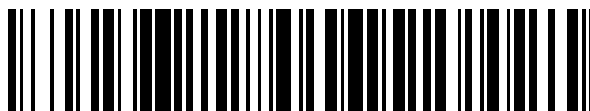


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 781 430**

51 Int. Cl.:

C08J 5/18 (2006.01)

B29C 55/12 (2006.01)

B65D 65/02 (2006.01)

B65D 65/40 (2006.01)

C08L 77/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **15.04.2009** **PCT/JP2009/001729**

87 Fecha y número de publicación internacional: **22.10.2009** **WO09128261**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **15.04.2009** **E 09732194 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **11.03.2020** **EP 2270078**

54 Título: **Película de resina de poliamida estirada biaxialmente y procedimiento para la producción de la misma**

30 Prioridad:

16.04.2008 JP 2008106275

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
02.09.2020

73 Titular/es:

UNITIKA LTD. (100.0%)
50, Higashi-Hommachi 1-chome
Amagasaki-shi, Hyogo 660-0824, JP

72 Inventor/es:

YUKI, KIWAMU;
NAKAI, MAKOTO y
NODA, ATSUKO

74 Agente/Representante:

ISERN JARA, Jorge

ES 2 781 430 T3

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

DESCRIPCIÓN

Película de resina de poliamida estirada biaxialmente y procedimiento para la producción de la misma

5 Campo técnico

La presente invención se refiere a una película de resina de poliamida estirada biaxialmente y un procedimiento para la producción de la misma, en particular, una película de resina de poliamida estirada biaxialmente que puede usarse en paquetes y contenedores hechos de resina de poliamida y un procedimiento para producir la película de resina de poliamida estirada biaxialmente.

Antecedentes de la técnica

Las películas de resina de poliamida estiradas biaxialmente que usa poliamidas tales como nilón 6 y nilón 66 son excelentes en las propiedades mecánicas como la resistencia a la tracción, resistencia a la adherencia, resistencia a la perforación y fuerza de resistencia contra impactos, y, adicionalmente, en la propiedad de barrera de gas y resistencia al calor. En consecuencia, estas películas se usan en amplias aplicaciones.

Cuando estas películas de resina de poliamida estiradas biaxialmente se usan como materiales de empaquetado, estas películas de resina de poliamida estiradas biaxialmente se usan, en general, como sustratos frontales de películas laminadas y, en muchos casos están libres del contacto directo con contenidos tales como los artículos empaquetados. En consecuencia, el comportamiento de los compuestos de bajo peso molecular en las películas de resina de poliamida estiradas biaxialmente no se ha mencionado mucho aún.

Sin embargo, cuando las películas se calientan en la etapa de producción de la misma, o en la etapa de procesamiento, como una etapa de laminado o impresión, los compuestos de bajo peso molecular contenidos en las películas de resina de poliamida se depositan en la superficie de las películas, según sea el caso. Dado que las técnicas de empaquetado actuales son sofisticadas, este fenómeno viene a ser un problema imposible de dejar fuera de consideración, ya que se provocan problemas, por ejemplo, atribuibles a este fenómeno.

A efectos de lidiar con el problema, se han propuesto resinas de poliamida, en cada una de las cuales el peso molecular del conjunto de monómeros constituyente es grande, como nilón 11 y nilón 12 o resinas de copoliamida principalmente compuestas de nilón 11 y nilón 12 (JP4-325159A). De manera alternativa, también se ha propuesto una resina de poliamida copolimerizada entre 1,6-hexanediamina y ácido sebácico (JP2001-328681A). Sin embargo, estas son poliamidas específicas, y tienen un precio alto, mientras que presentan una baja versatilidad. Por tanto, existe una fuerte demanda de películas en las que se use nilón 6 y nilón 66 altamente versátiles y los contenidos de monómeros sean bajos.

Incluso si los compuestos de bajo peso molecular, como los monómeros y los oligómeros sin reaccionar, son eliminados de una resina de poliamida en la etapa de ser chips antes del moldeado de la película, una nueva fundición de los chips de resina con un extrusor en fundido o similar regenera los compuestos de bajo peso molecular, y, por tanto, los compuestos de bajo peso molecular permanecen en la película degradando la calidad de la misma. En particular, una poliamida en la que la caproamida es el conjunto principal que se repite de la misma presenta una característica de que los compuestos de bajo peso molecular, como los monómeros, tienden a generarse más fácilmente que en las poliamidas formadas de un ácido dicarboxílico y una diamina y el contenido de los compuestos de bajo peso molecular es grande.

En general, cuando la concentración del grupo terminal de una resina de poliamida es más alta, la cantidad de regeneración de los compuestos de bajo peso molecular, como los monómeros, al momento de repetir la fundición, tiende a ser más grande. A efectos de lidiar con este problema, se ha desarrollado una poliamida en la que se adiciona un compuesto capaz de reaccionar con los terminales carboxilo o los terminales amino de la poliamida. Específicamente, se ha propuesto un procedimiento en el que un éster de glicidol orgánico se hace reaccionar con los grupos carboxilo y los grupos amino de la poliamida (JP10-219104A). Sin embargo, en este procedimiento, cuando el éster de glicidol orgánico y los chips de poliamida se combinan en seco y, a continuación, se funden y se amasan en un extrusor, permitiéndole al éster de glicidol orgánico que reaccione con los grupos terminales de la poliamida. Adicionalmente, en este procedimiento, es difícil llevar a cabo la mezcla en la etapa de combinación en seco antes del moldeado de la película. Por tanto, dicha mezcla no uniforme ofrece una causa para la variación de la composición. Por consiguiente, es difícil obtener una poliamida que presente una concentración de grupo terminal uniforme, y, además, la etapa de combinación en seco en sí misma no es adecuada para películas que involucran grandes cantidades de extrusión en fundido. Adicionalmente, en este procedimiento, el contenido de los compuestos de bajo peso molecular después del moldeado fundido sigue siendo grande, y la cantidad de reducción de los compuestos de bajo peso molecular no es suficiente.

Por el otro lado, se ha propuesto un procedimiento en el que los grupos amino terminales de una resina de poliamida se bloquean con un anhídrido de ácido dicarboxílico (JP2005-187665A). Sin embargo, la cantidad de monómeros regenerados al momento de la fundición sigue siendo tan grande como del 0,27 al 0,75% en masa, y es difícil reducir

de manera suficiente la cantidad de compuestos de bajo peso molecular contenidos en la película de resina de poliamida.

Adicionalmente, se ha propuesto una resina de nilón 6 en la que un compuesto de piperidona se une químicamente a la cadena de polímero o los terminales del polímero (JP2001-081189A). En esta resina, se reduce la generación del caprolactam que resulta de la fundición bajo presión reducida. Sin embargo, en la etapa de formación de la película generalmente efectuada bajo presión normal, los oligómeros generados cuando la resina se funde difícilmente se descarguen al exterior del sistema, y, por tanto, el efecto de reducción de oligómeros es insuficiente.

Como se describió anteriormente, con respecto a los compuestos de bajo peso molecular de la resina de poliamida, se han ofrecido varias propuestas. Sin embargo, ningún documento ha mencionado los compuestos de bajo peso molecular en los productos de nilón, incluyendo una poliamida (nilón MXD) compuesta de xililenodiamina y un ácido dicarboxílico alifático que presenta de 4 a 12 átomos de carbono.

