 0,40 % en peso de 4-amino-2,2,6,6-tetrametilpiperidina (TAD) en caprolactama, con respecto al peso total de la mezcla de caprolactama/TAD. Aún más preferentemente, el artículo de fabricación comprende un recipiente sellable, que contiene una composición de precursor de polímero comprendiendo de unos 0,10 hasta unos 0,30 % en peso de 4-amino-2,2,6,6-tetrametilpiperidina (TAD) en caprolactama, con respecto al peso total de la mezcla de caprolactama/TAD. Aún más preferentemente, el artículo de fabricación comprende un recipiente sellable, que contiene una composición de precursor de polímero comprendiendo 0,15 % en peso de 4-amino-2,2,6,6-tetrametilpiperidina (TAD) en caprolactama, con respecto al peso total de la mezcla de caprolactama/TAD.

2063/06293

La presente invención está ilustrada con más detalle en los ejemplos siguientes, que no deben ser interpretadas en forma alguna como limitativas del ámbito de la presente invención. Por el contrario, debe hacerse constar, que se pueden aplicar varias otras modalidades, modificaciones y equivalentes de los ejemplos, que tras leer la presente descripción pueden ofrecerse al perito en la materia, sin apartarse del espíritu de la presente invención y/o el ámbito de las reivindicaciones adjuntas.

EJEMPLOS

Los siguientes métodos de ensayo se usaron para determinar las propiedades físicas y químicas de los artículos de polímero producidas en los ejemplos siguientes.

Ensayo para medir el contenido en grupos terminales

El contenido de grupos amino terminales se determina, disolviendo aprox. 2,0 g del polímero en unos 60 ml de una mezcla de fenol-metanol (68:32). Esta solución se tritura con HCl aprox. 0,20 normal a aprox. 25_ C mediante un método potenciométrico, en donde el punto final se determina por un pronunciado aumento potencial. El contenido en grupos carboxílicos terminales se determina, disolviendo 0,30 g del polímero en unos 40 ml de alcohol bencílico a 180_ C. La solución se tritura con hidróxido de t-butilamonio aprox. 0,03 normal a 80_ C a aprox. 100_ C mediante un método potenciométrico, en donde el punto final se determina por un pronunciado aumento potencial.

Método en ensayo AATCC 16E para la estabilidad a la luz

El procedimiento aplicado para realizar el método de ensayo AATCC 16E está descrito en la presente. Muestras de un género de las dimensiones: 2,75 pulgadas (6,99 cm) x 4.70 pulgadas (11,94 cm) se cortan de un género tejido, con la dimensión más larga de la muestra del género corriendo paralelamente a la dirección del género. Las muestras del tejido se fijan en un portador de muestra con cubiertas delanteras y traseras para producir un espécimen de ensayo. La cubierta delantera tiene una abertura para así producir un área de exposición del género de 1,2 pulg. (3,05 cm) x 1.2 pulg. (3,05 cm).

El espécimen de ensayo se expone a luz ultravioleta a 420 nm de una máquina de arco de xenón, un Atlas Ci35 Xenon-Arc WEATHER-O-METER®. La temperatura del panel negro se regula en 63_C, la temperatura del bombillo seco se regula en 43_C, y la humedad se regula en un 30%. El espécimen de ensayo se expone a un total de 2125 kJ de exposición en cinco incrementos de 425 kJ respectivamente.

Ensayo de retención de resistencia

El ensayo de retención de resistencia aplicado para determinar la resistencia después de la exposición a luz ultravioleta se describe en la presente. Muestras del género se exponen a luz ultravioleta en el método en ensayo AATCC 16E para la estabilidad a la luz arriba descrita. Se mide la resistencia de un hilo desenrollado del tejido anterior antes de la exposición al igual que la resistencia del tejido después de la exposición a la luz ultravioleta, valiéndose de una máquina

de INSTRON[™], modelo 4502. La retención de resistencia se determina a como se describe a continuación:

$$\text{reten.de resist. (\%)} = \frac{(\text{resist. del hilo después de expos. UV})}{(\text{resist. del hilo antes de expos. UV})} \times 100$$

EJEMPLO 1

Obtención de una composición de precursor de fibra de nylon

En un recipiente de mezcla de acero inoxidable de 100 galones se introducen 300 kg de caprolactama y 450 g de 4-amino-2,2,6,6-tetrametilpiperidina (TAD). Después de mezclar, se reparte una mezcla de caprolactama/TAD, que contiene 0,15% en peso de 4-amino-2,2,6,6-tetrametilpiperidina (TAD), en tambores de 55 galones forrados de una película de polietileno. El recipiente es sellado.

EJEMPLO 2

Obtención de pellets de nylon usando una composición de precursor de fibra pre-empacada

Se abre el recipiente sellado del Ejemplo 1. Se agrega la composición de precursor de fibra a 1800 g de agua y 135 g de ácido propiónico. La mezcla resultante se introduce en un autoclave de 250 litros. La mezcla en el autoclave se calienta a 270_C dentro de una hora, aumentando la presión a 60 psi (3102 mm ge Hg). Después de mantener la presión a 60 psi por 30 minutos, se descomprime lentamente. Para acelerar la polimerización, se somete el sistema a un vacío de 400 mm

de Hg por 75 minutos.

