

274172

P.- 22.130

R. 397 "Pigment suspension injected Akulon (epoxy resin)"



274172  
30 ENE 1962

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

PATENTE DE INVENCION

en

ESPAÑA.

por VEINTE años

a nombre de N.V. ONDERZOEKINGS INSTITUUT RESEARCH, entidad holandesa, establecida en Velperweg 76, Arnhem, Holanda, por:

"UN PROCEDIMIENTO PARA LA PIGMENTACION DE POLIAMIDAS SINTÉTICAS"

La presente invención se refiere a un procedimiento para la preparación de poliamidas lineales sintéticas pigmentadas. También se refiere a un procedimiento para la manufactura de productos, según el cual se emplean las poliamidas pigmentadas conforme a la invención; así como a los productos de tal modo manufacturados.

Para la pigmentación de poliamidas lineales sintéticas se conocen ya procedimientos según los cuales las poliamidas, al ser preparadas, se mezclan con una suspensión de un pigmento. Una desventaja de estos procedimientos consiste en que la suspensión de los pigmentos, por regla ge-



274172

neral, no es estable, de modo que al tratar las poliamidas mezcladas con estas suspensiones se obtienen productos que no presentan una coloración homogénea. Por esta razón se ha propuesto ya mezclar el pigmento con una silicona como, por ejemplo, un aceite de metilsilicona. Con ésto resulta posible obtener suspensiones de pigmento estables. A base de poliamidas mezcladas con pigmentos suspendidos en siliconas, pueden obtenerse productos por métodos usuales como, por ejemplo, por moldeo de inyección.

Aún cuando en el caso de tratamiento de poliamidas pigmentadas, por medio de máquinas de moldeo por inyección, la presencia de siliconas admite una más fácil extracción de los artículos terminados, desde el molde, que cuando en lugar de siliconas se emplean otros agentes dispersantes, como, por ejemplo, poliésteres o amidas de poliésteres, la extracción respecto del molde todavía no es ideal; especialmente, cuando se tratan poliamidas preparadas por polimerización de  $\epsilon$ -caprolactama y se emplea una temperatura comprendida entre 45° y 60° C para el molde de inyección.

La invención proporciona un procedimiento para obtener suspensiones de pigmentos, que son también muy estables. Ahora bien, las suspensiones conforme a la invención tienen, sobre las suspensiones antes mencionadas, la ventaja de que las poliamidas, en particular la poli- $\epsilon$ -caprolactama, mezcladas con aquellas pueden ser tratadas con gran facilidad por medio de máquinas de moldeo por inyección; y los artículos moldeados no presentan tendencia alguna a adherirse a la pared del molde, ni siquiera cuando el molde se encuentra a una temperatura comprendida entre 45° y 60° C.

274172



5 El procedimiento conforme a la invención se caracteriza por el hecho de que como suspensión de pigmento se hace uso de una mezcla de un pigmento, una monoamina alifática que contiene al menos 14 átomos de carbono, y una resina epoxi preparada a base de epicloro-hidrina y difenilol-propano.

10 Con arreglo a la invención, puede hacerse uso de pigmentos tanto orgánicos como inorgánicos que no sufran apenas cambio alguno al entrar en contacto con las poliámidas fundidas. Como ejemplos de éstos pueden citarse los siguientes: dióxido de titanio, negro de humo, ftalocianina de cobre, cromato de plomo óxido de hierro y óxido de cromo. La proporción de pigmento en la suspensión puede variar entre amplios límites. Depende, por ejemplo, del tipo de  
15 pigmento empleado y del tipo y proporción de amina y resina epoxi mezcladas con el pigmento. Por ejemplo, utilizando una resina epoxi de elevado peso molecular, resultará posible que la suspensión contenga una proporción de pigmento relativamente elevada sin riesgo alguno de que el pigmento se sedimente en la suspensión.  
20

25 Por monoaminas alifáticas se entienden, conforme a la invención, las aminas primarias, secundarias y terciarias. Ejemplos de éstas son: la tetradecilamina, hexadecilamina, octadecilamina, doicosilamina, tetraicosilamina, diheptilamina, dioctilamina, didodecilamina, dioctadecilamina, decildimetilamina, dodecildimetilamina, y octadecildimetilamina. En principio, pueden emplearse todas estas aminas; ahora bien, por razones de economía se da preferencia a la octadecilamina.

30 Conforme a la invención, como se ha dicho antes, es preciso hacer uso de monoaminas alifáticas que contengan



274172

al menos 14 átomos de carbono. Ciertamente es que las monoaminas alifáticas que contienen menos de 14 átomos de carbono pueden contribuir también a la suspensión de pigmentos de modo más satisfactorio, aunque sea en menor grado que las monoaminas alifáticas que contienen 14 átomos de carbono o más. Ahora bien, tienen la desventaja de que si las poliamidas son tratadas por moldeo de inyección, los artículos obtenidos no pueden separarse muy bien de la pared del molde.

La composición de la suspensión de pigmento y la cantidad de ella a agregar a la poliamida deben elegirse de modo tal que la proporción de amino presente en o sobre la poliamida no sea mayor del 5% en peso, basado en la cantidad de poliamida. Si la proporción es mayor del 5% en peso, las propiedades de las poliamidas pueden ser afectadas desfavorablemente.

