

287306



287306

MEMORIA DESCRIPTIVA  
de una Patente de Invención a nombre de :  
FARBENFABRIKEN BAYER AKTIENGESELLSCHAFT,  
de nacionalidad alemana, domiciliada en  
LEVERKUSEN ( Alemania ); por: "PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION CONTINUA DE CUERPOS DE POLIAMIDA FIBROSOS".



Es sabido que las propiedades mecánicas de materias termoplásticas, sobre todo las poliamidas, pueden mejorarse notablemente añadiendo cuerpos de relleno fibrosos, en particular fibras de vidrio. De este modo se aumenta considerablemente la resistencia a la tracción, la resistencia a la flexión, la resiliencia así como la estabilidad térmica. Las poliamidas reforzadas con fibra de vidrio están muy indicadas para fabricar piezas moldeadas para usos técnicos que están sometidas a esfuerzos mecánicos acompañados de altas temperaturas, tales como cigüeñales, ruedas dentadas, elementos de dispositivos eléctricos, etc.

5

10



En las poliamidas se neutraliza, además, prácticamente por completo la dependencia muy acusada que existe de ordinario entre las propiedades mecánicas y el contenido de agua, por adición de fibras de vidrio. En consecuencia se deja sentir la falta de un procedimiento sencillo y de fácil realización técnica para fabricar poliamidas fibrosas.

Se ha sugerido ya el recubrir las mechas de seda y vidrio, denominadas Rovings, en régimen continuo con una masa fundida de poliamida en aparatos apropiados, y triturar como de costumbre en una máquina cortadora las cerdas obtenidas después de la solidificación de la masa fundida, en forma de un granulado apropiado para el moldeo por inyección. Pero para esto se necesita un gran despliegue de medios técnicos y tomar precauciones especiales con el fin de obtener un granulado útil, puesto que la mecha revestida se presta muy mal a la trituración, en máquinas cortadoras corrientes, y no siempre se tiene garantizado un corte limpio y completo de las fibras de vidrio.

Si, por otra parte, se realiza la incorporación de las fibras de vidrio por impregnación de las mechas con una masa fundida de poliamida, se obtiene desde luego un producto que pueda triturarse con más facilidad, pero debido a la viscosidad de la masa fundida es muy difícil, y posible únicamente con ayuda de complicados medios técnicos especiales, conseguir que la mecha de fibras se impregne en cierto modo con uniformidad por toda su sección. Un granulado elaborado de esta manera contiene por lo general inclusiones de aire que son molestas para la transformación ulterior, y las fibras de vidrio están irregularmente distribuidas, por lo que durante la inyección se acumulan fibras de vidrio en la tobera de la máquina de moldeo por inyección y las fibras de vidrio sólo llegan en parte y de forma muy irregular al cuerpo moldeado por inyección.



287306<sup>23</sup>

Se ha descubierto ahora que pueden evitarse todas estas dificultades y obtenerse fácilmente cuerpos de poliamida fibrosos si a una mecha de fibra se la impregna en régimen continuo con una masa fundida de lactama anhídrica en sí conocida, que contiene un catalizador alcalino de polimerización y, eventualmente, un acelerante de la polimerización, si a la mecha de fibras conteniendo lactama obtenida de esta manera se calienta hasta la temperatura de polimerización y si se estira el polimerizado en régimen continuo.

De esta manera se pueden fabricar en régimen continuo piezas perfiladas fibrosas de toda clase, por ejemplo varillas, cerdas, etc., las cuales pueden seguir utilizándose directamente como tales. Está particularmente indicado el procedimiento de fabricación de granulado fibroso de poliamida, el cual está destinado a la transformación en máquinas de extrusión y de moldeo por inyección. A este fin según el invento se fabrica una cerda fibrosa de poliamida y seguidamente se la tritura en forma ya conocida en un granulado de cualquier longitud deseada.

Como lactamas monómeras para el procedimiento sugerido por el invento pueden interesar todas las lactamas cíclicas, o sea esencialmente aquellas con más de 6 eslabones de anillo, que son apropiadas para la polimerización iónica.

La polimerización se realiza como de costumbre en presencia de catalizadores alcalinos, por ejemplo por adición de metales alcalinos, tales como sodio y potasio, o de hidruros de metales alcalinos o alcalinotérreos, tales como hidruro de litio y de calcio, a temperaturas de unos 200° y más todavía, Por adición de acelerantes de la polimerización, tales como isocianatos, o los compuestos disociadores, carbodiimidas y cianidas, por ejemplo según el procedimiento de la memoria alemana 1.067.591, o derivados de ácido, tales como



75 cloruro de benzoilo, cloruro de tereftaloil, etc., por ejemplo según el procedimiento de la memoria alemana 1.067.587, se puede eventualmente aumentar en gran modo la velocidad de polimerización. En este caso, si se desea, también se puede sustituir los citados catalizadores muy alcalinos, por catalizadores menos eficaces, debilmente básicos tales como sales sódicas de compuestos hidroxí aromáticos o bicarbonato sódico. Cuando se emplean acelerantes de la polimerización, en caso dado pueden aplicarse asimismo temperaturas más bajas, es decir, inferiores a 200°.

80 Como cuerpos de relleno fibrosos pueden emplearse todos los materiales fibrosos que pueden disponerse en forma de mechas sin fin, en particular fibras de vidrio, pero también fibras de amianto y los conocidos materiales fibrosos naturales y sintéticos.