A continuación, se extrusiona el polímero bajo presión positiva de nitrógeno y se corta en chips. Los chips se lavan con agua caliente (90_C) y se secan en un secador de tambor. La viscosidad relativa medida es de 2,71. El contenido en grupos amino terminales asciende a 42 meq/kg, y el contenido en grupos carboxílicos terminales es de 45 meq/kg.

EJEMPLO 3

Obtención de pellets de nylon usando una composición de precursor defibra pre-empacada

Se abre el recipiente sellado del Ejemplo 1. Se agrega la composición de precursor de fibra a 1800 g de agua y 240 g de ácido adípico. La mezcla resultante se introduce en un autoclave de 250 litros. La mezcla en el autoclave se calienta a 270_C dentro de una hora, aumentando la presión a 60 psi (3102 mm ge Hg). Después de mantener la presión a 60 psi por 30 minutos, se descomprime lentamente. Para acelerar la polimerización, se somete el sistema a un vacío de 500 mm de Hg por 45 minutos.

A continuación, se extrusiona el polímero bajo presión positiva de nitrógeno y se corta en chips. Los chips se lavan con agua caliente (90_C) y se secan en un secador de tambor. La viscosidad relativa medida es de 2,67. El contenido en grupos amino terminales asciende a 37 meq/kg, y el contenido en grupos carboxílicos terminales es de 70 meq/kg.

2063/06293

EJEMPLO 4

Obtención de fibras de nylon teñidas en solución usando una composición de precursor de fibra

Muestras del polímero de nylon 6 de los Ejemplos 2 y 3, así como de polímero de nylon 6 comercial (nylon 6 ULTRAMID B disponible de la BASF corporation de Mount Olive, NJ) se extrusionan, usando una extrusora de escala pequeña a 260-265°C. Se mezcla el material de nylon 6 con concentrado de colorante gris opalino y se introduce en una máquina de hilatura por vía de alimentadores volumétricos. Los filamentos extrusionados se enfrían y se solidifican por medio de una corriente de aire de enfriamiento a 15°C. Después de aplicar un acabado de hilatura, se estiran los hilos a una relación de 3,3 y se texturan en un jet de textura a 215°C. Se devanan los hilos con una velocidad del tren de estiraje de unos 2350 m/min. Los hilos finales obtenidos de las muestras de polímero de los Ejemplos 2 y 3 y del polímero de nylon 6 de ULTRAMID B nylon tienen una construcción de hilo de 1288 denier/58 filamentos.

EXAMPLE 5

Ensayo de retención de resistencia de fibras de nylon usando un método de ensayo de AATCC 16E

Se producen muestras de género de punto, tricotando géneros con tres tipos de hilos producidos según el Ejemplo 4. Se preparan los géneros en una tricotosa, modelo 6-CK, fabricado por L-R Machine Sales, Inc. (Chickamauga, GA), usando los

siguientes ajustes: diámetro de 6 pulgadas y 90 agujas. La retención de resistencia de las muestras de hilos quitados del género se mide después de la exposición a luz ultravioleta según el método de ensayo de AATCC 16E arriba descrito.

Se encontró, que las fibras que contienen polímero de TAD presenten propiedades de retención de resistencia superiores, en comparación con fibras producidas de un polímero de nylon 6 comercial (nylon 6 ULTRAMID B). Las fibras que contienen polímero de TAD retienen más del 85% de su resistencia después de una exposición de 2125 KJ. Sin embargo, las fibras producidas a partir de nylon 6 de ULTRAMID B retienen aprox. un 40% de su resistencia después de la exposición de 2125 KJ.

Habiendo descrito la invención en detalle con respecto a modalidades específicas de la misma, se hace constar, que los peritos en la materia al comprender el contenido de la misma podrán concebir fácilmente alteraciones, variaciones y equivalentes de estas modalidades. Por tanto, el ámbito de la presente invención debe entenderse como aquél correspondiente a las reivindicaciones adjuntadas y muchas equivalentes de las mismas.

2063/06293

Reivindicaciones

1. Un método para la obtención de un polímero, cuyo método comprende:
empacar una composición de precursor de polímero en un recipiente sellable, cuya composición de precursor de polímero comprende dos o más componentes formadores de polímero;
transferir la composición de precursor de polímero del recipiente sellable a una caldera de reacción; y
polimerizar la composición de precursor de polímero.
2. El método según la reivindicación 1, en donde los dos o más componentes formadores de polímero comprenden caprolactama y un compuesto estabilizante a la luz.
3. El método según la reivindicación 2, en donde el compuesto estabilizante a la luz comprende 4-amino-2,2,6,6-tetrametilpiperidina.
4. El método según la reivindicación 1, en donde la composición de precursor de polímero comprende una mezcla a partir de 1 parte en peso de caprolactama y 0,0015 partes en peso de 4-amino-2,2,6,6-tetrametilpiperidina.
5. El método según la reivindicación 1, que comprende, además, adicionar uno o más materiales adicionales a la caldera de reacción.
6. El método según la reivindicación 5, en donde los uno o más materiales adicionales comprenden un iniciador de

2063/06293

polimerización, un regulador de cadena o una combinación de los mismos.