La cantidad de resina epoxi contenida en la dispersión de pigmento puede variar entre amplios límites y depende, por ejemplo, del peso molecular de la resina epoxi. Naturalmente, cuanto mayor sea el peso molecular de la resina epoxi menor puede ser la proporción de resina epoxi contenida en la suspensión de pigmento. El peso molecular de las resinas epoxi empleadas conforme a la invención puede variar entre amplios límites. Por ejemplo, puede hacerse uso de resinas epoxi que tengan un peso molecular de alrededor de 300. Ahora bien, se prefiere emplear resinas epoxi de mayor peso molecular. Por ejemplo, son bastante satisfactorias las resinas epoxi que tienen un peso molecular de 3.800. No obstante, puede suponerse que las resinas epoxi de un peso molecular mayor de 3.800 son también satisfactorias.

La adición de la dispersión de pigmento a la poliamida



27417.

BUREAU

5 puede efectuarse de varias maneras. Por ejemplo, se pueden mezclar los gránulos de poliamida con la dispersión del pigmento. O bien, la dispersión de pigmento puede ser mezclada con cierta proporción de poliamida fundida. Como las suspensiones son algo viscosas, resultan particularmente adecuadas para su inyección por medio de una bomba (por ejemplo, una bomba de engranajes) en las poliamidas fundidas, al salir éstas del recipiente de reacción donde se preparan.

10 La invención se aclarará con el auxilio de los siguientes ejemplos:

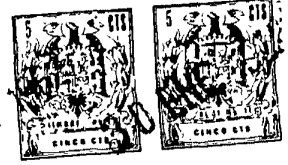
Ejemplo

15 Las suspensiones de pigmento 1 a 6 inclusive que figuran en el cuadro que a continuación se expone fueron preparadas del modo siguiente: Las aminas y resinas epoxi se pulverizaron juntas en un molino; a continuación, esta mezcla en polvo se mezcló con los pigmentos, y los polvos pigmentados resultantes se fundieron a unos 110°C, con agitación. La dispersión pigmentada se almacenó a 90°C.

20

Experi- mento nº		Partes en pe so			Pes mole
1 (a)	tetradecilamina	450	Resina Epikote <sup>&amp;</sup>	562	300
(b)	id.	450	id.	id. 1004	1400
2	octadecilamina	450	id.	id. 1009	3800
3	tetraicosilamina	450	id.	id. 1009	3800
4	diheptilamina	450	id.	id. 562	300
5	dioctadecilamina	450	id.	id. 1009	3800
6	dimetilhexil- decilamina	450	id.	id. 562	300
7			Aceite de metil- silicona		300

& Epikote es una denominación comercial registrada de resinas epoxi preparadas a base de epíclorhidrina y difenilol-propano.



BOLE

27417.

	Peso molecular	Partes en peso	Partes en peso
Epikote & 562	300	300	Rojo cadmio 300
id. 1004	1400	300	id. id. 300
id. 1009	3800	300	id. id. 300
id. 1009	3800	200	id. id. 300
id. 562	300	300	Dióxido de titanio 300
id. 1009	3800	300	Azul ultramarino 300
id. 562	300	300	Ftalocianina de cobre 300
metil-	300		Dióxido de titanio 300

ada de re-  
na y dife-



30 ENVI

27417.

Todas las dispersiones de pigmento eran estables a 90°C.

5 Las dispersiones de pigmento se mezclaron individualmente con la masa en fusión de una poliamida preparada a partir de  $\epsilon$ -caprolactama, en proporción tal que las porciones separadas de poliamida contenían 0,5% en peso de pigmento. Estas porciones de poliamida se convirtieron por hilatura en filamentos individuales (monofilamentos) que luego se cortaron o desmenuzaron en gránulos. Los gránulos, después de lavados hasta reducir su contenido de componentes de bajo peso molecular a aproximadamente un 2% en peso, y secados después, fueron transformados en peines por medio de una máquina automática de moldeo por inyección. Los peines presentaban un color homogéneo.

10

15 En los experimentos 1 a 6 inclusive, los peines pudieron hacerse en serie ilimitada sin que los peines se adhirieran a la pared del molde. El ciclo de moldeo fué de 11,5 segundos; ésto es, cada 11,5 segundos salía un peine automáticamente expulsado de la máquina.

20 En el experimento nº 7, el ciclo de moldeo hubo de ajustarse a 45 segundos, para hacer posible que los peines salieran en serie ilimitada.

25 De cuanto antecede se desprende que sólo suspendiendo los pigmentos en mezclas de las aminas y las resinas epoxi conforme a la invención es posible obtener suspensiones estables de pigmento que, mezcladas con poliamidas, den poliamidas coloreadas que puedan someterse a tratamiento en la máquina de moldeo por inyección, siendo el ciclo de moldeo de muy corta duración.



30 ENE.

Esta Solicitud, que corresponde a la presentada en Holanda el 3 de Febrero de 1.961, bajo el número 260.804, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

5

#### 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:

10 1ª.- Un procedimiento para la pigmentación de poliamidas sintéticas lineales, según el cual las poliamidas, al ser preparadas, se mezclan con una suspensión estable de un pigmento, caracterizado dicho procedimiento por el hecho de  
15 que la suspensión de pigmento es una mezcla de un pigmento, una monoamina alifática que contiene al menos 14 átomos de carbono, y una resina epoxi a base de epíclorhidrina y difenilol-propano.

20 2ª.- Un procedimiento conforme a la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que como monoamina se hace uso de la octadecilamina.

25 3ª.- Un procedimiento para la manufactura de productos, caracterizado por hacerse uso de poliamidas preparadas según el procedimiento de las reivindicaciones 1 ó 2.

4ª.- Un procedimiento para la pigmentación de poliamidas sintéticas.

30



274172

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

Esta Memoria consta de ocho hojas y la presente, escri-  
tas a máquina por una sola de sus caras.

5

Madrid, 30 ENE. 1962

P.A.

Alberto de Elzaburu  
Por Poder,

LM. + ko