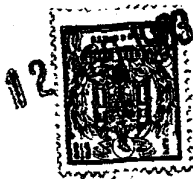


72 AGO. 1963

OZ 227



287858

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud

de

PATENTE DE INVENCION

formulada el 9 de Mayo de 1.963, con el Número 287.858

en

ESPAÑA

por VEINTE años

a nombre de INVENTA A.G. FÜR FORSCHUNG UND PATENTVERWERTUNG, entidad suiza, establecida en Stampfenbachstr. 38, Zürich, Suiza, por:

"UN PROCEDIMIENTO PARA LA POLIMERIZACION DE LACTAMAS DE LOS ACIDOS

ω - AMINOCARBOXILICOS"

La producción de poliamidas de alto peso molecular a partir de lactamas como la épsilon-aminocaprolactama etc. se realiza de una manera conocida en la técnica, calentando las lactamas en presencia de agua o de agentes que se desdoblán en agua, a temperaturas que se encuentran por encima del punto de fusión de la poliamida deseada. Este proceso dura, en general, de 10 a 20 horas. Se sabe además, que se puede llegar en pocos minutos a productos de alto peso molecular, si se calienta la correspondiente lactama anhidra en presencia de compuesto de reacción alcalina, como hidróxido de sodio, carbonato sódico, carbonato potásico, hidruro de litio, etc. así como especialmente en presencia de sal sódica de la caprolacta-



12

ta, o de otra lactama. También son adecuados para esta finalidad los compuestos organomagnésicos. Las poliamidas obtenidas por este procedimiento son, sin embargo, poco adecuadas para la elaboración posterior en forma de materiales sintéticos, fibras, 5 hojas, etc. ya que no son de viscosidad estable, es decir que su viscosidad en fusión y con ella su peso molecular, está sujeta a grandes oscilaciones en un corto espacio de tiempo. Así, el peso molecular, muy elevado la mayor parte de las veces, que se alcanza en 10 a 15 minutos. disminuye hasta aproximadamente 10 la mitad en el espacio de media hora y todavía se sigue reduciendo continuamente desde este momento de tal manera que se obtiene una viscosidad en fusión constante al cabo de 50 a 100 horas.

Se sabe, además, que esta desventaja de la polimerización rápida se puede evitar conservando al mismo tiempo las ventajas 15 utilizando como cocatalizador para la polimerización, un éster de ácido monoacilaminocarboxílico de la fórmula general



en la que R es un resto alifático, aromático o hidroaromático, 20 R' y R'' son restos alifáticos, aromáticos o heterocíclicos, así como en general pueden ser componentes de ácidos carboxílicos o alcoholes.

Se ha descubierto ahora que se puede llegar mediante polimerización rápida de lactama a poliamidas de pesos moleculares - 25 todavía más altos que con los procedimientos utilizados hasta ahora, utilizando, en lugar de los esteres de ácidos monoacilaminocarboxílicos mencionados, esteres de ácidos N-acilaminocarboxílicos con alcoholes polivalentes como cocatalizadores.

Por consiguiente, es objeto de la presente solicitud un 30 procedimiento para polimerizar lactamas de ácidos omega-amino-

287858



carboxílicos con más de 6 y hasta 13 anillos a una temperatura
de 120°C a 300°C, utilizadno los catalizadores alcalinos corrien
tes, caracterizado por que como cocatalizadores se emplean los
esteres de ácidos N-acilaminocarboxílicos de alcoholes poliva-
lentes, como glicol y glicerina, de la fórmula general (R'-CO-
NH-(CH₂)_n-COO)_m-R'', en la que R' son restos alifáticos o arcma
ticos, R'' los restos de alcoholes alifáticos polivalentes, n =
0 a 12 y m = 2 - 5.

Según la temperatura de reacción elegida y el contenido
de iniciador y cocatalizador, se obtiene en pocos minutos un po
limerizado cuya viscosidad alcanza después de este espacio de -
tiempo permanece entonces prácticamente inalterada, incluso des
pués de muchas horas. La elevación de la temperatura determina
una consecuencia más rápida de la viscosidad en fusión deseada,
mientras que las cantidades de iniciador y cocatalizador influ
yen sobre todo en la viscosidad misma.

La adición de los cocatalizadores puede efectuarse poco -
después de la adición del iniciador o simultáneamente con éste,
pero convenientemente antes, es decir que los esterres de los aci
laminoácidos se pueden añadir por ejemplo de antemano a la lacta-
ma que se ha de utilizar. El cocatalizador se emplea ventajosa-
mente en una cantidad equivalente a la del iniciador.