En particular, las películas formadas con una resina combinada, compuesta por nilón 6 o nilón 66 y nilón MXD, o las películas que presentan una configuración de laminado de capas múltiples, constituida por nilón 6 o nilón 66 y nilón MXD son capaces de conferir funcionalidades adicionales a una película formada con resina de nilón 6 o una resina de nilón 66 y, por tanto, en las circunstancias descritas anteriormente, dichas películas han pasado a ser ampliamente usadas como películas de barrera de gas, películas de corte recto, películas de fácil desgarro, películas de contracción y similares.

Sin embargo, las películas que contienen nilón MXD son abundantes en el contenido de los compuestos de bajo peso molecular y, por tanto, causan problemas en la etapa de producción o en la de procesamiento. Dichas películas son más grandes en las cantidades de compuestos de bajo peso molecular depositadas en el exterior de las películas, en comparación con, por ejemplo, las películas de resina de nilón 6 y, por tanto, resulta fundamental mejorarlas para dicha deposición.

Como una contramedida contra la deposición de los compuestos de bajo peso molecular, el documento WO 2008/075461A1 de los presentes solicitantes propone, con respecto a la resina de nilón 6, un procedimiento para eliminar eficientemente los compuestos de bajo peso molecular, tales como los monómeros, mediante el uso de agua calentada. Sin embargo, este procedimiento es incapaz de eliminar de manera efectiva los compuestos de bajo peso molecular de los productos hechos de resinas de nilón que contienen nilón MXD.

El documento WO 2008/020569 A1 describe una película de resina de poliamida estirada biaxialmente que comprende nilón 6 y nilón MXD6, donde la relación de composición entre el nilón 6 y el nilón MXD6 es de 85/15 a 60/40 en términos de relación de masas.

El documento JP 2007 136873 A describe la eliminación del monómero sin reaccionar de los gránulos de nilón 6 efectuando un tratamiento con agua caliente de los gránulos a 95°C durante 8 horas.

Resumen de la invención

Problemas a ser resueltos por la invención

La presente invención resuelve dichos problemas, como se describe anteriormente, y un objeto de la presente invención es proporcionar una película de resina de poliamida estirada biaxialmente que permita una reducción drástica de los contenidos de los compuestos de bajo peso molecular en la película sin deteriorar las excelentes propiedades intrínsecas de la película, por tanto, está libre de una posibilidad adversa de la ocurrencia de problemas en la etapa de producción de la película y la etapa de procesamiento de la película, es excelente en la eficiencia de producción y los rendimientos y puede usarse para el empaquetado de materiales y contenedores hechos de resina de poliamida, y proporcionar un procedimiento para producir de la película de resina de poliamida estirada biaxialmente que contiene nilón MXD. Medios para resolver los problemas

A efectos de alcanzar el objeto antes mencionado, la película de resina de poliamida estirada biaxialmente de la presente invención incluye, como un primer componente, nilón 6 y, como segundo componente, una poliamida que incluye xililenodiamina y un ácido dicarboxílico alifático que presenta de 4 a 12 átomos de carbono, donde la relación de composición entre el primer componente y el segundo componente (primer componente/segundo componente) es de 95/5 a 30/70 en términos de relación de masas, y en la película de resina de poliamida estirada biaxialmente, el contenido de los compuestos de bajo peso molecular es del 0% en masa al 0,2% en masa al determinarlo según el procedimiento indicado en esta descripción, donde los compuestos de bajo peso molecular son componentes incluidos en el pico al mismo tiempo de elución del monómero de caprolactam cuando los compuestos de bajo peso molecular, como un monómero y un dímero en una resina de nilón 6, son medidos mediante HPLC.

El procedimiento para producir la película de resina de poliamida estirada biaxialmente de la presente invención comprende formar una película sin estirar usando una resina de poliamida que incluye, como un primer componente, nilón 6 y, como segundo componente, una poliamida que incluye xililenodiamina y un ácido dicarboxílico alifático que presenta de 4 a 12 átomos de carbono, donde esta relación de composición entre el primero y el segundo componente

(primer componente/segundo componente) es de 95/5 a 30/70 en términos de relación de masas, obtener una película estirada biaxialmente mediante un procedimiento de estiramiento biaxial sucesivo en el que se efectúa un estiramiento longitudinal y, a continuación, uno transversal, o mediante un procedimiento de estiramiento simultáneo en el que un tratamiento de estiramiento longitudinal y un tratamiento de estiramiento transversal se efectúan de manera simultánea, donde, en una etapa de la película sin estirar, una etapa después del estiramiento longitudinal o una etapa después del estiramiento biaxial la película se pone en contacto con agua preparada a 40°C o más y a menos de 70°C durante de 1 a 10 minutos y adicionalmente con agua preparada a 70°C o más durante de 1 a 10 minutos.

Ventajas de la invención

Según la presente invención, la aplicación de una etapa de eliminación de un compuesto de bajo peso molecular para una película de resina de poliamida que contiene nilón MXD permite reducir drásticamente el contenido de los compuestos de bajo peso molecular en la película, sin deteriorar las excelentes propiedades intrínsecas de la película de resina de poliamida. Por tanto, es posible obtener una película de resina de poliamida estirada biaxialmente con una alta eficiencia de producción, excelencia de rendimientos y capacidad de uso para paquetes y contenedores hechos de una resina de poliamida.

Descripción detallada de la invención

En lo sucesivo, la presente invención se describirá de manera detallada.

La película de resina de poliamida estirada biaxialmente de la presente invención incluye, como primer componente, nilón 6 y, como segundo componente, una poliamida (nilón MXD) que incluye xililenodiamina y un ácido dicarboxílico alifático que presenta de 4 a 12 átomos de carbono, y se obtiene mediante el sometimiento al estiramiento biaxial.

La relación de composición entre el primer componente y el segundo componente de la resina que forma la película es tal que la relación del primer componente/segundo componente = 95/5 a 30/70 en términos de relación de masas. Cuando la proporción del primer componente supera el 95% en masa, las varias propiedades que se originan desde el segundo componente, como la propiedad de barrera y la flexibilidad no se desarrollan o apenas lo hacen, si lo hacen, y, por consiguiente, es difícil obtener el efecto de la adición del segundo componente. Por el contrario, cuando la proporción del primer componente es menor al 30% en masa, los efectos adversos tienden a ocurrir, por ejemplo, de modo tal que la característica de dureza del nilón 6 como el primer componente se deteriora notablemente.

En la película de resina de poliamida estirada biaxialmente de la presente invención, el contenido de los compuestos de bajo peso molecular debe ser del 0 al 0,2% en masa, y es preferentemente del 0 al 0,1% en masa, más preferentemente del 0 al 0,05% en masa o menos y más preferentemente del 0% en masa; en otras palabras, lo que resulta más preferible es que no se incluya absolutamente ningún compuesto de bajo peso molecular.

Cuando el contenido de los compuestos de bajo peso molecular supera el 0,2% en masa, el calentamiento de la película de resina de poliamida en cuestión resulta en la deposición de los oligómeros, como los compuestos de bajo peso molecular, en la superficie de la película. En consecuencia, se provocan varios problemas en las etapas, como en la etapa de producción y la etapa de procesamiento. Por ejemplo, cuando la cantidad de compuestos de bajo peso molecular depositados es grande, a efectos de impedir los problemas causados por la gran cantidad de deposiciones, deben eliminarse los compuestos de bajo peso molecular que se adhieren a la máquina de producción o a la máquina de procesamiento. A tal efecto, las actividades de producción o las de procesamiento deben detenerse y, por consiguiente, la eficiencia de producción se ve notablemente afectada.