7. Un método para la obtención de un artículo termoconformable, que comprende moldear el polímero obtenido según el método según la reivindicación 1.
8. Un método para la obtención de una fibra, que comprende extrusionar el polímero obtenido según el método según la reivindicación 1.
9. Un método para hacer negocio, cuyo método comprende: ofrecer a la venta un recipiente sellable que contiene una composición de precursor de polímero, cuya composición de precursor de polímero comprende dos o más componentes formadores de polímero.
10. El método según la reivindicación 9, en donde los dos o más componentes formadores de polímero comprenden caprolactama y un compuesto estabilizante a la luz.
11. El método según la reivindicación 10, en donde el compuesto estabilizante a la luz comprende 4-amino-2,2,6,6-tetrametilpiperidina.
12. El método según la reivindicación 9, en donde la composición de precursor de polímero comprende una mezcla de 1 parte en peso de caprolactama y 0,0015 partes en peso de 4-amino-2,2,6,6-tetrametilpiperidina.

13. El método según la reivindicación 9, que comprende, además, una o más de las etapas siguientes: determinar un relación deseada de los dos o más componentes formadores de polímero; preparar una composición de precursor de polímero comprendiendo dos o más componentes formadores de polímero; preparar una composición de precursor de polímero comprendiendo dos o más componentes formadores de polímero según las especificaciones de un cliente; empacar la composición de precursor de polímero en un recipiente sellable; anunciar la disponibilidad de la composición de precursor de polímeros; recibir pedidos de una composición de precursor de polímero personalmente, por teléfono o por internet; vender la composición de precursor de polímero en un recipiente sellable; despachar el recipiente sellable que contiene una composición de precursor de polímero; y suministrar el recipiente sellable que contiene una composición de precursor de polímero a un cliente.
14. El método según la reivindicación 9, que comprende, además:
- la preparación de la composición de precursor de polímero;
 - el empacado de la composición de precursor de polímero en un recipiente sellable; y
 - la venta de la composición de precursor de polímero empacada.
15. El método según la reivindicación 14, que comprende, además:

2063/06293

la determinación de la relación deseada de los dos o más componentes formadores de polímero;
el anuncio de la disponibilidad de la composición de precursor de polímero empacada;
la recepción de pedidos de una composición de precursor de polímero personalmente, por teléfono o por internet; y
el suministro de la composición de precursor de polímero empacada a un cliente.

16. Un artículo de fabricación que comprende un recipiente sellable que contiene una composición de precursor de polímero, cuya composición de precursor de polímero comprende dos o más componentes formadores de polímero.
17. El artículo según la reivindicación 16, en donde el recipiente sellable comprende un recipiente de plástico.
18. El artículo según la reivindicación 16, en el que los dos o más componentes formadores de polímero comprenden caprolactama y un compuesto estabilizante a la luz.
19. El artículo según la reivindicación 16, en el que el compuesto estabilizante a la luz comprende 4-amino-2,2,6,6-tetrametilpiperidina.
20. El artículo según la reivindicación 16, en el que la composición de precursor de polímero comprende una mezcla a partir de 1 parte en peso de caprolactama y 0,0015 partes en peso de 4-amino-2,2,6,6-tetrametilpiperidina.

Método para la obtención de un polímero a partir de una composición de precursor de polímero

Resumen

Se describe un método para la obtención de un polímero. El método incluye las etapas siguientes: empacar una composición de precursor de polímero en un recipiente sellable, transferir la composición de precursor de polímero del recipiente sellable a una caldera de reacción, y polimerizar la composición de precursor de polímero.

Se describe también un método para la obtención de un artículo termoconformable a partir de una composición de precursor de polímero. Además, se describe un método para hacer negocio, que incluye la etapa de ofrecer a la venta un recipiente sellable que contiene una composición de precursor de polímero.

Adicionalmente, se describen artículos de fabricación. Un artículo de fabricación incluye un recipiente sellable que contiene una composición de precursor de polímero.

PATENT COOPERATION TREATY

PCT

64
COL 05440 841 003 0INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT
(PCT Article 36 and Rule 70)

Applicant's or agent's file reference 2063/006293	FOR FURTHER ACTION See Notification of Transmittal of International Preliminary Examination Report (Form PCT/PEAA16)	
International application No. PCT/EP02/04596	International filing date (day/month/year) 25.04.2002	Priority date (day/month/year) 06.06.2001
International Patent Classification (IPC) or both national classification and IPC C08K5/00		
Applicant BASF CORPORATION et al.		
1. This International preliminary examination report has been prepared by this International Preliminary Examining Authority and is transmitted to the applicant according to Article 36. 2. This REPORT consists of a total of 4 sheets, including this cover sheet. ☒ This report is also accompanied by ANNEXES, i.e. sheets of the description, claims and/or drawings which have been amended and are the basis for this report and/or sheets containing rectifications made before this Authority (see Rule 70.16 and Section 807 of the Administrative Instructions under the PCT). These annexes consist of a total of 2 sheets.		
3. This report contains indications relating to the following items: I ☒ Basis of the opinion II ☐ Priority III ☐ Non-establishment of opinion with regard to novelty, inventive step and industrial applicability IV ☐ Lack of unity of invention V ☒ Reasoned statement under Rule 66.2(a)(II) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement VI ☐ Certain documents cited VII ☐ Certain defects in the international application VIII ☐ Certain observations on the international application		
Date of submission of the demand 12.12.2002	Date of completion of this report 21.07.2003	
Name and mailing address of the international preliminary examining authority:  European Patent Office D-80286 Munich Tel. +49 89 2399 - 0 Tx: 523656 apmu d Fax: +49 89 2399 - 4465	Authorized Officer Kaul-Buchberger, E Telephone No. +49 89 2399-8298 	

