

253492

P - 18.936.-

VGf 1021 Sp

28 NOV. 1959



253492

MEMORIA DESCRIPTIVA
para solicitar
PATENTE DE INVENCION
en
ESPAÑA
por VEINTE años

a nombre de VEREINIGTE GLANZSTOFF-FABRIKEN A.G., entidad alemana, establecida en Glanzstoff-Haus, Wuppertal-Elberfeld, Alemania, por:

“UN PROCEDIMIENTO PARA MEJORAR LA ESTABILIDAD TERMICA DE POLIAMIDAS”.

Es sabido, que las poliamidas tienden a perder calidad bajo el efecto del calor. Por este motivo se han agregado a las poliamidas los compuestos más diversos o alternativamente se han incorporado estos compuestos en un procedimiento de tratamiento ulterior, para mejorar la estabilidad térmica.

Así, p. e. es conocido, el agregar di o poliaminas aromáticas secundarias N-aril-sustituídas. Se describen además como medios aditivos: Compuestos de manganeso, N,N'-polimetileno-bis-o-hidroxibenzamida, 2-mercaptobenzimidol, sales de cobre que poseen un átomo H ionizable o permutable, y además, sales de cobre en

253492

28



combinación con halogenuros, o sales de cobre en combinación con ácido fosfórico y halogenuros.

Todos los compuestos indicados, pueden incorporarse a la poliamida durante el hilado.

5 Un mejoramiento ulterior de la estabilidad térmica de objetos hechos con poliamidas, puede conseguirse además mediante tratamiento con ácido hipofosfórico o alternativamente con hipofosfitos. Ahora bien, un tratamiento con estos compuestos únicamente puede realizarse después de la polimerización, ya que el
10 ácido hipofosfórico, o alternativamente sus sales, no soportan la temperatura de la polimerización.

La eficacia de los compuestos conocidos es muy diversa. Los efectos de estabilización óptimos pueden conseguirse con sales de cobre, especialmente en combinación con sales de iodo, o bien
15 con sales de iodo exclusivamente. Las sales de cobre, empero poseen también diversos inconvenientes. Así p.e. alteran muy fuertemente el color de la poliamida y asimismo son extraídas de nuevo en su mayor parte por el lavado durante la extracción de los recortes. Esta facilidad de perderse con el lavado, es inherente
20 en grado muy especial también a las sales de iodo inorgánicas, las cuales, empero, tienen la ventaja, de que no influyen desfavorablemente sobre el color de la poliamida.

Un inconveniente especial de las sales de iodo, como p.e. el yoduro potásico, estriba, por otra parte, en que la cantidad
25 necesaria para una estabilización efectiva de las poliamidas, es muy grande. Así p.e. hemos comprobado, que el iodo no es eficaz hasta una dosificación de aproximadamente $5,0 \times 10^{-2}\%$ con relación a la poliamida, mientras que el mismo efecto puede conseguirse ya con cantidades de cobre de alrededor de $5,0 \times 10^{-3}\%$.

30 Otro inconveniente resulta en la adición de yoduro potásico

253492



antes de la polimerización, debido a que los iones de la sal repercuten de manera desfavorable sobre el proceso de obtención de la poliamida. Especialmente se presentan dificultades, cuando el polimerizado a fabricar, ha de ser mateada. Así p.e., si para el mateado de la poliamida se emplea dióxido de titanio, entonces al entrar en contacto la dispersión de dióxido de titanio con una solución de ioduro potásico, se producen aglomeraciones de TiO_2 , que provocan una distribución irregular del TiO_2 en la poliamida, dificultando con ello el estirado y el hilado de la poliamida.

De lo antedicho se desprende, que el iodo, debido a su propiedad de no dar color a la poliamida y a causa de sus buenas propiedades estabilizadoras térmicas, es un buen estabilizador, pero que el empleo del iodo se vé fuertemente menoscabado, e incluso resulta prohibitivo, debido a los inconvenientes citados.

Se ha descubierto ahora, que los inconvenientes más arriba descritos no se presentan y que se consigue una estabilización térmica excelente, si a los productos de partida para la obtención de las poliamidas, se les agrega 0,1 - 0,5 moles% de un ácido iodobenzóico. La ventaja especial de este procedimiento estriba, en que el ácido iodobenzóico ejerce una función doble. Por una parte actúa el ácido iodobenzóico como interruptor de cadena, o sea, que tiene la función de los ácidos acético o benzóico usualmente empleados, y por otra parte actúa como estabilizador térmico, que está ligado fuertemente a la poliamida, sin poder ser extraído por lavado. Son apropiados para el procedimiento los ácidos o-, m- y p-iodobenzóicos.

