



O Z - 38

" Procedimiento "

2083 12

## *Memoria Descriptiva*

*para*

una patente de Invención, por  
veinte años, en España,

*a favor de*

Inventa A. G. für Forschung und  
Patentverwertung,

- sociedad suiza -

*residente en*

Zürich (Suiza)

Talacker, 16,

*por:*

" Procedimiento para el hilado continuo de masa fundida  
de polimerizado de  $\epsilon$ -caprolactamo ".

---

Inventor /

Alfred Buck - suizo -.



5 En la polarización de  $\epsilon$ -caprolactamo se presenta un equilibrio entre la porción de polimerizado y la porción de lactamo. De aquí que el polimerizado de  $\epsilon$ -caprolactamo con- tenga siempre cierto tanto por ciento de lactamo monómero, que debe eliminarse de la poliamida hasta un cierto grado si se quiere hilar en hilos o hebras textiles de elevadas cuali- dades.

10 Para eliminar el monómero puede tratarse el polime- rizado sólido en forma de trozos o similares con medios de ex- tracción, como agua o alcohol, con lo cual no solo se extraen totalmente los monómeros, sino también parcialmente los díme- ros y trímeros. Otro método consiste en separar el monómero por destilación al vacío. Estos dos métodos se han descrito en la patente norteamericana 2,241,321 por Schlack. Allí se  
15 encuentra también la indicación de que la polimerización y el hilado pueden realizarse de modo continuo, eliminando el mó- nmero directamente a continuación del proceso polimerizador por tratamiento al vacío en el recipiente de polimerización o en depósitos de vacío subsiguientes. Pero en la práctica  
20 industrial no se han acreditado estos métodos, pues los depó- sitos grandes solo con mucha dificultad pueden cerrarse hermé- ticamente al vacío y la masa fundida es extraordinariamente sensible al oxígeno, aunque este exista en trazas pequeñísi- mas. Además los tiempos necesarios para eliminar el monómero por el anterior método son demasiado grandes, pues a conse-  
25 cuencia de la rápida presentación del equilibrio vuelven a formarse monómeros y el material resulta inhomogéneo temporal- mente.

Además de los métodos indicados, se han descrito



5 otros dos, en los que el monómero se elimina en proceso continuo de hilatura. En el primer método la masa fundida procedente del recipiente de polimerización se convierte, antes del hilado, en forma de hilo y de la gran superficie así formada puede evaporarse rápidamente el lactamo.

10 Industrialmente no puede sin embargo realizarse con el éxito deseado este procedimiento sin un gasto grandísimo en aparatos. En el segundo procedimiento llamado "método directo de hilatura", el cabezal de hilatura contiene un evaporador de capa delgada. Gracias a este método se ha hecho posible practicar el procedimiento de modo que se obtenga un material temporalmente homogéneo por lo que respecta al contenido en monómeros. Pero este último procedimiento presenta en la práctica industrial también ciertos inconvenientes, que se suprimen gracias al procedimiento del presente invento.

15 Así por ejemplo la capacidad de producción del cabezal de hilatura era limitada; solo podían hilarse cantidades relativamente pequeñas, por ejemplo, las usuales para seda. Además al mantenerse en servicio durante un largo tiempo el cabezal de hilatura, se presentaban perturbaciones, pues la masa recibía de tiempo en tiempo inclusiones de partículas finas que probablemente se originaban por oxidación del polimerizado. Esta oxidación podía provocarse o favorecerse por el hecho de que en ciertos puntos del depósito metálico, por ejemplo,

20 en las líneas limitantes respecto a la superficie de la balsa inferior, se depositaban porciones de poliamida y se oxidaba por actuación de larga duración del oxígeno, que siempre existe en trazas pequeñísimas en el gas de relleno.

25 El procedimiento según el invento se propone eliminar la inhomogeneidad del polimerizado producida por las in-

30



dicadas inclusiones. Otros objetos son los de eliminar lo más rápida y profundamente posible los monómeros y hacer posible una producción que sea mayor que con los sistemas hasta ahora conocidos y que al mismo tiempo pueda adaptarse dentro de amplí-  
5 simos límites a las cargas o rendimientos requeridos, conservando siempre igual calidad.

Estos fines se logran gracias al siguiente procedimiento, el cual se caracteriza porque la masa fundida por intermedio de un sistema distribuidor calentado y compensador  
10 de la presión permite incomunicarse de tal modo mediante boquillas anulares coaxiales en las superficies interiores y exteriores de cilindros coaxiales verticales y en la superficie interior del recipiente, que no existe superficie alguna no cubierta por la masa fundida, eliminando de esta los monómeros  
15 mediante un gas o mezcla gaseosa inerte empleada preferentemente en contracorriente y con una pequeña (presión) sobre presión.

La masa fundida se extiende mediante un sistema repartidor adecuado por fuera y por dentro sobre cilindros coaxiales y se extrae de estos por la acción de la gravedad. Los  
20 cilindros se cargan entre sí específicamente de modo igual, tienen todos la misma longitud, que se coordina con el momento óptimo del equilibrio del polimerizado con carga normal. La masa fundida se conduce de modo que entre la salida de las  
25 boquillas hendidas y la salida del depósito en que se encuentran dichas boquillas, no existe superficie que no esté cubierta por la masa fundida, incluido el mismo depósito. De este modo se impide que se sedimenten en ningún punto partículas de poliamida que con el tiempo se oxiden, lleguen a la masa  
30 fundida en forma de inclusiones y de este modo originen la in-



5  
homogeneidad del polimerizado. Para acelerar la evaporación del monómero mediante presión parcial y favorecer su eliminación, se hace pasar un gas de relleno en contracorriente a través del sistema, con una pequeña sobrepresión. Para esto se emplea un gas o mezcla gaseosa inerte, que contenga menos de 0,003 % de oxígeno.