Cuanto menor sea el contenido de los compuestos de bajo peso molecular, mejor; sin embargo, con la disminución del contenido de los compuestos de bajo peso molecular, el tiempo necesario para la etapa de eliminación de los compuestos de bajo peso molecular al momento de la formación de la película aumenta y, por tanto, la productividad tiende a degradarse. Por lo tanto, en realidad, el límite inferior del contenido de los compuestos de bajo peso molecular es de aproximadamente el 0,001% en masa.

En la presente invención, el contenido de los compuestos de bajo peso molecular en la película de resina de poliamida puede calcularse mediante el siguiente método de medición. Específicamente, alrededor de 0,5 g (en término de la resina de poliamida) de una película cortada para un espécimen cuadrado de alrededor de 0,5 cm se pesa de manera precisa, el espécimen se somete a una extracción con 10 ml de agua destilada en un baño de agua hirviendo (100°C) durante 2 horas y, para la solución de extracción obtenida, el contenido de los compuestos de bajo peso molecular en la película se determina mediante cromatografía líquida (por ejemplo, con un sistema de HPLC HP 100, fabricado por Hewlett-Packard Company). Las técnicas más específicas para esta determinación se describen a continuación.

En la medición descrita anteriormente, se ha verificado que los compuestos de bajo peso molecular detectados en el caso de una resina de nilón 6 son principalmente dímeros y monómeros de caprolactam, los compuestos de bajo peso molecular detectados en el caso de una película de combinación compuesta de nilón 6 y nilón MXD o una película laminada compuesta de una película de nilón 6 y una película de nilón MXD no se limitan al dímero y el monómero de caprolactam. Los compuestos de bajo peso molecular, como se hace referencia a los mismos en la presente invención, significan los componentes incluidos en el pico al mismo tiempo de elución que el tiempo de elución del monómero de

caprolactam cuando los compuestos de bajo peso molecular, tales como el dímero y el monómero en una resina de nilón 6, se miden mediante HPLC.

Según el experimento efectuado por los presentes inventores, los compuestos de bajo peso molecular contenidos en una película de una película combinada compuesta de nilón 6 y nilón MXD o una película laminada compuesta de una película de nilón 6 y una película de nilón MXD se extrajeron y concentraron, y se analizaron mediante IR (espectroscopía de infrarrojos) o NMR (resonancia magnética nuclear); y, por tanto, se detectó un pico originado por la metaxililenodiamina, a partir de los compuestos de bajo peso molecular. Adicionalmente, la presencia de una pluralidad de sustancias se identificó mediante espectrometría de masas en un intervalo de aproximadamente 50 a 300 para los pesos moleculares de los componentes de bajo peso molecular. Por consiguiente, se halló que, en las resinas de poliamida que incluyen nilón 6 y nilón MXD, los componentes que incluyen meta-xililenodiamina, así como también el dímero y el monómero de caprolactam, están presentes como los componentes de bajo peso molecular. Se presume que la eliminación de los componentes de bajo peso molecular que no sean caprolactam requiere un tratamiento de eliminación efectuado a una alta temperatura y durante un largo tiempo.

La película de resina de poliamida estirada biaxialmente de la presente invención se puede formar como una película laminada. Los detalles para dicha capa laminada son los siguientes.

Por ejemplo, en un procedimiento de laminado en seco, una película estirada hecha de otra resina y/o un sellante hecho de otra resina se une mediante el uso de un adhesivo a la película de resina de poliamida estirada biaxialmente para formar una capa laminada adecuada para un material de empaque. Adicionalmente, en un procedimiento de extrusión, una capa laminada adecuada para un material de empaque puede obtenerse como se indica a continuación: una resina en un estado fundido se extruye una, dos o más veces, y se lamina sobre la superficie de la película de resina de poliamida estirada biaxialmente; o, de manera alternativa, cuando se extruye una resina, la resina extruida se usa como un sustituto para un adhesivo y, por consiguiente, la película y otra película se unen entre sí.

La película de resina de poliamida estirada biaxialmente de la presente invención incluye nilón 6 y nilón MXD como los componentes principales del mismo, pero también puede incluir nilón 66, nilón 46, nilón 69, nilón 610, nilón 612, nilón 11, nilón 12 y adipamida de polimetaxilileno (nilón MXD6) y similares en cantidades adecuadas en las formas de sustancias combinadas, copolímeros y sustancias compuestas.

Más preferentemente, a efectos de suprimir la generación de los compuestos de bajo peso molecular al momento de la fundición, las resinas de poliamida que constituyen la película estirada biaxialmente incluyen, como agentes de bloqueo terminal, un éster de glicidol orgánico, un anhídrido de ácido dicarboxílico, un ácido monocarboxílico como ácido benzoico, o una diamina.

La viscosidad relativa de cada una de las resinas de poliamida que constituyen la película estirada biaxialmente no se limita de manera particular; sin embargo, la viscosidad relativa, medida bajo las condiciones en que el 96% de ácido sulfúrico se usa como un solvente, la temperatura de medición es de 25°C y la concentración es de 1 g/dl, se ubica preferentemente dentro de un intervalo de 1,5 a 5,0, más preferentemente de 2,5 a 4,5 y aún más preferentemente de 3,0 a 4,0. Cuando la viscosidad relativa de la resina de poliamida es menor que 1,5, las propiedades mecánicas de la película tienden a degradarse notablemente. Cuando la viscosidad relativa de la resina de poliamida supera el valor de 5,0, la formabilidad de la película tiende a ser alterada.

Las resinas de poliamida que constituyen la película de estiramiento biaxial pueden contener, si es necesario, como adición a las mismas dentro de una medida que no afecte de manera adversa los rendimientos de la película, uno o más de varios aditivos tales como un pigmento, un antioxidante, un absorbedor ultravioleta, un agente conservante, un agente antiestático, un agente antibloqueante y una partícula fina inorgánica.

A efectos de mejorar la propiedad de escurrimiento de la película y otros fines, las resinas de poliamida que constituyen la película estirada biaxialmente también pueden contener, mezclados entre ellos, uno o más de varios lubricantes orgánicos o inorgánicos. Los ejemplos de dichos lubricantes incluyen arcilla, talco, carbonato de calcio, carbonato de zinc, wollastonita, sílice, alúmina, óxido de magnesio, aluminato de sodio, aluminato de calcio, aluminosilicato de magnesio, hidrogel de vidrio, negro de carbón, óxido de zinc, trióxido de antimonio, hidrotalcita, silicatos laminados y amida de ácido etilen-bis-esteárico.

El procedimiento para producir una película de resina de poliamida estirada biaxialmente de la presente invención es el que se indica a continuación.

