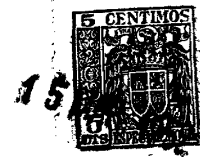


202508



202508

- 1 -

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se acompaña

a la solicitud de

Una PATENTE DE INTRODUCCION, por DIEZ AÑOS en ESPAÑA

a favor de

DON FERNANDO SEGURA VIDAL, residente en MADRID, calle
de Fernán González, nº 47,

por

"PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE POLIAMIDAS DE
ALTO PESO MOLECULAR".



5 La presente invención se refiere a un procedimiento para la producción de poliamidas hilables de alto peso molecular a partir de la masa fundida y cuya cadena polimetilénica entre los grupos sencillos $-CO. NH-$ contiene 5 átomos de carbono.

10 Es bien conocido el procedimiento para la producción de poliamidas hilables de alto peso molecular a partir de la masa fundida cuya cadena polimetilénica entre los grupos sencillos $-CO.NH-$ ó $-NH.CO-$ tiene 5 átomos de carbono. Hasta aquí este procedimiento se ha llevado a cabo de dos maneras:

15 0 empleando como material de partida el ácido 6-aminocaproico libre o sus ésteres junto con un alcohol volátil más bajo, o la 6-caprolactama derivada de este ácido. En el primer caso era necesario realizar la policondensación en un vacío elevado con el fin de obtener una poliamida de un peso molecular suficientemente alto, la cual puede ser hilada a partir de la masa fundida en hilos fuertes. El calentamiento duró bastante tiempo, siendo extraído el último resto del vapor de condensación en un aparato especial, a presión mas baja de

20 1 mm.Hg (comparar por ejemplo The Journal of the American Chemical Society, LIV., 1566-1569, y la patente norteamericana número 2.071,253, ejemplo 4).

25 Cuando por el contrario, se utiliza la 6-caprolactama como material de partida es necesario provocar la polimerización con un largo calentamiento - de una extensión de algo mas de 60 horas a temperaturas más elevadas bajo presión (en tubos cerrados) en presencia de catalizadores, por ejemplo, de una pequeña cantidad de agua, ácido, clorhidrato del ácido 6-aminocaproico, etc. La cadena de lactama de 7 miembros

30 es muy estable y se rompe tan difícilmente que aún el inventor de las poliamidas, W. H. Carothers, creyó durante un



largo tiempo que era imposible abrirlas.

La presente invención está basada en un sorprendente descubrimiento que ambos procedimientos siguen - per se - muy difícilmente, y que puede ser extraordinariamente facilitado y acelerado si se llevan a cabo simultáneamente en una fase, es decir si una mezcla de ácido 6-aminocaproico y 6-caprolactama se calienta a temperaturas comprendidas en un intervalo de 150 a 300° C. La reacción se realiza en pocas horas aun en una vasija abierta y sin catalizadores, por lo que no se usa una presión reducida o alta. Un catalizador de polimerización de la lactama está verdaderamente representado por el agua de condensación, la cual en el curso de la misma se libera gradualmente del ácido 6-aminocaproico. No se podía esperar que se obtuviera el mismo o mejor resultado por simple mezcla de ambas sustancias de partida, conocidas per se, y por calentamiento de ellas durante 5 horas, por ejemplo, en una vasija abierta sin ningún catalizador, que cuando se calienta durante 60 horas, por ejemplo, la lactama sola en un tubo cerrado con adición de un catalizador o cuando se calienta, únicamente, asimismo durante un tiempo mucho más largo, el ácido 6-aminocaproico en un vacío muy elevado. Cuando se usa una vasija de reacción con una abertura estrecha, no es en modo alguno necesario proteger la masa fundida por medio de un gas inerte, pues la corriente, desarrollada en el curso de la policondensación del aminoácido, llena completamente la vasija y expulsa el aire fuera de ella. Por este medio se obtiene una poliamida absolutamente pura puesto que no se añade ningún catalizador heterogéneo, el cual por sí mismo o por sus productos de descomposición, podía manchar el producto acabado.

El curso inexplicablemente favorable del procedimiento



se puede quizá aclarar por el hecho de que durante la poli-
condensación del amino-ácido una cierta, aunque quizá peque-
ña, cantidad de agua se libera constantemente dentro de la
mezcla de la reacción. Esta agua rompe, a una temperatura
más elevada, la cadena de lactama y facilita una polimeriza-
ción sin dificultades de la misma. Por adición de agua, no
se obtiene un resultado igualmente favorable, ni aún en un
tubo cerrado, puesto que el agua ^{no} forma una fase homogénea
con la masa fundida. Por esta razón, en un tubo cerrado,
de acuerdo con el proceso conocido, por ejemplo, de la pa-
tente italiana nº 373.977, el agua está actuando principal-
mente como vapor sobre la superficie de la masa fundida,
mientras en el proceso de acuerdo con la presente invención,
está actuando, en toda la masa "in statu nascendi".