Un aparato adecuado para la práctica del procedimiento se describe a continuación.

10 La figura 1ª presenta la alzada de un dispositivo adecuado.

15 La masa fundida llega por la tubería de admisión -1- al canal vertical anular -2-, que actúa de compensador de presión. Desde éste conducen canales de comunicación -3-, que se colocan en número bastante grande, a uno o varios canales verticales anulares -4-; luego el material por la boquilla de rendija formada por la guía -5- y la pieza intermedia -6-, llega a la superficie -8-, donde forma una película delgada. La superficie -8- se forma por cilindros coaxiales y la película corre tanto por la cara exterior como interior de los mismos. La película fluye a la parte inferior de un depósito -9- que preferentemente se construye como envolvente de todo el dispositivo.

20 Ejemplo - Un cabezal de hilatura para ensayos como antes se ha descrito, con un diámetro medio de 34 cm y una longitud de la superficie evaporadora de 18 cm, se cargó 25 7 veces con un polimerizado de  $\epsilon$ -caprolactamo que presentaba un contenido de extracto de 11 %. El paso de materiales fué de 100 g de polimerizado por minuto y 60 litros de gas de relleno por minuto. La temperatura fué de 245° C. Se produjo una pequeña sobrepresión. El contenido de extracto de 30 los hilos obtenidos fué de 6 %.



N O T A

La presente patente de Invención, consta de las siguientes reivindicaciones:

5 Se solicita la reivindicación de la prioridad de la solicitud de patente suiza Número 67614, del día 16 de Mayo de 1951, a los efectos de esta solicitud:

10 1ª. - Procedimiento para el hilado continuo de masas fundidas de polimerizado de  $\epsilon$ -caprolactamo utilizando un cabezal de hilatura que contiene un vaporizador en capa delgada, caracterizado porque la masa fundida se hace correr sobre un sistema distribuidor calentado y compensador de presión a través de boquillas anulares coaxiales sobre las caras interiores y exteriores de cilindros verticales coaxiales y también sobre la cara interior del recipiente, formando película, de tal manera que no haya superficie no cubierta por la masa fundida, empleando como gas de relleno un gas inerte.

15 2ª. - Procedimiento, según la reivindicación en el punto 1ª, caracterizado porque se emplea un gas mantenido bajo pequeña sobrepresión y guiado en contracorriente.

20 3ª. - " Procedimiento para el hilado continuo de masa fundida de polimerizado de  $\epsilon$ -caprolactamo ".

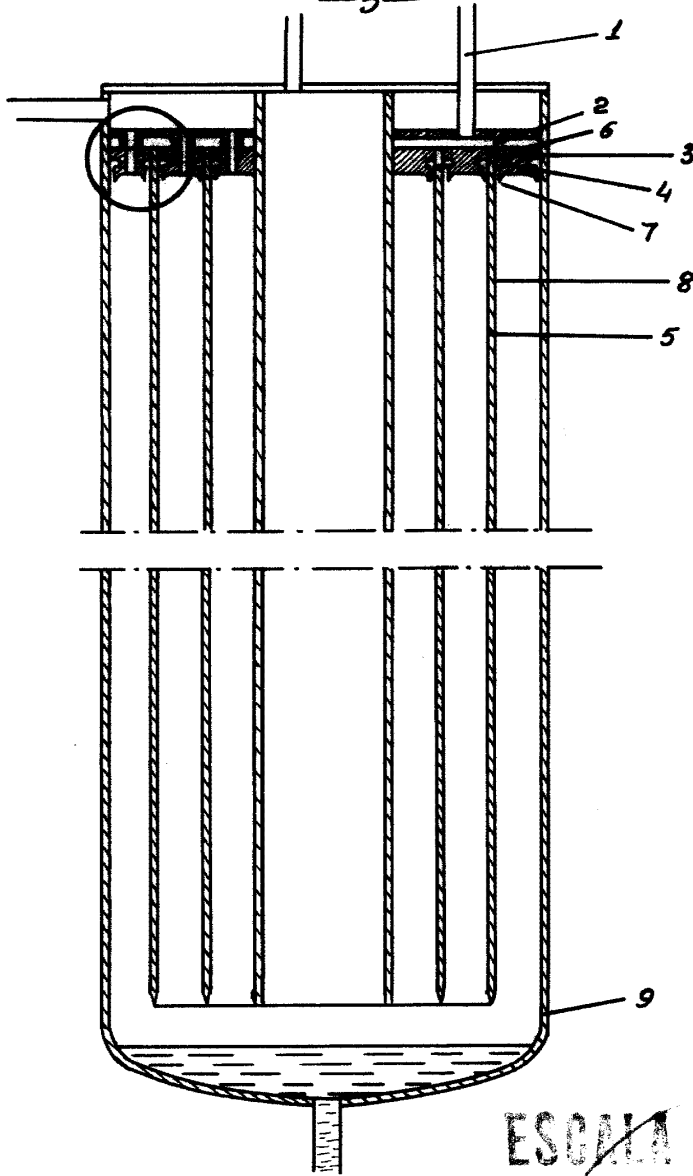
Según se describe y reivindica en esta memoria descriptiva, la cual consta de cinco hojas, foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 3 de Mayo de 1952

14370



*Fig. 1.*



ESCALA VARIABLE

*Ullrich*

*Fig. 2.*