La película de resina de poliamida estirada biaxialmente de la presente invención se obtiene, por ejemplo, como se resume a continuación: una composición de resina de poliamida se calienta para fundirse con un extrusor, extruido desde una matriz en T en una forma de una película, y se solidifica mediante el enfriamiento en un tambor de enfriamiento rotativo mediante la aplicación de un procedimiento de fundición conocido, como una fundición de chorro de aire o una fundición electrostática para formar una película sin estirar; y una película sin estirar se somete a un tratamiento de estiramiento para obtener la película de resina de poliamida estirada biaxialmente. Cuando dos o más resinas se mezclan entre sí al momento de la extrusión en fundido, se obtiene una película combinada de resina;

cuando dos o más resinas se extruyen simultáneamente de boquillas separadas para la laminación al momento de la extrusión en fundido, se obtiene una película de capas múltiples que presenta dos o más capas de resina. Cuando la película sin estirar se orienta, la estirabilidad se degrada en una etapa posterior, según sea el caso, y, por tanto, la película sin estirar se encuentra preferentemente en una condición de ser sustancialmente amorfa o estar sustancialmente desorientada.

El procedimiento de estiramiento incluye un procedimiento de estiramiento biaxial sucesivo en el que se lleva a cabo el estiramiento longitudinal y, a continuación, se efectúa un tratamiento de estiramiento transversal, y un procedimiento de estiramiento biaxial simultáneo en el que los tratamientos de estiramiento longitudinal y transversal se llevan a cabo de manera simultánea. En cualquiera de estos procedimientos de estiramiento, el tratamiento de estiramiento se efectúa preferentemente de modo tal que la magnificación alcanzada en el plano sea 9 o más, a fin de obtener un coeficiente de orientación de 0,05 o más.

El procedimiento de estiramiento no está particularmente limitado; sin embargo, como es eficiente, se prefiere el procedimiento de estirado biaxial del tipo de tensamiento, el cual permite, como un procedimiento, llevar a cabo una etapa de formación de película fundida y las etapas descritas a continuación, es decir, una etapa de tratamiento preliminar con agua calentada, una etapa de eliminación de compuestos de bajo peso molecular, una etapa de estiramiento, una etapa de configuración de calor y una etapa de enfriamiento.

La etapa de configuración de calor se describe como se indica a continuación: una película que ha estado sujeta a un estiramiento biaxial sucesivo o a un estiramiento biaxial simultáneo se fija al calor a temperaturas de 150 a 220°C en el tensamiento donde se ha efectuado el tratamiento de estiramiento y, si fuese necesario, es sometida a un tratamiento de relajación en la dirección longitudinal y/o la dirección transversal dentro de un intervalo del 0 al 10% y, preferentemente, del 2 al 6%.

La producción de la película de resina de poliamida estirada biaxialmente de la presente invención requiere que la etapa de eliminación de compuestos de bajo peso molecular se establezca en una etapa opcional en la etapa de formación de la película descrita anteriormente. Si bien se reivindica que la etapa de eliminación de compuestos de bajo peso molecular se establezca en una etapa opcional, la etapa de eliminación de los compuestos de bajo peso molecular se efectúa preferentemente después de fundir la resina de poliamida para dar una forma de película, porque el contenido de los compuestos de bajo peso molecular aumenta al fundir la resina de poliamida. La etapa de eliminación de compuestos de bajo peso molecular puede efectuarse en cualquier etapa de la película sin estirar, una etapa después del estiramiento longitudinal y una etapa después del estiramiento biaxial; sin embargo, la etapa de eliminación de compuestos de bajo peso molecular se efectúa preferentemente en la etapa de la película sin estirar en la que ni la cristalización ni la orientación de la película han sido efectuadas de manera apreciable, porque la eficiencia de la eliminación del compuesto de bajo peso molecular es satisfactoria en dicha etapa y no se descarga ningún compuesto de bajo peso molecular dentro del aire durante la etapa de estiramiento.

Como se describió anteriormente, el documento WO 2008/075461A1 de los presentes solicitantes propone, con respecto a la resina de nilón 6, un procedimiento para eliminar eficientemente los compuestos de bajo peso molecular, tales como los monómeros, mediante el uso de agua calentada. Sin embargo, una película de resina de nilón que incluye nilón 6 y nilón MXD es más grande en el contenido de compuestos de bajo peso molecular, en comparación con la película de resina de nilón 6, y, por tanto, el tratamiento descrito en el documento WO 2008/075461A1 solo alcanza un efecto más pequeño en la reducción de la cantidad de compuestos de bajo peso molecular. Adicionalmente, en el caso de la película de resina de nilón, incluyendo el nilón 6 y el nilón MXD, cuando la temperatura del agua calentada es baja, la eficiencia de extracción de las sustancias de bajo peso molecular es baja. Cuando la temperatura del agua calentada aumenta como una contramedida contra la baja eficiencia de extracción, la película sufre arrugamiento o serpienteo, lo que altera la producción de la película.

En consecuencia, la presente invención reduce la cantidad de los compuestos de bajo peso molecular en la película sin alterar la etapa de producción, llevando a cabo un tratamiento preliminar en un primer recipiente de agua y mediante el uso sucesivo de un segundo recipiente de agua preparada a una temperatura más alta. Específicamente, en la etapa de eliminación de compuestos de bajo peso molecular en función de la presente invención, la película de resina de poliamida se pone en contacto, bajo tensión, con agua preparada a 40°C o más y a menos de 70°C durante de 1 a 10 minutos como un tratamiento preliminar, y sucesivamente con agua preparada a una temperatura igual o superior a los 70°C durante de 1 a 10 minutos.

En la etapa de eliminación de los compuestos de bajo peso molecular, la temperatura del agua en el primer recipiente de agua como el recipiente de tratamiento preliminar con agua calentada debe ser de 40°C o más y de menos de 70°C, preferentemente a 50°C o más y menos de 70°C y más preferentemente a 60°C o más y menos de 70°C. La temperatura del agua en el segundo recipiente de agua debe estar a 70°C o más. Cuando la temperatura del agua en el segundo recipiente de agua es inferior a los 70°C, es difícil eliminar los compuestos de bajo peso molecular en un tiempo breve. Adicionalmente, cuando se efectúa un tratamiento en el primer recipiente de agua con agua caliente preparada a 70°C o más, en un caso donde el tratamiento se efectúa en la etapa de la película sin estirar, la película sin estirar tiene a sufrir un arrugamiento y, por tanto, el estiramiento no será uniforme, degradando la calidad de la película estirada; y, adicionalmente, la operabilidad se degrada de manera tal que habrá una tendencia a que ocurran

problemas a la hora del estiramiento, como la ruptura de la película y la falta de agarre en los extremos de la película.

El pH del agua en cada uno del primero y el segundo recipiente de agua es preferentemente de 6,5 a 9,0, más preferentemente de 7,0 a 8,5 y, en especial, preferentemente de 7,5 a 8,0. Cuando el pH es inferior a 6,5, la degradación de oxidación de la película de resina de poliamida puede proceder. Cuando el pH supera el valor de 9,0, el agua alcalina se une a la película y dicha agua tiende a unirse al trabajador de manera desfavorable desde el punto de vista de seguridad.

En general, a efectos de eliminar los compuestos de bajo peso molecular, la temperatura de agua más alta es efectiva; sin embargo, cuando la temperatura es alta, la película sin estirar tiende a sufrir un arrugamiento. Cuando la temperatura del agua se establece en bajas temperaturas, la eliminación de los compuestos de bajo peso molecular toma tiempo para degradar la productividad. Por el contrario, al efectuar un tratamiento preliminar en el primer recipiente de agua, como en la presente invención, los compuestos de bajo peso molecular que causan problemas pueden eliminarse sin causar, en el segundo recipiente de agua preparada a una temperatura más alta, un arrugamiento o hundimiento que degrada la productividad.