**INTERNATIONAL PRELIMINARY
EXAMINATION REPORT**

International application No. **PCT/EP02/04596**

1. Basis of the report

1. With regard to the elements of the international application (*Replacement sheets which have been furnished to the receiving Office in response to an invitation under Article 14 are referred to in this report as "originally filed" and are not annexed to this report since they do not contain amendments (Rules 70.16 and 70.17):*

Description, Pages

1-13 as originally filed

Claims, Numbers

1-11 filed with the letter of 04.07.2003

2. With regard to the language, all the elements marked above were available or furnished to this Authority in the language in which the international application was filed, unless otherwise indicated under this item.

These elements were available or furnished to this Authority in the following language: , which is:

- ☐ the language of a translation furnished for the purposes of the international search (under Rule 23.1(b)).
☐ the language of publication of the international application (under Rule 48.3(b)).
☐ the language of a translation furnished for the purposes of international preliminary examination (under Rule 55.2 and/or 55.3).

3. With regard to any nucleotide and/or amino acid sequence disclosed in the international application, the international preliminary examination was carried out on the basis of the sequence listing:

- ☐ contained in the international application in written form.
☐ filed together with the international application in computer readable form.
☐ furnished subsequently to this Authority in written form.
☐ furnished subsequently to this Authority in computer readable form.
☐ The statement that the subsequently furnished written sequence listing does not go beyond the disclosure in the international application as filed has been furnished.
☐ The statement that the information recorded in computer readable form is identical to the written sequence listing has been furnished.

4. The amendments have resulted in the cancellation of:

- ☐ the description, pages:
☐ the claims, Nos.:
☐ the drawings, sheets:

5. ☐ This report has been established as if (some of) the amendments had not been made, since they have been considered to go beyond the disclosure as filed (Rule 70.2(c)).

(Any replacement sheet containing such amendments must be referred to under item 1 and annexed to this report.)

6. Additional observations, if necessary:

**INTERNATIONAL PRELIMINARY
EXAMINATION REPORT**

International application No. **PCT/EP02/04596**

**V. Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability;
citations and explanations supporting such statement**

1. Statement

Novelty (N)	Yes: Claims	1-11
	No: Claims	
Inventive step (IS)	Yes: Claims	1-11
	No: Claims	
Industrial applicability (IA)	Yes: Claims	1-11
	No: Claims	

2. Citations and explanations

see separate sheet

Re Item V

Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step and industrial applicability; citations and explanations supporting such statement

1. Reference is made to the following document:

D3 = WO-A-9941297

- 2.1. Document D3, which is considered to represent the most relevant state of the art discloses (claim 1, page 10, lines 28- 30) a method of making an inherently light- and heat-stabilized polyamide by subjecting one or more polyamide-forming monomers (e.g. caprolactame monomers) to a polymerization process in the presence of a 4-amino-2,2,6,6- tetramethyl-piperidine compound in an amount of 0.01 to 0.70 weight percent based on the polyamide-forming monomers. Furthermore, D3 discloses (page 12, lines 44-45, page 14, lines 1-5 and 36-39) that chain-regulators, pigments and dyes may be added. Fibres, yarns, carpets and textile fabrics are produced from said light- and heat-stabilized polyamide (page 14, lines 16-20).
- 2.2. The subject-matter of independent claims 1 and 8 differs from the disclosure of D3 in that the polymer precursor composition is packed in a sealable container.
- 3.1. The Applicant described in the description that the problem solved by the aforementioned distinguishing feature is to reduce the potential for operator errors, due to avoiding one weighting and mixing step.
- 3.2. There is no hint in the polyamide technology to use instant ready-to-use polymer precursor mixtures.
- 3.3. Therefore, the subject-matter of independent claims 1 and 8, as well as of dependent claims 2-7 and 9-11 meets the requirements of Article 33(3) PCT.
4. For all claims 1-11 industrial applicability is acknowledged.
5. The description has to be adapted to the new set of claims (Article 6 PCT).

Claims

What is claimed is:

5

1. A method of making a polymer, wherein the method comprises: packaging a polymer precursor composition in a sealable container, wherein the polymer precursor composition comprises two or more polymer-forming components, wherein the two or more polymer-forming components comprise caprolactam and a light-stabilizing compound; transferring the polymer precursor composition from the sealable container to a reaction vessel; and polymerizing the polymer precursor composition.

10

15

2. The method of Claim 1, wherein the light-stabilizing compound comprises 4-amino-2,2,6,6-tetramethylpiperidine.

20

3. The method of Claim 1, wherein the polymer precursor composition comprises a mixture of 1 part by weight of caprolactam and 0.0015 parts by weight of 4-amino-2,2,6,6-tetramethylpiperidine.

25

4. The method of Claim 1, further comprising adding one or more additional materials to the reaction vessel.

30

5. The method of Claim 4, wherein the one or more additional materials comprise a polymerization initiator, a chain regulator, or a combination thereof.

