

AÑO 1958

Expediente núm. \_\_\_\_\_



245331

# REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL

245331

PATENTE DE INTRODUCCION

## MEMORIA DESCRIPTIVA

que se acompaña a la solicitud de

una PATENTE DE INTRODUCCION por DIEZ años, en España

a favor de

HANS JOACHIM ZIMMER, de nacionalidad

alemana domiciliado en KONIGSTEIN-TAUNUS (Alemania)

calle de \_\_\_\_\_ núm. \_\_\_\_\_

por:

PROCEDIMIENTO Y DISPOSITIVO PARA POLIMERIZAR EPSILON-CAPROLACTAMA"

Nº 10446

Agente Sr. Ungría



15

245331

M E M O R I A   D E S C R I P T I V A

que se acompaña a

la solicitud de

una PATENTE de INTRODUCCION por DIEZ AÑOS, en ESPAÑA, a favor  
de HANS JOACHIM ZIMMER, alemán, residente en KONIGSTEIN-TAUNUS  
(Alemania), por

"PROCEDIMIENTO Y DISPOSITIVO PARA POLIMERIZAR EPSILON CAPROLACTAMA"

FUENTE DE ORIGEN: Se explota en Alemania por la firma Hans J.  
Zimmer Verfahrenstechnik, residente en  
Frankfurt-Main, Borsigallee 1-3.

—ooOOoo—



245331

El objeto del invento es la polimerización de epsilon-caprolactama, partiendo de lactama fundida y pasando, en una operación de trabajo continua, por una polimerización bajo presión, un tramo de vacío y un tramo de equilibrio hasta el polímero terminado que se puede emplear para hilar directamente o para elaborarlo en forma granulada.

5.-

La polimerización continua de caprolactama, con o sin presión, es conocida; asimismo, el tratamiento subsiguiente, al vacío, para eliminar lactama y también agua de la masa fundida poliamídica.

10.-

En la polimerización discontinua en autoclave, que se realiza normalmente con cierto porcentaje de agua en la caprolactama y bajo presión, la masa fundida de polimerización se deja reposar, después de la depresión, durante varias horas sin presión, con objeto de una polimerización ulterior y disminución del grado de dispersión de las longitudes de cadena -un procedimiento que en la polimerización continua, tal como ha llegado a conocerse hasta ahora, no está dado como operación de trabajo continua, aun cuando era lógico trasladar las experiencias de la polimerización discontinua a la continua.

15.-

Por esta razón no se ha conseguido, hasta hoy, hilar la masa fundida poliamídica directamente desde el tramo de vacío de funcionamiento continuo para transformarla en una seda de buena calidad, excepción hecha de la fibra cortada que en cuanto a los datos tecnológicos textiles no ha de satisfacer exigencias tan elevadas como la seda.

20.-

Las poliamidas como la policaprolactama son sustancias de polímeros homólogos, en cuya producción se debe tratar de evitar diferencias demasiado grandes en la dispersión de longitudes de cadena. Es preciso ajustar el grado de dispersión a una porción elevada de longitudes de cadena medias, lo cual es factible mediante un tramo de presión de funcionamiento continuo y un tramo de vacío, asimismo continuo, con tramo de equilibrio subsiguiente.

25.-

30.-

Como es sabido, la polimerización de caprolactama termina en

245331



un equilibrio que depende de la temperatura y que consta, a 250°C. de 89% de poliamida y 11% de porciones susceptibles de extracción con agua.

- 5.- Aparte del agua procedente de la polimerización, se extrae en el tramo de vacío, con un tiempo de tratamiento y alto vacío adecuados, un 8% de lactama, de modo que queda un contenido de extracto residual de 3% aproximadamente, que se compone, en lo esencial, de oligómeros cíclicos e hidrosolubles. Para llevar a cabo el procedimiento presente es importante que el tratamiento al vacío de la masa fundida de polimerización se efectúa, especialmente en el primer tramo de vacío, por lo menos hasta que dicha masa esté totalmente deshidratada. Con esta deshidratación completa se consigue una amplia estabilidad a la regeneración térmica de las porciones extraíbles con agua, estabilidad que no está dada sin esta deshidratación total.

