

193497

I



O Z - 17. 19

PROCEDIMIENTO

Eb.-

MEMORIA

DESCRIPCIÓN

193497

para una patente de Invención, por veinte años, por: - Procedi-
miento para eliminar de los productos de polimerización de los
lactamos los monómeros -, a favor de la r.s. Invent A. G. für
Forschung und Patentverwertung; residente en Luzern - Suiza - f

5 El proceso de polimerización de los lactamos monómeros
con más de 6 anillos no se realiza de modo completo, como es sa-
bido, y termina en un equilibrio con una mayor o menor porción
de productos monómeros de partida. Si por ejemplo se parte del
E-aminocaprolactamo, en la fase final de la polimerización se
obtiene una mezcla de unos 90 % de polímeros elevados, con unos
10 % de lactamo monómero, dímero, etc. Variando las condiciones
de la polimerización, no se ha conseguido hasta ahora desplazar
el equilibrio de modo notable hacia el lado de los polímeros ele-
vados. Pero como la gran porción de monómeros no solo influye
desfavorablemente en el proceso de hilatura, sino que también
rebaja las propiedades de resistencia de las sedas o fibras y
cerdas acabadas, se hace necesario eliminar los monómeros. Para
10



esto se emplean en la técnica dos procedimientos: hacer el vacío en el recipiente de reacción después de terminada la polimerización en la masa fundida, o extraer el agua de las polímidas en trozos - recortes-. Con el último se logra rebajar el contenido monómero hasta próximamente 1 %, lo que difícilmente se logra por la evacuación, ya que por una permanencia algo larga de la masa en estado fluido vuelven constantemente a formarse monómeros. También al fundir los recortes con un contenido extractivo de 1 % como ocurre en la hilatura, se presenta una nueva formación de monómeros, que depende del tiempo de permanencia de la masa fundida en el bote de hilatura. Con una cantidad pequesísima de bombeo, como el que se tienen tratándose de título finos, la nueva formación de monómeros puede ascender hasta unos 7%, y con títulos gruesos y una cantidad correspondientemente más elevada de bombeo, puede llegar hasta 3,5 - 4 %. Ni por el complicado procedimiento de una extracción acuosa, ni por la evacuación del recipiente de reacción polimerizadora se logra lo que se debe conseguir; una masa fundida de polímidas que inmediatamente por delante de la boquilla esté altamente exenta de monómeros, lo que facilita el proceso de hilatura, ni tampoco un material hilado con el contenido mínimo posible de dichos monómeros. Estas condiciones, consideradas económicamente, son muy desfavorables. Por ejemplo, tratándose del ϵ -aminocaprolactamo, polímero elevado y adoptado en la técnica en gran escala, deben eliminarse por extracción unos 9 % de monómeros, de los que próximamente el 90 % pueden recuperarse concentrando por evaporación el agua de extracción. En la fusión en los aparatos de hilatura se presenta por término medio una nueva formación de 5 %, la cual tiene que eliminarse por lavado de la seda hilada hasta por lo menos 2 % perdiéndose el



3 %, pues no resulta remunerador el trabajar el agua de lavado. Próximamente $3/4$ % se pierden como humo de hilatura, de suerte que la pérdida efectiva es en números redondos de 4 %, a lo que se añade el coste de la elaboración del agua de extracción de los recortes y la pérdida con ello originada.

El procedimiento según el invento utiliza un dispositivo que permite suprimir en alto grado la pérdida en monómeros, presentando la masa poliamídica fundida y los hilos o cerdas producidos un contenido en monómeros esencialmente menor que hasta el presente y pudiéndose recuperar de modo sencillo los monómeros eliminados. La masa fundida de poliamida -puede tomarse directamente del depósito de reacción o ser una mezcla de varias- se designa en el adjunto dibujo como el poso o fondo 1. Mediante la bomba 2 se eyecta de la boquilla auxiliar 4 por el bloque de bombeo 3. La boquilla es una especie de boquilla de hilatura con una multitud de orificios, cuyo número depende de la cantidad que se quiere bombear. El objeto de esta boquilla auxiliar es el dar a la masa poliamídica exprimida por ella la mayor superficie posible en forma de hilos, que deben encontrarse todavía en estado de fusión, con objeto de expulsar de ellos los monómeros en exceso en su caída por el tubo 5. La evaporación puede acelerarse introduciendo nitrógeno exento de oxígeno por el tubo 12 en el tubo 5 o mediante vacío por medio del empalme 10, y también convenientemente introduciendo una pequeña cantidad de nitrógeno por el tubo 1. Los monómeros separados por destilación se recogen en la cámara 11. El tubo 5 es un tubo de doble manto, cuya temperatura se calcula de modo que por un lado no se condensen en él los monómeros separados por destilación, y por otro lado se encuentran todavía en estado fluído los hilos que terminan al fondo 6. También se ca -

193497



4.

lientan por un manto calentador los fondos 1 y 3, incluida la
bomba 2, teniendo dicho manto por cometido comunicar a la masa
fundida tanto calor como corresponde al extraído por el calor
de evaporación de los monómeros. El fondo o poso 6 se mantiene
tan pequeño que la masa fundida permanezca en él solo hasta que
se desgasifique suficientemente, con lo cual se limita a un mí-
nimo la nueva formación de monómeros. La altura del poso 6 se
regula verticalmente de modo automático mediante un contacto
-9- o varios. La regulación de la altura del poso puede reali-
zarse termoelectricamente o por medio de medición de la conduc-
tibilidad, transmitiéndose el impulso al accionamiento de la
bomba 2, la cual entonces se acciona correspondientemente con
más o menos velocidad, variándose la cantidad bombeada. Del
poso 6 se hila mediante la boquilla 8 del modo usual, utilizan-
do la bomba de hilatura 7. Vese claramente que el proceso de
hilatura tiene lugar más tranquilamente que hasta aquí, pues
es considerablemente menor la tendencia a formar bucles, de
los hilos salientes de la boquilla de hilatura.