6. A method of making a thermoformable article comprising shaping the polymer made from the method of Claim 1.

35

7. A method of making a fiber comprising extruding the polymer made from the method of Claim 1.

40

8. An article of manufacture comprising a sealable container containing a polymer precursor composition, wherein the polymer precursor composition comprises two or more polymer-forming components, wherein the two or more polymer-forming components comprise caprolactam and a light-stabilizing compound.

45

9. The article of Claim 8, wherein the sealable container comprises a plastic container.

Printed 08-07-2008

04-JUL-2008 14:18

BASF AG GUX/T

GLMS

+49 621 6043223

69
S 01-07-2008

2063/06293

15

10. The article of Claim 8, wherein the light-stabilizing compound comprises 4-amino-2,2,6,6-tetramethylpiperidine.

5 11. The article of Claim 8, wherein the polymer precursor composition comprises a mixture of 1 part by weight of caprolactam and 0.0015 parts by weight of 4-amino-2,2,6,6-tetramethylpiperidine.

10

15

20

25

30

35

40

45

Empfangszeit 4.Juli 14:08

GESAMT S 01-07-2008

PATENT COOPERATION TREATY

Patente, Marken u. Lizenzen

22 April 2003

PCT

From the INTERNATIONAL BUREAU

To:

CIMNIAK, Thomas
BASF Aktiengesellschaft
67056 Ludwigshafen
Germany

NOTIFICATION OF THE RECORDING
OF A CHANGE

(PCT Rule 92bis.1 and
Administrative Instructions, Section 422)

Date of mailing (day/month/year) 21 March 2003 (21.03.03)	IMPORTANT NOTIFICATION
Applicant's or agent's file reference 2063/006293	
International application No. PCT/EP02/04596	International filing date (day/month/year) 25 April 2002 (25.04.02)

1. The following indications appeared on record concerning:

☒ the applicant ☐ the inventor ☐ the agent ☐ the common representative

Name and Address BASF AKTIENGESELLSCHAFT 67056 Ludwigshafen Germany	State of Nationality DE	State of Residence DE
	Telephone No.	
	Facsimile No.	
	Teleprinter No.	

2. The International Bureau hereby notifies the applicant that the following change has been recorded concerning:

☐ the person ☐ the name ☐ the address ☐ the nationality ☐ the residence

Name and Address	State of Nationality	State of Residence
	Telephone No.	
	Facsimile No.	
	Teleprinter No.	

3. Further observations, if necessary:

Please note that BASF AKTIENGESELLSCHAFT has been deleted from our records.

4. A copy of this notification has been sent to:

☒ the receiving Office ☒ the designated Offices concerned
☐ the International Searching Authority ☐ the elected Offices concerned
☐ the International Preliminary Examining Authority ☐ other:

The International Bureau of WIPO 34, chemin des Colombettes 1211 Geneva 20, Switzerland Facsimile No. (41-22) 740-1435	Authorized officer Anne KARKACHI Telephone No. (41-22) 338 8658
---	---

C

Traducción

71

TRATADO DE COOPERACIÓN DE PATENTES
PCT
INFORME DE EXAMEN PRELIMINAR INTERNACIONAL
 (Artículo 36 y Regla 70 del PCT)

Referencia del expediente del agente o solicitante 2063/006293	PARA ACTUACIONES ADICIONALES Ver notificación de Transmisión del Reporte de Examen Preliminar (Formato PCT/IPEA416)	
Solicitud Internacional No. PCT/EP02/04598	Fecha de presentación internacional (día/mes/año) 25/04/2002	Fecha de prioridad (día/mes/año) 06/06/2001
Clasificación Internacional de Patentes (IPC) o clasificación nacional e IPC C08K 5/00		
Solicitante BASF CORPORATION et al.		