85 Para la realización del procedimiento sugerido por el invento son apropiados todos los dispositivos que permiten impregnar completamente en régimen continuo la mecha de fibras con la masa fundida de lactama monómera que contiene el catalizador, y, eventualmente, un acelerante, calentar la mecha de fibras obtenida de esta manera hasta la temperatura de polimerización y, luego, darle la forma que proceda. Un dispositivo apropiado consiste, por ejemplo, en un recipiente en forma de embudo lleno de la masa fundida de lactama, que desemboca en un tubo calentado hasta la temperatura de polimerización. Haciendo pasar continuamente la mecha de 90 fibras por la masa fundida, la misma es impregnada completamente con lactama líquida. 95

100 Seguidamente se lleva a cabo la polimerización de la lactama en el tubo calentado hasta la temperatura necesaria. De esta manera se obtiene continuamente una mecha de poliamida fibrosa que, por ejemplo, puede cortarse seguidamente en forma de granulado con

287306



23

la longitud deseada.

Un granulado fibroso de poliamida elaborado de esta manera está completamente libre de inclusiones de aire. Además, las fibras en la masa de poliamida están distribuidas con tal uniformidad, que en la transformación por moldeo por inyección no se produce ninguna acumulación de fibras, y estas quedan distribuidas con toda uniformidad en las piezas moldeadas.

En la fabricación de piezas moldeadas de poliamida por polimerización iónica de lactamascíclicas en moldes, es conocida la práctica de mezclar la masa fundida de lactama antes de la polimerización en el molde, con los más diversos cuerpos de relleno en forma de polvo, tales como polvos metálicos, óxidos metálicos, etc. así como con fibras de vidrio, tejidos de vidrio, o bien fibras y tejidos de poliamidas. Pero con esto, al menos, cuando se emplean materias de adición de mayor peso específico que la masa fundida de lactama, se corre el peligro de una sedimentación parcial de los cuerpos de relleno durante la polimerización, por lo que pueden resultar de ahí piezas moldeadas heteróneas. Aparte de esto, este procedimiento es generalmente apropiado tan solo para la fabricación de bloques o placas fibrosos los cuales, en caso dado, pueden todavía seguir siendo mecanizados, por ejemplo, por procedimientos con arranque de viruta. En cambio, el procedimiento sugerido por el invento abre a las poliamidas fibrosas, principalmente todo el campo de la técnica de moldeo por inyección y la de extrusión, por cuanto que con toda facilidad permite elaborar en régimen continuo un granulado fibroso de poliamida muy apropiado para el moldeo por inyección y por lo tanto representa un notable adelanto técnico frente a los procedimientos conocidos.

2873 UB



EJEMPLO:

130

Una masa fundida de  $\epsilon$ -caprolactama se mezcla con 0,4 % en peso de fenilisocianato y 0,04 % en peso de sodio metálico, y bajo nitrógeno se echa en un embudo que desemboca en un tubo que tiene las dimensiones necesarias para el granulado a obtener. Por la masa fundida y el tubo calentado hasta 200 a 250°C se hace pasar entonces la mecha de fibras de vidrio a impregnar. Con esto se polimeriza la caprolactama en el tubo, y a su salida suministra una mecha que contiene 5 a 40 % de fibras de vidrio, según sea la luz del tubo y el espesor de la mecha.

135

140

Por estirado lento de ésta y suministrando de forma ininterrumpida la masa fundida, este trabajo puede realizarse en régimen continuo, Por trituración subsiguiente se obtiene un granulado fibroso de poliamida de cualquier longitud deseada.

145

De un granulado de poli- $\epsilon$ -caprolactama elaborado de esta manera, con un contenido de fibras de vidrio del 30 %, se confeccionan en una máquina de moldeo por inyección cuerpos standard, cuyas propiedades se señalan en el siguiente cuadro, y se confrontan con los correspondientes valores obtenidos con la misma poliamida, pero sin relleno.



Reforzado con fibra de vidrio

Sin reforzar

	Recien in- yectado	10 días acon- dicionado	Recien in- yectado	10 días acon- dicionado
150 Resistencia a la flexión DIN	1796	1616	1092	865
155 Deformación DIN	3,2	3,2	11,8	12,9
Resilencia DIN	25,3	25,6	5,9	9,2
Resistencia térmica según Martens	> 200	> 200	56	51
Distorsión por calor				
160 0,25 mm > 200		178	74	66
0,33 mm > 200		182	90	82
2,00 mm > 200		200	182	202

N O T A

Se reivindica como nuevo y de propia invención.

165 1.- Procedimiento para la fabricación continua de cuerpos de poliamida fibrosos, caracterizado porque por polimerización de lactama en presencia de fibras una mecha de fibras se impregna continuamente con una masa fundida de lactama anhidra que contiene un catalizador alcalino de polimerización y, en caso dado, un acelerante de polimerización, la mecha de fibras conteniendo lactama obtenida de esta manera se calienta hasta la temperatura de polimerización, y el polimerizado se saca en régimen continuo.

170 2.- Procedimiento según lo reivindicado en el punto 1, caracterizado porque se elabora una cerda de poliamida fibrosa, se la tritura como de costumbre continuamente en forma de granulado, y éste se funde y se sigue transformando también del modo acostumbrado.

175

287306



3.- "PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION CONTINUA DE CUERPOS DE POLIAMIDA FIBROSOS".

180 Tal como se describe y reivindica en la presente Memoria Descriptiva que consta de ocho hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid 23 ABR. 1963

*Caro J. J. J.*