En el caso en que el estiramiento se efectúa después de la etapa de eliminación del compuesto de bajo peso molecular, a efectos de evitar problemas a la hora del estiramiento, preferentemente, la película de resina de poliamida sin estirar recibe un tratamiento, después de la etapa de eliminación de los compuestos de bajo peso molecular, en una etapa de regulación del contenido de agua de modo tal que el contenido de agua de la película de resina se regula para que sea del 1 al 10% en masa, preferentemente del 4 al 8% en masa y, a continuación, se lleva a cabo el estiramiento. Cuando el contenido de agua es inferior al 1% en masa, la tensión de estiramiento aumenta y, en consecuencia, tiende a provocar problemas tales como la ruptura de la película. En cambio, cuando el contenido de agua es superior al 10% en masa, la irregularidad del espesor de la película sin estirar se vuelve grande, y la irregularidad del espesor de la película estirada obtenida también tiende a ser grande.

Después del tratamiento en el segundo recipiente de agua preparada a una alta temperatura, el contenido de agua de la película, por lo general, es alto. Por lo tanto, el contenido de agua de la película se disminuye preferentemente poniendo la película en contacto con un rodillo que presenta una capa absorbente de agua o soplando aire seco a la película. En cambio, cuando el contenido de agua es bajo, la regulación del contenido de agua se puede llevar a cabo usando un recipiente de regulación del contenido de agua. Por lo general, en el recipiente de regulación del contenido de agua, se usa agua pura. Sin embargo, si fuese necesario, el líquido de tratamiento puede hacerse de modo tal que contenga aditivos como un tinte, un agente tensoactivo y un plastificante. El contenido de agua de la película también se puede regular rociando vapor de agua a la película.

Es posible conferir varias funcionalidades a la película de resina de poliamida estirada biaxialmente de la presente invención. La película puede someterse a un tratamiento de fácil adhesión a fin de mejorar la capacidad de adhesión a, por ejemplo, otra película, un adhesivo y tinta, someterse a un tratamiento antiestático destinado a suprimir la generación de electricidad estática o someterse a la aplicación de varios líquidos de recubrimiento funcionales tales como un líquido de cobertura de barrera para mejorar la propiedad de barrera. El procedimiento de recubrimiento para tal efecto no se limita particularmente; pueden adoptarse procedimientos como un procedimiento de cobertura con un rodillo de grabados, un procedimiento de cobertura con un rodillo inverso, un procedimiento de cobertura con chorro de aire, un procedimiento de cobertura de grabado inverso, un procedimiento de cobertura de barra de Meyer y un procedimiento de cobertura de rodillo inverso, así como también varios procedimientos de cobertura y las combinaciones de esos procedimientos, y varios procedimientos de rociado.

El espesor de la película de resina de poliamida estirada biaxialmente de la presente invención no se limita particularmente; sin embargo, el espesor en cuestión se ubica preferentemente dentro de un intervalo de 10 a 30 mm, cuando la película en cuestión se usa para fines de empaquetado.

La película estirada biaxialmente obtenida, por consiguiente, puede someterse, si es necesario, a tratamientos fisicoquímicos como un tratamiento de descarga de corona, un tratamiento de recubrimiento, un tratamiento de limpieza, un tratamiento de tintura, un tratamiento de deposición de metales y varios tratamientos de cobertura.

La película de resina de poliamida estirada biaxialmente de la presente invención puede usarse como un material de empaquetado sellable por calor mediante la formación de una película laminada a través del laminado con una capa sellante hecha de poliolefina o similar, usando, por ejemplo, un procedimiento de laminado en seco o un procedimiento de laminado por extrusión.

Ejemplos

La presente invención se describe de manera detallada con referencia a los Ejemplos. Cabe señalar que los procedimientos de evaluación de las varias propiedades físicas en los siguientes Ejemplos y Ejemplos comparativos son como se indica a continuación.

(1) Contenido de los compuestos de bajo peso molecular en una película

(Preparación de la muestra de medición)

5 Alrededor de 0,5 g de una película cortada en un cuadrado de 0,5 cm se pesó de manera precisa y se colocó en un vial de espacio de cabeza de 10 ml; 10 ml de agua destilada se adicionaron al vial y el vial se selló herméticamente con un tope de goma de butilo y una tapa de aluminio; a partir de ahí, la extracción se llevó a cabo durante 2 horas en un baño de agua hirviendo (100°C); a continuación, después de enfriar el vial, se efectuó la filtración con un filtro de disco de 0,45 mm para preparar una muestra de medición.

10 (Curva de calibración)

Se usó caprolactam como una sustancia de referencia para la determinación de la cantidad de los compuestos de bajo peso molecular. Primero, 0,1 g de caprolactam se disolvieron en 100 ml de agua destilada y, a continuación, la solución obtenida, por consiguiente, se diluyó adicionalmente para preparar una solución estándar de 100 ppm. La solución estándar se inyectó en cantidades de 1 a 10 ml para obtener una curva de calibración.

(Condición de HPLC)

20 Aparato: Sistema de HPLC HP 1100 fabricado por Hewlett-Packard Company
Columnas: Waters Puresil 5m C18 20 nm (200 angstroms); 4,6 mm 3 250 mm (40°C)
Detector: UV 210 nm

25 La elución se llevó a cabo durante 12 minutos con un eluyente de metanol/agua (relación de volumen) = 35/75; a continuación, el eluyente se cambió a un eluyente de metanol/agua (relación de volumen) = 100/0 durante un período de 3 minutos y la elución se efectuó durante 30 minutos; y, a continuación, el eluyente se cambió adicionalmente al eluyente de metanol/agua (relación de volumen) = 35/75 durante un período de 5 minutos y la elución se llevó a cabo durante 20 minutos.

30 Velocidad de flujo 0,7 ml/min
Volumen de inyección: 10 ml (50 ml para concentraciones bajas)
Límite de detección: 3 ppm

(Método de cálculo)

35 En las condiciones descritas anteriormente, se obtuvo la concentración de los compuestos de bajo peso molecular en la muestra; a partir de la concentración, se calculó la masa de los compuestos de bajo peso molecular en la muestra; y la masa obtenida se dividió por la masa de la película para obtener el contenido (% en masa) de los compuestos de bajo peso molecular.

40 (2) Irregularidad de espesor

Mediante el uso de un medidor de espesor de transmisión de rayos β (Modelo TG-220, fabricado por Fuji Electric Co., Ltd.), el espesor se mide a través del ancho cada 10 cm a lo largo de la dirección a lo ancho de una película estirada con un ancho de 300 cm, y el valor representado por la siguiente fórmula se definió como la irregularidad de espesor; y la irregularidad de espesor se evaluó desde el valor obtenido, por consiguiente, sobre la base de los siguientes tres grados, "B(Bueno), Pr(Promedio), Po(Pobre)," donde los valores de irregularidad de espesor del 15% o menos, es decir, los grados "B" y "Pr", se determinaron como aprobados.

50
$$\text{Irregularidad de espesor} = \frac{(\text{Espesor máximo a lo largo de la dirección a lo ancho} - \text{espesor mínimo a lo largo de la dirección a lo ancho})}{\text{promedio} \times 100}$$

B(Bueno): La irregularidad del espesor es del 10% o menos.