- 10.- Se ha observado con sorpresa que en la deshidratación intensa de la masa fundida, motivada por este proceso de vacío, por ejemplo a 250°C., el contenido de extracto no aumenta apenas, ni aún durante las seis horas de permanencia en el tramo de equilibrio. Esta experiencia es nueva, pues es sabido que los chips de policaprolactama, con un contenido de extracto de 3%, contienen, al fundirlos nuevamente, después de seis horas a 250°C. un 9% de extracto, de modo que 6% se han formado adicionalmente a causa de la reversibilidad térmica; el contenido de extracto del polímero ha variado de manera conocida, aproximándose al equilibrio correspondiente a esta temperatura.

- 15.- Por otra parte, se produce una variación en la relación de las porciones susceptibles de extracción entre sí. Arriba se ha mencionado que la masa fundida de polimerización, después del vacío y de la eliminación de lactama, contiene un 3% de porciones extraíbles con agua, que se componen, en lo esencial, de oligómeros cíclicos de la lactama. La composición proporcional de estas porciones extraíbles varía en el sentido de que vuelve a formarse caprolactama, resultando una relación de
- 20.-
- 25.-
- 30.-

245331



un 60% de lactama y un 40% de oligómeros cíclicos, referido a la porción extraíble de 3% que está presente y que prácticamente no ha aumentado con ello.

- 5.- Por lo tanto era indicado -y ello es también objeto del invento presente- agregar al tramo de equilibrio otro tramo de vacío para seguir reduciendo decisivamente el contenido de extracto total del producto final. Manteniendo, pues, este segundo tramo de vacío a 240°C, bajo condiciones por lo demás iguales que en el primero, se elimina, del contenido de extracto total de 3%, un 60% de caprolactama, restando
- 10.- un 40% de porciones oligómeras cíclicas. De ello resulta, después del segundo tramo de vacío, un contenido de extracto final de 1,2% y menos.

- 15.- Con una masa fundida semejante se puede producir directamente un hilo de título absolutamente regular. También pueden elaborarse con ella los llamados chips para fusión de hilatura ulteriores; estos ya no requieren ninguna extracción con agua, lo cual es esencial.

Ejemplo 1º

- 20.- De acuerdo con la figura 1, en el fusor 1 se funda epsilon-caprolactama, que presenta un contenido de agua de 0,1%, con adición de 0,29% de ácido acético glacial como estabilizador, y se hace pasar la masa fundida, mediante la bomba de presión 2, por un polimerizador 3, calentado a 258°C con la mezcla eutéctica difenil-vapor de óxido de difenil por medio de una camisa exterior, de forma que el tiempo de permanencia en el polimerizador asciende a 20 horas con una presión de 25 at. La bomba de descarga de presión 4 transporta la masa fundida de
- 25.- policaprolactama al tramo de vacío 5, calentado a 250°C de manera análoga como el polimerizador 3. El tiempo de paso por este tramo de vacío es, con un vacío de 30 mm. Hg absolutos, de 3 horas. Mediante la bomba de tornillo sin-fin 6 se hace pasar la masa fundida por el tramo de equilibrio 7 con un tiempo de paso de cinco horas a 240°C. y, desde allí
- 30.- la bomba 8 la lleva a la cabeza de moldeo 9 con objeto de elaborar ma-



245331

terial granulado, ya sea para producir artículos de moldeo por inyección, ya sea para fundirlo ulteriormente y producir hilo continuo por el procedimiento habitual. También se puede llevar la masa fundida, mediante la bomba 8, a las cabezas de hilar 10 para transformarla en hilo directamente, por el procedimiento habitual.

5.-

Ejemplo 2º

Si se desea obtener una poliamida con un porcentaje susceptible de extracción con agua especialmente reducido, se hace pasar la masa fundida, de acuerdo con la figura II, desde el tramo de equilibrio 7, mediante la bomba 8, por el segundo tramo de vacío 11, que se calienta de la misma manera que el tramo de equilibrio 7.

10.-

El tiempo de paso de la masa fundida por este segundo tramo de vacío es de dos horas. A continuación del mismo está dispuesta la segunda bomba de tornillo sin-fin 12, para alimentar a la cabeza de moldeo 9, o las cabezas de hilar 10.