A base de ejemplos será ilustrado el procedimiento con más detalles:



253492

I. Fabricación de la seda

Ejemplo 1:

20 kg de lactama, 2 kg de agua y 0,2 moles% de ácido p-iodobenzóico, se polimerizan en un autoclave de presión de 50
5 litros de capacidad, que es caldesable con difilo, primeramente durante 1 hora a 18 atm de sobrepresión y 270 - 290°C, y después durante otra 1 1/2 horas, mientras desciende la presión desde 18 a 0 atm de sobrepresión y a una temperatura de 270 - 290°C. Con ayuda de nitrógeno se expulsa el polimerizado del
10 autoclave, en forma de cinta. La cinta se desmenuza en recortes, y estos se extraen mediante hervor en agua, hasta que el contenido de extracto de los recortes es inferior a 1%. La viscosidad de la solución asciende a 2,16. Una vez secados, se hilan los recortes en condiciones normales a títulos de 100/30.

15

Ejemplo 2:

Se opera de acuerdo con el Ejemplo 1, si bien se agregan 0,285 moles % de ácido p-iodobenzóico. La viscosidad de la solución de los recortes, asciende a 2,00.

Ejemplo 3:

20

Se opera de acuerdo con el Ejemplo 1, si bien se agregan 0,3 moles % de ácido o-iodobenzóico. La viscosidad de la solución de los recortes, asciende a 1,99.

Ejemplo 4:

25

De acuerdo con las condiciones de ensayo indicadas en el Ejemplo 1, se fabrica un polimerizado mateado a partir de 20 kg de lactama, 2 kg de agua, 0,2 moles % de ácido m-iodobenzóico y 60 g de dióxido de titanio (Anatas), en forma de dispersión al 10%, estabilizada con hexametáfosfato sódico. La viscosidad de

253492



la solución de los recortes, asciende a 2,15.

II. Exámen de la seda

Para la determinación de la estabilidad térmica, se arrollaron muestras de la seda procedentes de los distintos ensayos, sobre bobinas perforadas, cada una de las cuales se depositó durante 1 hora, a temperaturas diversas, en una estufa de secado de aire circulente. Antes y después del calentamiento de las muestras, se midieron los valores, o alternativamente las pérdidas de resistencia mecánica y de extensión.

Resultados:

1º. Calentamiento durante 1 hora a 160°C.

		<u>Pérdida de re-</u> <u>sistencia me-</u> <u>canica en %</u>	<u>Pérdida de</u> <u>extensión</u> <u>en %</u>
15	a) Ejemplo 1, policaprolactama estabilizada con 0,2 moles% de ácido p-iodobenzóico	-	28
	b) Ejemplo 2, policaprolactama estabilizada con 0,285 moles% de ácido p-iodobenzóico	-	30
	c) Ejemplo 3, policaprolactama estabilizada con 0,3 moles% de ácido o-iodobenzóico	-	26
20	d) Ejemplo 4, policaprolactama estabilizada con 0,2 moles% de ácido m-iodobenzóico	-	28
	e) Ensayo de confrontación, policaprolactama estabilizada con 0,2 moles% de ácido benzóico	32	63

2º. Calentamiento durante 1 hora a 175°C

25	a) Ejemplo 1	9,5	39
	b) Ejemplo 2	--	35
	c) Ejemplo 3	--	28
	d) Ejemplo 4	6,0	32
	e) Ensayo de confrontación	56	77

253492



3^a. Calentamiento durante 1 hora a 190°C

a) Ejemplo 1	12,0	49
b) Ejemplo 2	4,0	37
c) Ejemplo 3	-	30
d) Ejemplo 4	8,0	36
e) Ensayo de confrontación	68	80

5

El contenido de iodo de la seda obtenida de acuerdo con el procedimiento descrito, ascendió a:

Ejemplo a	$7,0 \times 10^{-2}\%$	(Cantidad de iodo empleada: $2,25 \times 10^{-1}\%$)
" b	$9,0 \times 10^{-2}\%$	(" " " $3,2 \times 10^{-1}\%$)
" c	$9,5 \times 10^{-2}\%$	(" " " $3,37 \times 10^{-1}\%$)
" d	$6,8 \times 10^{-2}\%$	(" " " $2,25 \times 10^{-1}\%$).

10

Un polimerizado obtenido empleando $2,5 \times 10^{-1}\%$ de iodo en forma de ioduro potásico, contuvo después de la extracción de los recortes de poliamida tan sólo cantidades de iodo inferiores a $10^{-4}\%$ y no poseyó estabilidad térmica mejorada.

15

Esta solicitud que corresponde a la presentada en Alemania el 14 de Enero de 1959, bajo el número V 15.748 IVb/39c, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

20

N O T A

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

25

1^a.- Un procedimiento para mejorar la estabilidad térmica de poliamidas, caracterizado por que a los productos de partida empleados para la obtención de la poliamida, se les agregan 0,1 - 0,5 moles % de un ácido iodobenzóico, antes de la polimerización.

30

253492



2^a.- Un procedimiento para mejorar la estabilidad térmica de poliamidas.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y con los fines que se han especificado.

5 Esta Memoria consta de siete hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 28 NOV. 1958

P. A.
Alberio del Encinar
Por Fidei