1.	Este Informe de examen preliminar Internacional ha sido preparado por esta Administración encargada del Examen Preliminar Internacional y se envía al solicitante en concordancia con el artículo 36.																								
2.	Este INFORME consta de una total de <u>4</u> hojas, incluyendo la portada ☒ Este Informe también se acompaña de ANEXOS , esto es documentos de la descripción, reivindicaciones y/o dibujos que han sido corregidos y que son la base de este Informe y/o documentos que contienen rectificaciones realizadas ante esta Administración (Ver Regla 70.16 y Sección 607 de las Instrucciones Administrativas según el PCT) Estos anexos constan de un total de <u>2</u> hojas.																								
3.	Este Informe contiene indicaciones relativas a los siguientes aspectos: <table style="width: 100%; margin-top: 10px;"> <tr> <td style="width: 5%;">I</td> <td style="width: 5%;">☒</td> <td>Fundamentos del Informe</td> </tr> <tr> <td>II</td> <td>☐</td> <td>Prioridad</td> </tr> <tr> <td>III</td> <td>☐</td> <td>No se establece concepto relativo a la novedad, nivel inventivo y aplicación industrial</td> </tr> <tr> <td>IV</td> <td>☐</td> <td>Carencia de unidad de la invención</td> </tr> <tr> <td>V</td> <td>☒</td> <td>Declaración razonada según el artículo 35(2), en relación con la novedad, nivel inventivo o aplicación industrial; citaciones y explicaciones que soportan dicha declaración</td> </tr> <tr> <td>VI</td> <td>☐</td> <td>Ciertos documentos citados</td> </tr> <tr> <td>VII</td> <td>☐</td> <td>Ciertos defectos de la solicitud Internacional</td> </tr> <tr> <td>VIII</td> <td>☐</td> <td>Ciertas observaciones respecto a la solicitud internacional</td> </tr> </table>	I	☒	Fundamentos del Informe	II	☐	Prioridad	III	☐	No se establece concepto relativo a la novedad, nivel inventivo y aplicación industrial	IV	☐	Carencia de unidad de la invención	V	☒	Declaración razonada según el artículo 35(2), en relación con la novedad, nivel inventivo o aplicación industrial; citaciones y explicaciones que soportan dicha declaración	VI	☐	Ciertos documentos citados	VII	☐	Ciertos defectos de la solicitud Internacional	VIII	☐	Ciertas observaciones respecto a la solicitud internacional
I	☒	Fundamentos del Informe																							
II	☐	Prioridad																							
III	☐	No se establece concepto relativo a la novedad, nivel inventivo y aplicación industrial																							
IV	☐	Carencia de unidad de la invención																							
V	☒	Declaración razonada según el artículo 35(2), en relación con la novedad, nivel inventivo o aplicación industrial; citaciones y explicaciones que soportan dicha declaración																							
VI	☐	Ciertos documentos citados																							
VII	☐	Ciertos defectos de la solicitud Internacional																							
VIII	☐	Ciertas observaciones respecto a la solicitud internacional																							

Fecha de presentación de la demanda 12/12/2002	Fecha de terminación de este reporte 21/07/2003
Nombre y dirección de correo de la autoridad encargada del examen preliminar Oficina de Patentes Europea D-80298 Munich Tel. +49 89 2399 - 0 Tlx 523858 epmu d Fax: +49 89 2399 - 4465	Funcionario Autorizado Kaul-Buchberger, E Teléfono No. +49 89 2399-8296

Formato PCT/IPEA/409 (portada) (julio 1998)

72

I. Base del informe

1. Respecto a los elementos de la solicitud internacional (Las hojas de reemplazo que han sido entregadas a la Oficina receptora en respuesta a la invitación bajo el Artículo 14 se refieren en este informe como "originalmente presentadas" y no se anexan a este informe ya que ellas no contienen modificaciones (Regla 70.16 y 70.17)).

☒ La descripción:
páginas 1-13, como se presentaron originalmente

☒ Las reivindicaciones:
páginas 1-11, presentadas junto con la carta del 4 de julio de 2003.

2. Respecto al lenguaje, todos los elementos marcados anteriormente estuvieron disponibles o fueron enviados a la Administración en el lenguaje en que se presentó la solicitud internacional, a menos que se indique otra cosa en este punto.

Estos elementos estuvieron disponibles o fueron enviados a esta Administración en el siguiente lenguaje _____ el cual es:

- ☐ el lenguaje de la traducción enviada para propósitos de la búsqueda internacional (bajo Regla 23.1 (b)).
☐ el lenguaje de la publicación de la solicitud internacional (bajo Regla 48.3(b)).
☐ el lenguaje de la traducción entregada con propósitos del examen preliminar internacional (bajo Regla 55.2 y/o 55.3).

3. Respecto a cualquier secuencia de nucleótido y/o amino ácidos divulgada en la solicitud internacional, el examen preliminar internacional se llevó a cabo con base en el listado de secuencias:

- ☐ contenido en la solicitud internacional en forma escrita
☐ presentado junto con la solicitud internacional en forma legible por computador
☐ entregado posteriormente a esta Administración en forma legible por computador
☐ La declaración de que el listado de secuencias posteriormente entregado no va más allá de lo divulgado en la solicitud internacional originalmente presentada, ha sido entregada.
☐ La declaración de que la información grabada en la forma legible por computador es idéntica al listado de secuencias escrito que se ha entregado.

4. ☐ Las modificaciones han dado como resultado la cancelación de:

- ☐ la descripción, páginas _____,
☐ las reivindicaciones, Nos. _____,
☐ los dibujos, página _____.

5. ☐ Este reporte ha sido establecido como si (parte de) las modificaciones no se hubieran realizado, ya que éstas han sido consideradas como una ampliación de lo inicialmente divulgado como se indica en la Casilla Suplementaria (Regla 70.2(c)). (Cualquier hoja de reemplazo que contenga dichas modificaciones deberá ser referida bajo el punto 1 y anexada a este informe).

6. En caso tal, observaciones adicionales

V. Declaración motivada según el Artículo 35(2) en cuanto a la novedad, el nivel inventivo y la aplicación industrial; citas y explicaciones que apoyan esta declaración.

1. Declaración

Novedad (N)	Reivindicaciones	1 - 11	SI
	Reivindicaciones		NO
Nivel inventivo (NI)	Reivindicaciones	1 - 11	SI
	Reivindicaciones		NO
Aplicación industrial (AI)	Reivindicaciones	1 - 11	SI
	Reivindicaciones		NO

2. Citas y explicaciones (Regla 70.7)

Ver hoja separada

Recuadro Suplementario

(Para ser usado cuando el espacio en alguno de los recuadros anteriores no es suficiente)

Re Punto V

Declaración motivada según el Artículo 35(2) en cuanto a la novedad, el nivel inventivo y la aplicación industrial; citas y explicaciones que apoyan esta declaración.