Ejemplo 1

90 g de caprolactama se calientan con 1,7 g de una solu-
ción al 32% de bromuro de etilmagnesio en éter dietílico (0,5
mol %) y con 0,985 g de éster glicólico del ácido bis(N-acetil-
epsilon-aminocaproico) (0,33 mol %) bajo atmósfera inerte y a
240°C. Al cabo de 7 minutos la polimerización ha terminado. La
viscosidad en solución de la poliamida en ácido sulfúrico con-

287958



centrado, asciende a 3,8.

Ejemplo 2

5 Se calientan 11 Kg de caprolactama con 137 g de una solución al 32% de bromuro de etilmagnesio en éter dietílico (0,34 mol%) y con 90,5 g de éster glicólico del ácido bis (N-acetil-epsilon-aminocaproico) (0,25 mol %) en una atmósfera inerte y a 150°C. La viscosidad en solución de la poliamida obtenida, - asciende a 5,6.

10

Ejemplo 3

90 g de lactama del ácido caprílico se calientan con 1,122 g de una solución al 32% de bromuro de etilmagnesio en éter dietílico (0,33 mol %) y con 0,74 g de éster glicólico del ácido bis (N-acetil-epsilon-aminocaproico) (0,25 mol %) en una atmósfera inerte y a 160°C. La poliamida obtenida tiene una viscosidad en solución de 4,5.

15

Ejemplo 4

20 90 g de lactama del ácido enántico se calientan con 0,21 g de metilato sódico (0,5 mol %) y con 0,847 g de éster glicólico del ácido bis (N-acetil-epsilon-aminocaproico) (0,286 mol %), introduciendo nitrógeno en la masa fundida a 230°C. La poliamida obtenida al cabo de pocos minutos, presenta una viscosidad en solución de 4,9.

25

Ejemplo 5

90 g de lactama del ácido láurico se calientan con 1,02 g de una solución etérea al 32% de bromuro de etilmagnesio (0,3 mol %) y con 0,658 g de éster glicólico del ácido bis(N-acetil-

30

287858



epsilon-aminocaproico) en una atmósfera inerte a 240°C. Al cabo de 4 minutos se inicia la polimerización. La viscosidad en solución del polímero asciende a 3,2.

Ejemplo 6

5
90 g de caprolactama se calientan con 2,245 g de una solución etérea al 32% de bromuro de etilmagnesio (0,66 mol %) y con 0,208 g de éster glicérico del ácido tris(N-acetil-epsilon-aminocaproico) (0,4 mol %), bajo nitrógeno y a 160°C. Al
10
cabo de 10 minutos se inició la polimerización. La poliamida obtenida es insoluble en ácido sulfúrico concentrado.

Ejemplo 7

15
113 g de caprolactama se calientan con 0,115 g de sodio metálico (0,5 mol %) y con 0,156 g de éster glicérico del ácido tris(N-acetil-epsilon-aminocaproico) (0,267 mol %) bajo atmósfera de nitrógeno y a 240°C. La poliamida obtenida posee una viscosidad en solución de 6,5.

Ejemplo 8

20
49, g de lactama del ácido láurico se calientan con 0,03 g de potasio (0,33 mol %) y con 0,245 g de éster glicólico del ácido bis(N-acetil-epsilon-aminocaproico) (0,25 mol %) bajo nitrógeno y a 230°C. El nylon 12 obtenido tiene una viscosidad
25
en solución de 3,6.

Esta solicitud que corresponde a la presentada en Suiza, con fecha 11 de julio de 1.962, bajo el Número 8356/62, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial

287858



N O T A

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

1º.- Procedimiento para polimerizar lactamas de los ácidos omega-aminocarboxílicos con más de 6 y hasta 13 anillos, a una temperatura de 120°C hasta 300°C, utilizando los catalizadores alcalinos usuales, caracterizado porque como cocatalizadores se emplean los ésteres de ácidos N-acilaminocarboxílicos con alcoholes polivalentes de la fórmula general $(R^1-CO-NH-(CH_2)_n-COO)_m-R^2$, en la que R' son restos alifáticos o aromáticos, R" los restos de alcoholes alifáticos polivalentes, n = 0 a 12 y m = 2 a 5.

2º.- Procedimiento según el punto 1, caracterizado porque como éster del ácido N-acilaminocarboxílico se utiliza éster glicólico de ácido bis(N-acilaminocarboxílico).

3º.- Procedimiento según el punto 1, caracterizado porque como éster del ácido N-acilaminocarboxílico se utiliza éster glicérico de ácido tris(N-acilaminocarboxílico).

4º.- Un procedimiento para la polimerización de lactamas de los ácidos ω -aminocarboxílicos.

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



La presente Memoria consta de siete hojas, escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, 12 AGO. 1963

P. A.

Alberto de Elizaburu
Por Poder.

287858

MCR/.

- 7 -