Pr(Promedio): La irregularidad del espesor supera el 10% y es del 15% o menos.

55 Po(Pobre): La irregularidad de espesor supera el 15%.

(3) Operabilidad

60 Mediante una observación visual de la condición de una película sin estirar, mientras la película sin estirar pasa a través de un recipiente con agua calentada, se evaluaron las condiciones en las que se producen arrugas, serpenteo y similares. El caso en que no se produjeron arrugas, serpenteo y similares se evaluó como tan bueno que se lo marcó con una "B". El caso donde se produjeron arrugas, serpenteo y similares se evaluó como pobre y se marcó con un "Po".

65 Los materiales usados en los siguientes Ejemplos y Ejemplos comparativos son los que se indican a continuación.

(Nilón 6)

En un recipiente de reacción sellado herméticamente y equipado con un agitador, se colocaron 100 partes en masa de caprolactam ϵ , 0,12 partes en masa (10 mmol/kg en relación con el caprolactam ϵ) de ácido benzoico y 3 partes en masa de agua, se incrementó la temperatura y se les permitió que se sometan a una reacción de policondensación bajo una presión positiva de 0,5 MPa a una temperatura de 260°C. El producto de reacción obtenido, por consiguiente, se distribuyó desde el recipiente de reacción y después se cortó con una forma de chip. El producto con forma de chip se refinó adicionalmente y se secó para obtener un chip de resina de nilón 6. En este chip, se halló que la cantidad del grupo carboxilo terminal fue de 46 mmol/kg, la cantidad del grupo amino terminal fue de 36 mmol/kg y la viscosidad relativa fue de 3,03.

(Chip maestro)

Un chip maestro se preparó mediante la mezcla con fundición de 6 partes en masa de sílice (Syloid SY-150, fabricado por Mizusawa Industrial Chemicals, Ltd.) con 100 partes en masa de la resina de nilón 6.

(Nilón MXD)

Se usó un chip comercialmente disponible de una resina, es decir, "MX Nylon 6007 (fabricado por Mitsubishi Gas Chemical Company, Inc., incluyendo xililenodiamina y ácido adípico, que es un ácido dicarboxílico alifático que presenta 6 átomos de carbono).

Ejemplo 1

La resina de nilón 6 y el chip maestro descrito anteriormente se combinan entre sí de modo tal que la proporción de mezcla de sílice sea del 0,05% en masa, para obtener un chip de resina de nilón 6. Este chip de resina de nilón 6 y el chip de resina de nilón MXD se mezclaron entre sí en una relación de masa del chip de resina de nilón 6/chip de resina de nilón MXD = 80/20, y la mezcla obtenida se colocó en un extrusor de 65 mm de diámetro, equipado con una matriz en T de gancho de recubrimiento. A continuación, la mezcla se fundió en un cilindro calentado a una temperatura de 270°C y la fundición obtenida se extruyó y se enfrió rápidamente poniendo la fundición extruida en contacto cercano con un tambor rotativo enfriado a 20°C para obtener una película sin estirar con un espesor de 160 mm.

La película sin estirar fue guiada dentro de un recipiente de tratamiento preliminar con agua calentada preparada a una temperatura de agua de 60°C, como el primer recipiente con agua calentada, y se sumergió en el agua durante 1 minuto como una etapa de tratamiento preliminar con agua calentada. A continuación, la película sin estirar fue guiada dentro de un recipiente de tratamiento con agua caliente preparada a una temperatura de agua de 90°C, como el segundo recipiente con agua calentada, y se sumergió en el agua durante 1 minuto como una etapa de eliminación de compuestos de bajo peso molecular. La película sin estirar absorbida por el agua fue guiada dentro de una máquina de estiramiento biaxial simultáneo y sometida a un estiramiento biaxial simultáneo con un factor de magnificación longitudinal de 3,33 y un factor de magnificación transversal de 3,33. Sucesivamente, la película estirada se trató con calor a una temperatura de 210°C, para efectuar de ese modo un tratamiento de relajación transversal 5%, y, por consiguiente, se obtuvo una película de resina de poliamida estirada biaxialmente con un espesor de 15 mm. Se evaluó el contenido de los compuestos de bajo peso molecular, la irregularidad del espesor y la operabilidad de la película de resina de poliamida estirada biaxialmente obtenida y, por consiguiente, los resultados obtenidos se muestran en la Tabla 1.

	Tipo de película	Nilón 6/nilón MXD (relación de masas)	Recipiente de tratamiento preliminar con agua calentada		Recipiente de tratamiento con agua calentada		Contenido de compuestos de bajo peso molecular (% en masa)	Espesor irregular	operabilidad
			Temperatura (°C)	Tiempo (min)	Temperatura (°C)	Tiempo (min)			
Ejemplo 1	Combinación	80/20	60	1	90	1	0,09	G	G
Ejemplo 2	Combinación	80/20	60	1	90	5	0,03	G	G
Ejemplo 3	Combinación	80/20	60	1	90	10	0,01	G	G
Ejemplo 4	Combinación	80/20	60	1	70	1	0,19	G	G
Ejemplo 5	Combinación	80/20	60	5	90	1	0,08	G	G
Ejemplo 6	Combinación	80/20	60	10	90	1	0,08	G	G
Ejemplo 7	Combinación	80/20	40	1	90	1	0,13	G	G
Ejemplo 8	Combinación	80/20	69	3	80	1	0,11	G	G
Ejemplo 9	Combinación	90/10	60	1	90	1	0,06	G	G
Ejemplo 10	Combinación	60/40	50	3	70	5	0,15	G	G
Ejemplo 11	Capas múltiples	95/55	60	1	90	5	0,10	G	G
Ejemplo comparativo 1	Combinación	80/20	60	1	90	0,5	0,23	G	G
Ejemplo comparativo 2	Combinación	80/20	60	1	90	15	0,01	G	P
Ejemplo comparativo 3	Combinación	80/20	60	1	60	5	0,30	G	G
Ejemplo comparativo 4	Combinación	80/20	60	20	90	1	0,08	G	P
Ejemplo comparativo 5	Combinación	80/20	30	5	90	1	0,23	A	P
Ejemplo comparativo 6	Combinación	80/20	80	1	90	1	0,11	P	P
Ejemplo comparativo 7	Combinación	80/20	-	-	90	1	-	-	P

(continúa)

	Tipo de película	Nílon 6/nílon MXD (relación de masas)	Recipiente de tratamiento preliminar con agua calentada		Recipiente de tratamiento con agua calentada		Contenido de compuestos de bajo peso molecular (% en masa)	Espesor irregular	operabilidad
			Temperatura (°C)	Tiempo (min)	Temperatura (°C)	Tiempo (min)			
Ejemplo comparativo 8	Capas múltiples	95/55	70	1	-	-	0,39	G	G

Como se muestra en la Tabla 1, en la película de resina de poliamida estirada biaxialmente del Ejemplo 1, se halló que el contenido de los compuestos de bajo peso molecular era pequeño.