1. Se hace referencia al documento a continuación:

D3 = WO-A-9941297

- 2.1. El documento D3, el cual es considerado que representa al estado de arte más relevante revela (reivindicación 1, página 10, renglones 28.30) un método para hacer una poliamida inherentemente estabilizada con luz y calor sometiendo uno o más monómeros que forman poliamidas (por ejemplo, monómeros de caprolactama) a un proceso de polimerización en presencia de un compuesto de 4-amino-2,2,6,6-tetrametilo-piperidina en una cantidad de 0.01 a 0.70 porcentaje en peso con base en los monómeros que forman poliamidas.
Además, el documento D3 revela (página 12, renglones 44-45, página 14, renglones 1-5 y 36-39) que reguladores, pigmentos y tintes de cadena pueden ser adicionados. Fibras, hilos, tapetes y telas para textiles son producidos de dicha poliamida estabilizada con luz y calor (página 14, renglones 16-20).
- 2.2. La materia objeto de las reivindicaciones independientes 1 y 8 difieren de lo revelado en el documento D3 en que la composición precursora de polímero está empacada en un contenedor sellable.
- 3.1. El Solicitante describió en la memoria descriptiva que el problema resuelto por la característica distintiva anteriormente mencionada es el reducir el potencial de errores de operación, a manera de evitar un paso de pesaje y mezcla.
- 3.2. No hay ninguna indicación en la tecnología de poliamidas de utilizar mezclas precursoras instantáneas de polímero listas para usar.
- 3.3. Por lo tanto, la materia objeto de las reivindicaciones independientes 1 y 8, así como de las reivindicaciones dependientes 2 – 7 y 9 – 11 cumplen con los requerimientos del artículo 33(3) del PCT.
4. Para todas las reivindicaciones 1 – 11 se reconoce la aplicabilidad industrial.
5. La memoria descriptiva tiene que ser adaptada al nuevo capítulo reivindicatorio (artículo 6 del PCT).

Reivindicaciones

Lo que se reivindica es:

1. Un método para la obtención de un polímero, cuyo método comprende:
empacar una composición de precursor de polímero en un recipiente sellable, cuya composición de precursor de polímero comprende dos o mas componentes formadores de polímero, en donde los dos o mas componentes formadores de polímero que comprende caprolactama y un compuesto estabilizante a la luz;
transferir la composición de precursor de polímero del recipiente sellable a una caldera de reacción; y polimerizar la composición de precursor de polímero.
2. El método según la reivindicación 1, en donde el compuesto estabilizante a la luz comprende 4-amino-2,2,6,6-tetrametilpiperidina.
3. El método según la reivindicación 1, en donde la composición de precursor de polímero comprende una mezcla a partir de 1 parte en peso de caprolactama y 0,0015 partes en peso de 4-amino-2,2,6,6-tetrametilpiperidina.
4. El método según la reivindicación 1, que comprende, además, adicionar uno o más materiales adicionales a la caldera de reacción.
5. El método de la reivindicación 4, en donde los uno o más materiales adicionales comprenden un iniciador de polimerización, un regulador de cadena o una combinación de los mismos.

6. Un método para la obtención de un artículo termoconfortable, que comprende moldear el polímero obtenido según el método según la reivindicación 1.
7. Un método para la obtención de una fibra que comprende extrusionar el polímero obtenido según el método según la reivindicación 1.
8. Un artículo de fabricación que comprende un recipiente sellable que contiene una composición de precursor de polímero, cuya composición de precursor de polímero comprende dos o más componentes formadores de polímero, en donde dos o más componentes formadores de polímero comprenden caprolactama y un compuesto estabilizante a la luz.
9. El artículo según la reivindicación 8, en donde el recipiente sellable comprende un recipiente de plástico.
10. El artículo según la reivindicación 8, en el que la composición de precursor de polímero comprende una mezcla a partir de 1 parte en peso de caprolactama y 0,0015 partes en peso de 4-amino-2,2,6,6-tetrametilpiperidina.

77

GOBERNATORIA Y COMERCIO

Radicacion : 04000491 00000000

Folio: 78

Fecha (HH): 2004-01-06 16:40:50

Tramite : 011 PCI-PATENT A/P FASE NULI 411 PRESENIAC

Dependencia: 2820 DIVISION DE MARCAS COMERCIALES

NIT : 800176089-2

RECIBO OFICIAL DE CAJA : 03 - 93,459
FECHA : DICIEMBRE 22 DE 2003

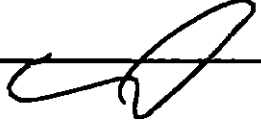
***** CONSIGNACION *****

DEPOSITANTE	TIPO PASO	BANCO	CUENTA	No. PASO	FECHA PASO	Vr. PASO
CAVELIER ADESBAGOS	CONSIGNACION	BANCO POPULAR	050-00110-6	17923721	22/12/2003	16,481,000.00