15.-

Después del segundo tramo de vacío se puede disponer otro tramo de equilibrio, por el que la masa fundida de policaprolactama pasa en 3 horas a 235°C antes de ser llevada a la cabeza de moldeo 9 ó a las cabezas de hilar 10, lo cual contribuye a una homogeneización ulterior de la poliamida.

20.-

También se puede partir, de acuerdo con este ejemplo, de lactama prácticamente anhidra, y en ese caso ha resultado conveniente añadir, aparte del estabilizador de ácido acético, 1,5% de adipato de hexametildiamina como catalizador.

25.-

N O T A

En resumen: la Patente de Intrducción cuyo registro se solicita recaerá sobre las siguientes reivindicaciones:

1.- Procedimiento y dispositivo para polimerizar epsilon-caprolactama, caracterizado porque, partiendo de caprolactama fundida, se pasa sucesivamente y en marcha ininterrumpida, por un tramo de poli-

30.-



245331

merización bajo presión, un tramo de vacío, un tramo de equilibrio, una o varias cabezas de hilar, o una cabeza de moldeo para la elaboración de poliamida granulada.

5.- 2.- Procedimiento y dispositivo para polimerizar epsilon-caprolactama según reivindicación 1, caracterizado porque al tramo de equilibrio sigue un segundo tramo de vacío, procediéndose luego de acuerdo con la reivindicación 1.

10.- 3.- Procedimiento y dispositivo para polimerizar epsilon-caprolactama, según reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque el tratamiento de la masa fundida de poli-epsilon-caprolactama en el primer tramo de vacío se efectúa hasta conseguir una deshidratación absoluta.

4.- Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Introducción que se solicita: "PROCEDIMIENTO Y DISPOSITIVO PARA POLIMERIZAR EPSILON CAPROLACTAMA".

15.- Todo conforme queda descrito en la presente memoria que consta de seis páginas mecanografiadas por una sola cara y dibujos adjuntos.