Los compuestos de bajo peso molecular extraídos de la película se analizaron mediante espectrometría de infrarrojos (Perkin Elmer System 2000, método KBr) y espectrometría de resonancia magnética nuclear (JEOL, Lambda 300WB NMR, ^1H), y, por tanto, se observaron los picos originados por la metaxililenodiamina, como una molécula constituyente del nilón MXD. En función de la espectrometría de masas (GC-MS, UA5-30M-0.25F, gas de helio: 1,0 ml/min, relación de separación: 30:1, 70→320°C, intervalo de masas: 5 a 500), se observó una pluralidad de pesos moleculares en un intervalo de 50 a 300. A partir de los resultados antes descritos, los componentes de compuestos de bajo peso molecular se interpretaron como que están compuestos por tipos plurales de compuestos de bajo peso molecular, incluyendo la metaxililenodiamina que se origina a partir del nilón MXD, así como el caprolactam y el dímero cíclico que se origina a partir del nilón 6.

Ejemplo 2

El tiempo del tratamiento con agua caliente se estableció en 5 minutos. De otro modo, al igual que en el Ejemplo 1, se obtuvo una película de resina de poliamida estirada biaxialmente. Se evaluó el contenido de los compuestos de bajo peso molecular, la irregularidad del espesor y la operabilidad de la película de resina de poliamida estirada biaxialmente obtenida y, por consiguiente, los resultados obtenidos se muestran en la Tabla 1.

Ejemplo 3

El tiempo del tratamiento con agua caliente se estableció en 10 minutos. De otro modo, al igual que en el Ejemplo 1, se obtuvo una película de resina de poliamida estirada biaxialmente. Se evaluó el contenido de los compuestos de bajo peso molecular, la irregularidad del espesor y la operabilidad de la película de resina de poliamida estirada biaxialmente obtenida y, por consiguiente, los resultados obtenidos se muestran en la Tabla 1.

Ejemplo 4

La temperatura del tratamiento con agua caliente se estableció en 70°C. De otro modo, al igual que en el Ejemplo 1, se obtuvo una película de resina de poliamida estirada biaxialmente. Se evaluó el contenido de los compuestos de bajo peso molecular, la irregularidad del espesor y la operabilidad de la película de resina de poliamida estirada biaxialmente obtenida y, por consiguiente, los resultados obtenidos se muestran en la Tabla 1.

Ejemplo 5

El tiempo del tratamiento preliminar con agua calentada se estableció en 5 minutos. De otro modo, al igual que en el Ejemplo 1, se obtuvo una película de resina de poliamida estirada biaxialmente. Se evaluó el contenido de los compuestos de bajo peso molecular, la irregularidad del espesor y la operabilidad de la película de resina de poliamida estirada biaxialmente obtenida y, por consiguiente, los resultados obtenidos se muestran en la Tabla 1.

Ejemplo 6

El tiempo del tratamiento preliminar con agua calentada se estableció en 10 minutos. De otro modo, al igual que en el Ejemplo 1, se obtuvo una película de resina de poliamida estirada biaxialmente. Se evaluó el contenido de los compuestos de bajo peso molecular, la irregularidad del espesor y la operabilidad de la película de resina de poliamida estirada biaxialmente obtenida y, por consiguiente, los resultados obtenidos se muestran en la Tabla 1.

Ejemplo 7

La temperatura del tratamiento preliminar con agua calentada se estableció en 40°C. De otro modo, al igual que en el Ejemplo 1, se obtuvo una película de resina de poliamida estirada biaxialmente. Se evaluó el contenido de los compuestos de bajo peso molecular, la irregularidad del espesor y la operabilidad de la película de resina de poliamida estirada biaxialmente obtenida y, por consiguiente, los resultados obtenidos se muestran en la Tabla 1.

Ejemplo 8

El tratamiento preliminar con agua calentada se efectuó a 69°C durante 3 minutos y el tratamiento con agua caliente se efectuó a 80°C durante 1 minuto. De otro modo, al igual que en el Ejemplo 1, se obtuvo una película de resina de poliamida estirada biaxialmente. Se evaluó el contenido de los compuestos de bajo peso molecular, la irregularidad del espesor y la operabilidad de la película de resina de poliamida estirada biaxialmente obtenida y, por consiguiente, los resultados obtenidos se muestran en la Tabla 1.

Ejemplo 9

La relación de masas del chip de resina de nilón 6/chip de resina de nilón MXD se estableció en 90/10. De otro modo,

al igual que en el Ejemplo 1, se obtuvo una película de resina de poliamida estirada biaxialmente. Se evaluó el contenido de los compuestos de bajo peso molecular, la irregularidad del espesor y la operabilidad de la película de resina de poliamida estirada biaxialmente obtenida y, por consiguiente, los resultados obtenidos se muestran en la Tabla 1.

Ejemplo 10

El chip de resina de nilón 6 y el chip de resina de nilón MXD se mezclaron entre sí en una relación de masas del chip de resina de nilón 6/chip de resina de nilón MXD = 60/40. El tratamiento preliminar con agua calentada se efectuó a 50°C durante 3 minutos y el tratamiento con agua caliente se efectuó a 70°C durante 5 minutos. De otro modo, al igual que en el Ejemplo 1, se obtuvo una película de resina de poliamida estirada biaxialmente. Se evaluó el contenido de los compuestos de bajo peso molecular, la irregularidad del espesor y la operabilidad de la película de resina de poliamida estirada biaxialmente obtenida y, por consiguiente, los resultados obtenidos se muestran en la Tabla 1.

Ejemplo 11

Mediante el uso de una matriz en T de coextrusión de cinco capas, el nilón 6, el nilón MXD y una mezcla de nilón 6 y nilón MXD, cada uno, en cantidades iguales, se extruyeron en fundido y se laminaron en el orden de nilón 6/mezcla en cantidades iguales/nílón MXD/mezcla en cantidades iguales/nílón 6. El producto laminado se puso en contacto cercano con la superficie de un tambor de enfriamiento regulado en una temperatura de superficie de 20°C para un enfriamiento rápido y, por consiguiente, se obtuvo una lámina de capas múltiples sin estirar de 150 mm de espesor.

A continuación, del mismo modo que en el Ejemplo 2, se obtuvo una película de resina de poliamida estirada biaxialmente con una configuración de cinco capas de 15 mm de espesor. La configuración del espesor de la película de cinco capas fue de 4,5/0,5/5,0/0,5/4,5 [mm]. La relación de contenido entre el nilón 6 y el nilón MXD en la película de cinco capas, en términos de la relación de masas, fue de 95/55. Se evaluó el contenido de los compuestos de bajo peso molecular, la irregularidad del espesor y la operabilidad de la película de resina de poliamida estirada biaxialmente obtenida y, por consiguiente, los resultados obtenidos se muestran en la Tabla 1.

Ejemplo comparativo 1

En comparación con el Ejemplo 1, el tiempo del tratamiento con agua caliente se estableció en 0,5 minutos. De otro modo, el Ejemplo comparativo 1 fue el mismo que el Ejemplo 1. Se evaluó el contenido de los compuestos de bajo peso molecular, la irregularidad del espesor y la operabilidad de la película de resina de poliamida estirada biaxialmente obtenida y, por consiguiente, los resultados obtenidos se muestran en la Tabla 1.

Debido al tiempo demasiado breve en la etapa de eliminación de compuestos de bajo peso molecular, el contenido de los compuestos de bajo peso molecular en la película estirada obtenida fue grande.