N O T A

La presente Patente de Invención, consta de las siguien-
tes reivindicaciones:

1. - Procedimiento para eliminar de los productos de poli-
merización de los lactamos los monómeros, caracterizado porque
antes del proceso de hilatura propiamente tal, se hace el va-
cío en la masa fundida en forma de una multitud de hilos, los
cuales todavía se encuentran en estado de fusión.

2. - Procedimiento según lo reivindicado en el punto 1,



5. -

caracterizado porque la masa fundida se conduce directamente desde el recipiente de polimerización al aparato de evacuación.

3. - Procedimiento según lo reivindicado en el punto 1, caracterizado porque la poliamida sólida se funde en un dispositivo adecuado y después se elabora.

4. - Procedimiento según lo reivindicado en el punto 1, caracterizado porque para facilitar la evaporación de las porciones monómeras, se eliminan los vapores formados de monómeros introduciendo un gas inerte.

5. - Procedimiento según lo reivindicado en el punto 4, caracterizado porque como gas inerte se emplea nitrógeno libre de oxígeno.

6. - Procedimiento según lo reivindicado en el punto 1, caracterizado porque los vapores monómeros formados se eliminan mediante nitrógeno exento de oxígeno suprimiendo el vacío.

7. - Procedimiento según lo reivindicado en el punto 1, caracterizado porque se trabaja al vacío.

8. - Procedimiento para eliminar de los productos de polimerización de los lactamos los monómeros. -

Según se describe y reivindica en esta memoria descriptiva.

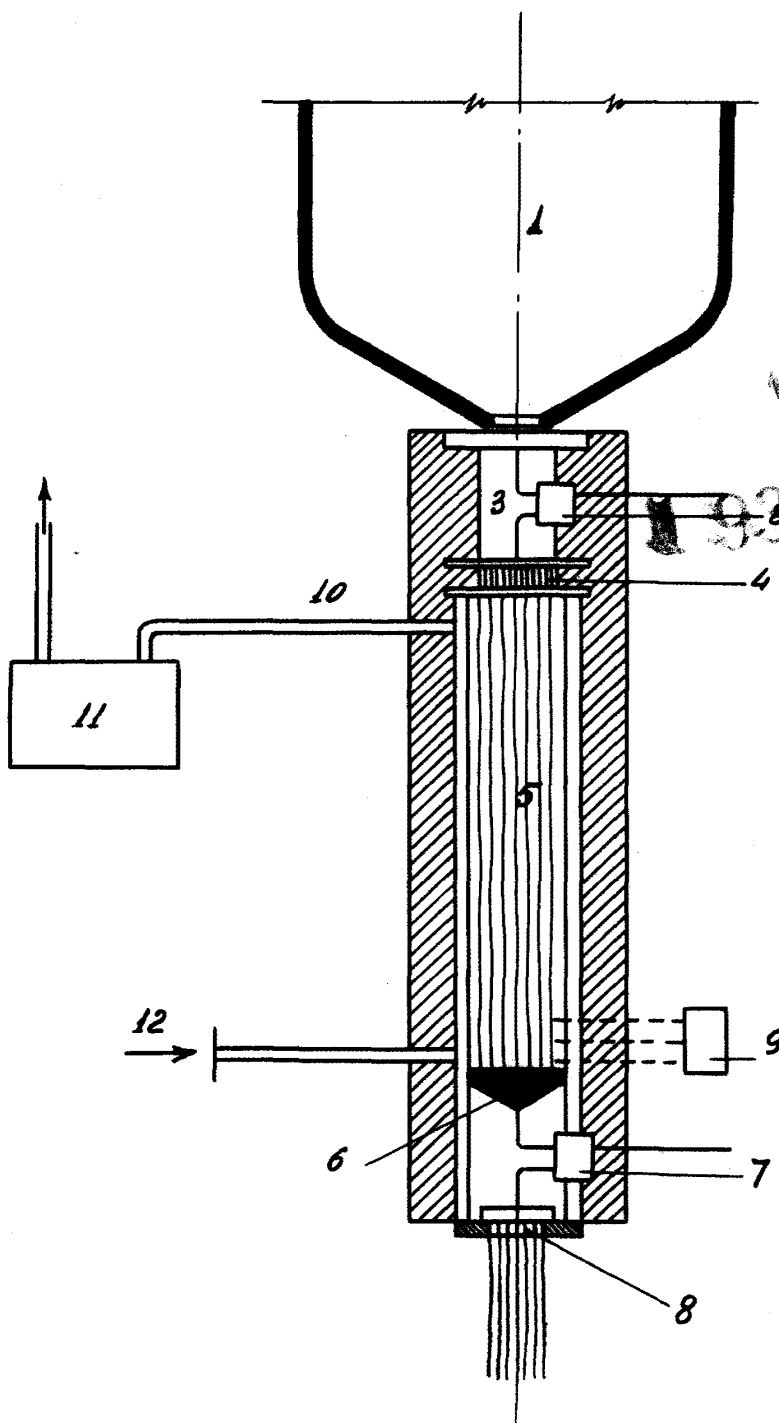
Se detalla e ilustra con los planos que a la misma se acompañan.

Esta memoria consta de cinco hojas, foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 19 de Junio de 1950. -

193497

193497



193497

ESCALA BARCELONA
Alvarez