Madrid, 15 noviembre de 1958

ALFONSO UNGRIA

245391

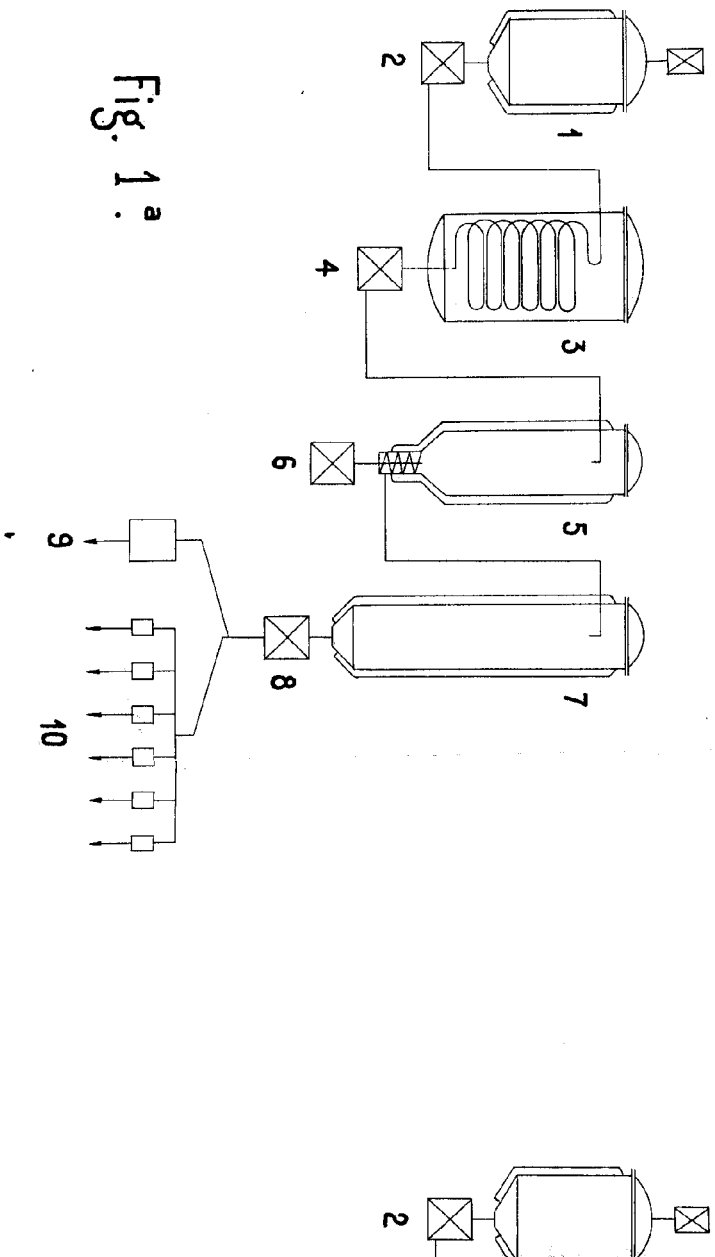


Fig. 1 a

24 539 1

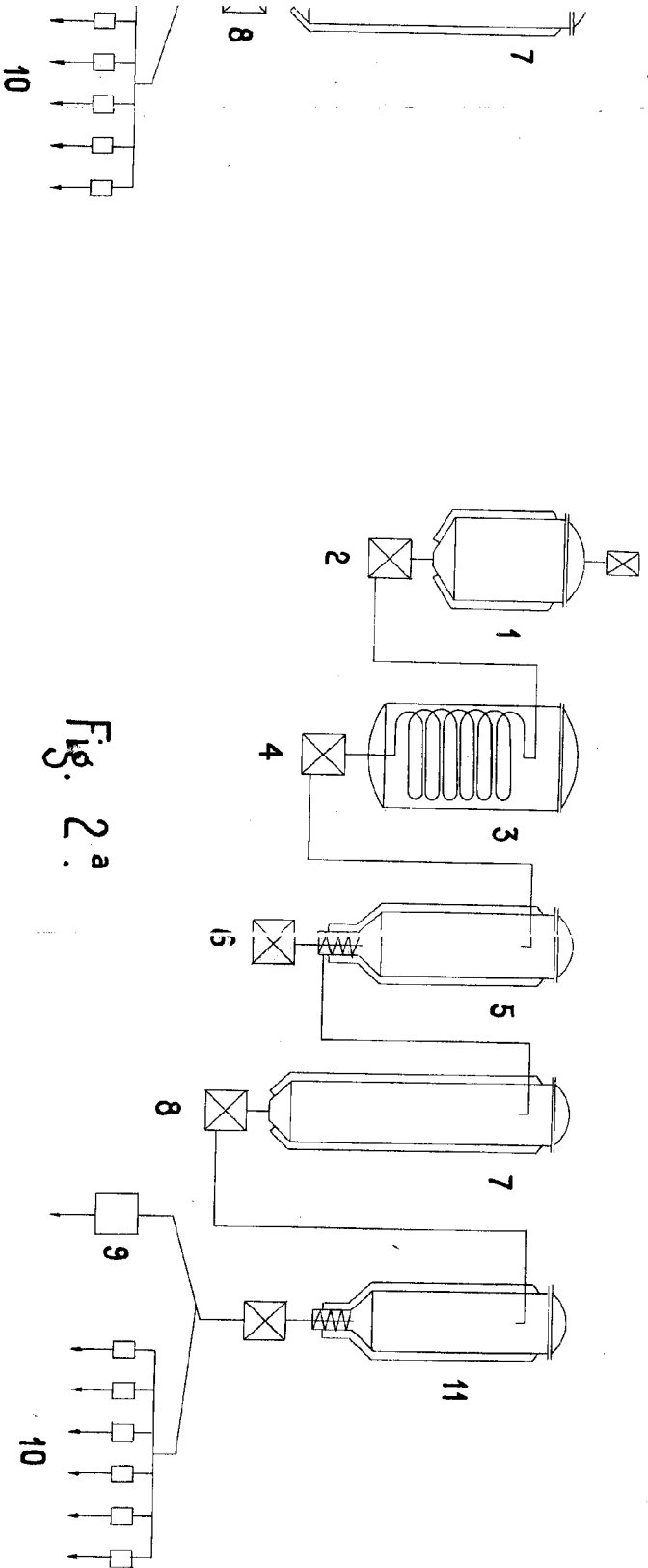


Fig. 2 a

ESPECIAL MARRABLE  
15.11.1953  
November 1953

*Handwritten signature*