Ejemplo comparativo 2

En comparación con el Ejemplo 3, el tiempo de tratamiento con agua caliente se extendió a 15 minutos. De otro modo, el Ejemplo comparativo 2 fue el mismo que el Ejemplo 3. Se evaluó el contenido de los compuestos de bajo peso molecular, la irregularidad del espesor y la operabilidad de la película de resina de poliamida estirada biaxialmente obtenida y, por consiguiente, los resultados obtenidos se muestran en la Tabla 1.

Si bien el tiempo de tratamiento con agua caliente se extendió, el contenido de los compuestos de bajo peso molecular no mejoró significativamente y, debido al tiempo extendido de tratamiento con agua caliente, la eficiencia de producción disminuyó.

Ejemplo comparativo 3

En comparación con el Ejemplo 2, la temperatura del tratamiento con agua caliente se estableció de modo tal que sea tan baja como de 60°C. De otro modo, el Ejemplo comparativo 3 fue el mismo que el Ejemplo 2. Se evaluó el contenido de los compuestos de bajo peso molecular, la irregularidad del espesor y la operabilidad de la película de resina de poliamida estirada biaxialmente obtenida y, por consiguiente, los resultados obtenidos se muestran en la Tabla 1.

Debido a la temperatura demasiado baja del agua en la etapa de tratamiento con agua caliente, el contenido de los compuestos de bajo peso molecular fue grande.

Ejemplo comparativo 4

En comparación con el Ejemplo 1, el tiempo del tratamiento preliminar con agua calentada se estableció en 20 minutos. De otro modo, el Ejemplo comparativo 4 fue el mismo que el Ejemplo 1. Se evaluó el contenido de los compuestos de bajo peso molecular, la irregularidad del espesor y la operabilidad de la película de resina de poliamida estirada biaxialmente obtenida y, por consiguiente, los resultados obtenidos se muestran en la Tabla 1.

Si bien el tiempo del tratamiento preliminar con agua calentada se extendió, el contenido de los compuestos de bajo peso molecular solo disminuyó ligeramente. De manera adicional, debido al tiempo de tratamiento preliminar extendido con agua calentada, la operabilidad se degradó y la eficiencia de producción disminuyó notablemente.

5 Ejemplo comparativo 5

En comparación con el Ejemplo 5, la temperatura de tratamiento preliminar con agua calentada se estableció en 30°C. De otro modo, el Ejemplo comparativo 5 fue el mismo que el Ejemplo 5. Se evaluó el contenido de los compuestos de bajo peso molecular, la irregularidad del espesor y la operabilidad de la película de resina de poliamida estirada biaxialmente obtenida y, por consiguiente, los resultados obtenidos se muestran en la Tabla 1.

Debido a la temperatura demasiado baja del agua en el tratamiento preliminar con agua calentada, la película estirada obtenida sufrió arrugamiento en una gran cantidad de posiciones provocando la irregularidad de espesor, y la operabilidad se degradó notablemente. De manera adicional, no fue posible eliminar de manera suficiente los compuestos de bajo peso molecular.

Ejemplo comparativo 6

En comparación con el Ejemplo 1, la temperatura de tratamiento preliminar con agua calentada se estableció en 80°C. De otro modo, el Ejemplo comparativo 6 fue el mismo que el Ejemplo 1. Se evaluó el contenido de los compuestos de bajo peso molecular, la irregularidad del espesor y la operabilidad de la película de resina de poliamida estirada biaxialmente obtenida y, por consiguiente, los resultados obtenidos se muestran en la Tabla 1.

Debido a la temperatura demasiado alta del agua en el tratamiento preliminar con agua calentada, la película estirada obtenida sufrió arrugamiento en una gran cantidad de posiciones y, por tanto, no fue posible producir la película de manera estable.

Ejemplo comparativo 7

En comparación con el Ejemplo 1, se omitió la etapa del tratamiento preliminar con agua calentada. De otro modo, el Ejemplo comparativo 7 fue el mismo que el Ejemplo 1. Se evaluó el contenido de los compuestos de bajo peso molecular, la irregularidad del espesor y la operabilidad de la película de resina de poliamida estirada biaxialmente obtenida y, por consiguiente, los resultados obtenidos se muestran en la Tabla 1.

Debido a la omisión de la etapa del tratamiento preliminar con agua calentada, la película sufrió un arrugamiento, provocando un estiramiento no uniforme, y no fue posible producir la película de manera estable.

Ejemplo comparativo 8

En comparación con el Ejemplo 11, se omitió la etapa de eliminación de los compuestos de bajo peso molecular en el segundo recipiente con agua calentada, y la temperatura del agua en la etapa de tratamiento preliminar con agua calentada en el primer recipiente con agua calentada se estableció en 70°C. De otro modo, el Ejemplo comparativo 8 fue el mismo que el Ejemplo 11. Se evaluó el contenido de los compuestos de bajo peso molecular, la irregularidad del espesor y la operabilidad de la película de resina de poliamida estirada biaxialmente obtenida y, por consiguiente, los resultados obtenidos se muestran en la Tabla 1.

Debido a la omisión de la etapa de tratamiento con agua caliente como la etapa de eliminación de compuestos de bajo peso molecular, el contenido de los compuestos de bajo peso molecular en la película estirada fue alto.

REIVINDICACIONES

1. Una película de resina de poliamida estirada biaxialmente que comprende:

5 como un primer componente, nilón 6; y,
como un segundo componente, una poliamida que incluye xililenodiamina y un ácido dicarboxílico alifático que
presenta de 4 a 12 átomos de carbono,
donde la relación de composición entre el primer componente y el segundo componente (primer componente/segundo
componente) es de 95/5 a 30/70 en términos de relación de masas, y,
10 donde, en la película de resina de poliamida estirada biaxialmente, el contenido de compuestos de bajo peso molecular
es del 0% en masa al 0,2% en masa al determinarlo según el procedimiento indicado en la descripción, donde los
compuestos de bajo peso molecular son componentes incluidos en el pico al mismo tiempo de elución del monómero
de caprolactam cuando los compuestos de bajo peso molecular, como un monómero y un dímero en una resina de
nilón 6, son medidos mediante HPLC.

15 2. Un procedimiento para producir la película de resina de poliamida estirada biaxialmente, comprendiendo
dicho procedimiento:

20 formar una película sin estirar usando una resina de poliamida que comprende, como un primer componente, nilón 6
y, un como segundo componente, una poliamida que incluye xililenodiamina y un ácido dicarboxílico alifático que
presenta de 4 a 12 átomos de carbono, donde esta relación de composición entre el primer y el segundo componente
(primer componente/segundo componente) es de 95/5 a 30/70 en términos de relación de masas;
obtener una película estirada biaxialmente mediante un procedimiento de estiramiento biaxial sucesivo en el que se
efectúa un estiramiento longitudinal y, a continuación, se efectúa un tratamiento de estiramiento transversal, o
25 mediante un procedimiento de estiramiento simultáneo en el que un tratamiento de estiramiento longitudinal y un
tratamiento de estiramiento transversal se efectúan de manera simultánea, donde, en una etapa de la película sin
estirar, una etapa después del estiramiento longitudinal o una etapa después del estiramiento biaxial, la película se
pone en contacto con agua preparada a 40°C o más y a menos de 70°C durante de 1 a 10 minutos y adicionalmente
con agua preparada a 70°C o más durante de 1 a 10 minutos.

30 3. Un material de empaquetado que comprende la película de resina de poliamida estirada biaxialmente según
la reivindicación 1.