Aunque no es enteramente indispensable proteger de la
oxidación bajo ninguna circunstancia, por medio de un gas
inerte, la mezcla de la reacción, es posible, no obstante,
usar en algunos casos esta medida, conocida per se, aun en
el procedimiento de acuerdo con la presente invención y com-
binarla, por ejemplo, con la agitación de la mezcla reaccio-
nante de tal manera que se conduzca un gas inerte, a través
de un tubo, hasta el fondo de la vasija.

La poliamida obtenida muestra todas las propiedades tí-
picas de las poliamidas conocidas, su viscosidad intrínseca
asciende, de acuerdo con el tiempo de calentamiento de 0,5-1,1,
y es muy adecuada para la producción de hilos artificiales
y semejantes.

Ejemplo.- Se calientan en una vasija de cristal abierta
con una abertura estrecha, 80 partes de 6-caprolactama y 20
partes de ácido 6-aminocaproico durante seis horas a tempe-
raturas comprendidas entre 200 y 250° C. La poliamida obte-
nida tienen en estado fundido una viscosidad intrínseca de



95

0,65 y, después de haber sido enfriada, forma una masa dura, correosa y transparente como el cristal, a partir de la cual es posible, después de una nueva fusión, hilarla en hilos muy fuertes, los cuales, en frío, se pueden estirar a un múltiple de la longitud original.

100

Es posible usar en lugar del ácido 6-aminocaproico sus productos de policondensación de molecularidad baja, es decir tomar como material de partida este ácido ya parcialmente pretratado por calentamiento a temperaturas más elevadas.

105

Evidentemente, se puede recurrir a variaciones y los detalles se pueden modificar o utilizar sin otros dentro del mismo alcance de las reivindicaciones adjuntas.

NOTA.

En resumen: La Patente de Introducción que se solicita recaerá sobre las reivindicaciones siguientes:

110

1ª.- Procedimiento para la producción de poliamidas de alto peso molecular, caracterizado porque las poliamidas tienen 5 átomos de carbono en la cadena polimetilénica que separan a los dos grupos amidas, y el procedimiento comprende mezclar el ácido 6-aminocaproico con la 6-caprolactama como únicos reactivos, calentar continuamente la mezcla resultante y mantenerla en estado fundido en una vasija abierta a una temperatura comprendida entre 150° y 300° C hasta que se obtenga un producto hilable de la masa fundida.

115

120

2ª.- Procedimiento para la producción de poliamidas de alto peso molecular, según la reivindicación primera, caracterizado porque las poliamidas tienen 5 átomos de carbono en la cadena polimetilénica que separan a los dos grupos amidas, y el procedimiento comprende mezclar alrededor de 20% de ácido 6-aminocaproico con cerca de 80% de 6-caprolactama como únicos reactivos, calentar continuamente la mezcla resultante y mantenerla en estado fundido en una vasija abierta durante

125



un periodo de varias horas a una temperatura comprendida entre 150° y 300° C hasta que se obtenga un producto hilable de la masa fundida.

130

3°.- Procedimiento para la producción de poliamidas de alto peso molecular, según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque las poliamidas tienen 5 átomos de carbono en la cadena polimetilénica que separan a los dos grupos amidas, y el procedimiento comprende mezclar el ácido 6-aminocaproico con la 6-caprolactama como únicos reactivos; calentar la mezcla resultante y mantenerla en estado fundido en una vasija abierta a una temperatura comprendida entre 150° y 300° C, hasta que se obtenga una masa de viscosidad elevada; entonces enfriar la masa; después de ello refundir la masa enfriada, hilarla y recuperar el producto hilado.

135

140

4°.- Procedimiento para la producción de poliamidas de alto peso molecular, según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque, las poliamidas tienen 5 átomos de carbono en la cadenapolimetilénica que separan los dos grupos amidas, y el procedimiento comprende mezclar 20 partes de ácido 6-aminocaproico con 80 partes de 6-caprolactama como únicos reactivos; calentar la mezcla resultante y mantenerla en estado fundido durante un periodo de varias horas a una temperatura comprendida entre 200° y 250° C, hasta que se obtenga una masa que tenga una viscosidad intrínseca de 0,65; entonces enfriar la masa fundida para formar una masa relativamente dura y transparente como el cristal; después redundir la masa transparente, hilarla y recuperar el producto hilado.

145

150

155

Se reivindica por último, como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Introducción que se solicita, " PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE POLIAMIDAS DE ALTO PESO MOLECULAR".

202508

- 7 -

15



Todo conforme queda descrito en la presente Memoria,
que consta de siete páginas escritas a máquina.

Madrid, 15 de marzo de 1952

ALFONSO UNGRIA,

160