***** CONCEPTO *****

CANT.	RENTISTICO	CONCEPTO	TOTAL CONCEPTO
1	50005-01-01 SOLICITUDES	1 TRAMITES DE SOL. DE PATENTE DE IN	400,000.00
		TOTAL :	400,000.00

SON: CUATROCIENTOS MIL PESOS

RESPONSABLE : 

RECIBO DE CAJA APLICADO AL EXPEDIENTE No. _____

Cdo 05940-841-003-0

78

NIT : 800176089-2

SUPERINDUSTRIA Y COMERCIO

Folios: 78

RECIBO OFICIAL DE CAJA : 04 - 886
FECHA : ENERO 6 DE 2004

Radicacion : 04000491 00000000
Fecha (MM): 2004-01-06 16:40:50
Tramite : 011 PC1-POTENT 379 FASE NUL1 411 PASENTRAC
Dependencia: 2020 DIVISION DE NUEVAS CREACIONES

***** CONSIGNACION *****

DEPOSITANTE	TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	No. PAGO	FECHA PGO	Vr. PAGO
CAVELIER ABOGADOS	CONSIGNACION	BANCO POPULAR	050-00110-6	10497411	06/01/2004	67,154,000.00

***** CONCEPTO *****

CANT.	RENTISTICO	CONCEPTO	TOTAL CONCEPTO
1	50005-01-01	SOLICITUDES	
		998 VALOR COMPLEMENTO TARIFA ABO ANTR	22,000.00
		TOTAL :	\$ 22,000.00

SON: VEINTIDOS MIL PESOS

RESPONSABLE : 

RECIBO DE CAJA APLICADO AL EXPEDIENTE No. _____

Cmb 05440-841-003-0

REQUISITOS NECESARIOS PARA PRESENTAR
TRAMITE

79 78
Indicacion 04000491 00000000
Fecha (MM/AA): 2004-01-16 16:40:20
Tramite: 011 PLI-PATENTE 3/9 FASE NAL 411 Presentar
Dependencia: 0020 DIVISION DE NUEVOS OBTENIDOS

PATENTE DE INVENCION

MODELO DE UTILIDAD

- Indicacion de que se solicita la concesion de una patente
- Datos de identificacion del solicitante o de la persona que se presenta la solicitud
- Descripcion de la invencion
- Dibujos de ser estos pertinentes
- Comprobante de Pago de las tasas establecidas

USUARIO	RADICADOR
()	()
()	()
()	()
()	()

COMPLETA

()

INCOMPLETA

()

()

DISEÑO INDUSTRIAL

()

- Indicacion de que se solicita el registro de Diseño Industrial
- Datos de identificacion del solicitante o de la persona que presenta la solicitud
- Representacion grafica y fotografica del Diseño Industrial o muestra del Material que incorpora el diseño
- Comprobante de pago de las tasas establecidas

()	()
()	()
()	()
()	()

COMPLETA

()

INCOMPLETA

()

()

ESQUEMA DE TRAZADO

()

- Indicacion de que solicita el registro de un Esquema de trazado
- Datos de identificacion del solicitante o de la persona que presenta la solicitud
- Representacion grafica del esquema de trazado
- Comprobante de pago de las tasas establecidas

()	()
()	()
()	()
()	()

COMPLETA

()

INCOMPLETA

()

()

Firma Responsable

Fecha



2020
Bogotá, D.C.,

~~04498~~
Oficio N°

Doctor(a):
EMILIO FERRERO
Apoderado
BASF CORPORATION

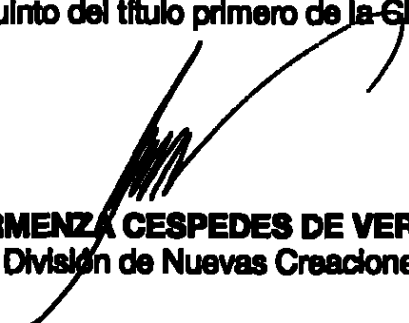
ASUNTO:	Radicación N°	04 - 00491
	Solicitud internacional	PCT/EP02/04598
	Fecha inicio fase nacional	06/01/2004
	Trámite	011
	Evento	379
	Actuación	430
	Folios	001

Como resultado del examen de forma, realizado con fundamento en el artículo 38 de la Decisión 486 de la Comisión de la Comunidad Andina, artículo 27 del Tratado de Cooperación en Materia de Patentes (PCT), regla 51 bis del Reglamento y Circular Única de la Superintendencia de Industria y Comercio, se le comunica que:

- La solicitud no contiene la copia del documento en que consta la cesión del derecho a la patente del inventor al solicitante o a su causante. (Art. 28-k) Decisión 486).

En cumplimiento de lo dispuesto por el artículo 39 de la Decisión 486, se le requiere para que dentro del término de dos meses siguientes a la fecha de notificación del presente oficio, complete los requisitos anteriormente enunciados. En caso de no dar cumplimiento al presente requerimiento, la solicitud se considerará abandonada y perderá su prelación.

Notifíquese el presente oficio conforme a lo dispuesto en el numeral 5.2, literal e), del capítulo quinto del título primero de la Circular Única N° 10 de 2001.


ALIX CARMENZA CESPEDES DE VERGEL
Jefe de la División de Nuevas Creaciones.

El anterior requerimiento fue notificado por fijación en lista de fecha, 30 ABR. 2004

202059