

Ch/



317618

memoria descriptiva

CLASE DE REGISTRO

Patente de invención por veinte años en España.

NOMBRE Y NACIONALIDAD DEL SOLICITANTE

INVENTA AG FÜR FORSCHUNG UND PATENTVERWERTUNG
(sociedad suiza)

RESIDENCIA Y DOMICILIO

Zürich - 23 (Suiza)
Stampfenbachstrasse 38

OBJETO

"PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE POLILACTAMOS PULVERULENTOS".
=====

Inventores:

Siegfried Schaaf
Wolfgang Griehl
(ambos de nacionalidad alemana)

Prioridad:

Solicitud patente suiza Nº 12428/64 del 23-9-1964.

.....

317618

20

SEP



1

1

5

El presente invento se refiere a un procedimiento para la conversión de laurilactamo polimerizado en el estado pulverulento.

10

Por diversas razones no es fácil hallar soluciones técnicamente utilizables para la sencilla propuesta problemática de la conversión de un poliamida a una forma finamente dividida. Así entre otras cosas las poliamidas son tan tenaces que no es posible molerlas en partículas esféricas bien elaborables de menos de 0,2 mm de diámetro.

15

20

25

La poliamida 6 pulverulenta y la poliamida 66 pueden obtenerse a partir de la amida polimerizada disolviendo la correspondiente poliamida en un disolvente adecuado y se la precipita después de nuevo en forma finamente dividida. Así las mencionadas poliamidas, por ejemplo, pueden disolverse en ácido fórmico aproximadamente al 85 % a 20-30°C y se pueden precipitar con ácido fórmico aproximadamente al 20 % (véase patente de EE.UU. 2.977.342). Como disolventes adecuados se han propuesto también una solución metanólica de cloruro cálcico aproximadamente al 15 % (véase patente italiana 560.443) así como pirrolidona, γ -butirolactona y γ -valerolactamo (véase patente belga 591.129).

317618 20 S



2

1 La conducta de solubilidad del polilaurinlactamo,
a causa de la mayor longitud de la cadena de moléculas de
la unidad de monómero es diferente de las poliamidas 6 y
66; Así, por ejemplo, el polilaurinlactamo no es soluble en
5 absoluto en ácido fórmico al 85 %. Los disolventes como fe-
noles, cresoles, ácidos minerales fuertes, hidrato de clo-
ral, ácido acético clorado entre otros no son adecuados pa-
ra el objeto deseado, ya que las correspondientes solucio-
nes en el frío pasan paulatinamente a través de un gel a
10 una masa tenaz. Sorprendentemente se ha encontrada ahora
que es posible la preparación de polilaurinlactamo en for-
ma finamente dividida con ayuda de cetonas cicloalifáticas
como disolventes. La poliamida 6 y la poliamida 66 ambas
son insolubles en las mencionadas cetonas.

15 El objeto del presente invento es un procedimien-
to para la preparación de polilaurinlactamo pulverulente,
caracterizado porque se disuelve polilaurinlactamo a tem-
peratura aumentada en cetonas cicloalifáticas con 5 - 7
20 miembros de anillo y después se precipita desde la solu-
ción obtenida. La precipitación puede efectuarse por en-
friamiento de la solución de poliamida con o sin adición
de una materia que no disuelve el polilaurinlactamo y que
es mezclable con la cetona utilizada. El polvo obtenido se
25 separa después de la parte principal del disolvente, se la-
va y/o por desecación se libera del disolvente residual y
eventualmente del medio lavador. La cantidad separada de

317618²⁰



3

1 disolvente puede emplearse para la disolución de más canti-
dad de polilaurinlactamo, de modo que el procedimiento se-
gún el presente invento también puede ejecutarse continua-
mente en circuito.

5 En la ejecución del procedimiento según el in-
vento puede emplearse no sólo polilaurinlactamo recién pre-
parado, sino, lo que técnicamente es de interés especial,
también polilaurilactamo residual.

10 La poliamida, para la más rápida disolución,
se divide ventajosamente en trozos pequeños de tamaño ade-
cuado.

15 Como disolvente se utiliza con preferencia
ciclohexanona, pero también son adecuadas cicloheptanona
y ciclopentanona. La disolución puede efectuarse a tempe-
raturas entre 120-200°C, preferentemente se prepara la di-
solución al punto de abullición del disolvente utilizado,
respectivamente de la solución obtenida a presión normal.
A temperaturas correspondientemente altas, eventualmente
20 utilizando presión,, pueden obtenerse soluciones hasta de
20 %, pero estas forman al enfriar, fácilmente masas rígi-
das, en forma de pasta. Para obtener soluciones, que flu-
yan libremente y de ello un polímero fácilmente lavable de
división fina, por ello se trabaja ventajosamente con solu-
25 ciones de un máximo de 10 % de contenido de polilaurinlacta-
mo.

317618



4

1 Como materiales, que precipitan la poliamida de la solución,
entran en consideración muy en general aquellos que no di-
suelven polilaurinlactamo y que son bien mezclables con la
cetona cicloalifática empleada como disolvente. Así entran
5 en consideración, por ejemplo, alcoholes monovalentes e hi-
drocarburos con un peso molecular medio.

Con ayuda del procedimiento aquí descrito pue-
de obtenerse el polilaurinlactamo en división muy fina. El
tamaño de las partículas de la poliamida obtenida varía se-
gún la concentración de la solución, según la velocidad de
enfriamiento, la intensidad de agitación, la rapidez de la
10 adición del medio precipitador, etc. Las partículas obteni-
das, sin embargo, muestran todas un diámetro de menos de
0,2 mm y son de forma esférica. Esto último es deseable,
15 por ejemplo, para su ulterior empleo en el procedimiento
de sinterización de torbellino. El lavado puede ejecutarse
con todos los disolventes fácilmente volátiles que son mez-
clables con cetonas cicloalifáticas y que no disuelvan el
polilaurinlactamo, ni solos, ni conjuntamente con pequeñas
20 participaciones de la acetona. Preferentemente se emplea
metanol. La temperatura de lavado puede estar situada entre
la temperatura ambiente y la temperatura de ebullición del
disolvente fácilmente volátil.

25 El polvo puede desecarse de manera conocida,
así por ejemplo en un armario secador al vacío de chorro
de agua y 70°C, en un desecador de Tabellar o en contracor-

1 rriente con ayuda de un gas inerte como por ejemplo nitrógeno.

5 En la ejecución del procedimiento según el presente invento, en caso deseable, puede evitarse la posibilidad de una oxidación, porque se trabaja en una atmósfera inerte.

10 El polilaurinlactamo en distribución pulverulenta puede encontrar utilización de las más diversas maneras. Así puede prensarse y sinterizarse en la forma deseada con o sin adición de materias de relleno. Además, por ejemplo, es especialmente adecuado para el revestimiento de partes de metal y de tubos, tanto según el procedimiento de la inyección por llama, como también según el procedimiento de la sinterización de torbellino.

15 Los siguientes ejemplos deben explicar más detalladamente el procedimiento según el presente invento, sin que estos lo limiten de ningún modo. Las indicaciones de temperaturas se efectúan en °C.

20 EJEMPLO 1

25 En un matraz de tres bocas de tres litros se introdujeron agitando a 155°, 120 g de polilaurinlactamo (viscosidad relativa 1,8 medida como solución de m-cresol al 0,5 %) en 1,5 l. de ciclohexanona recién destilada. Después de 20 minutos se había obtenido una solución homogénea. Esta se enfrió agitando lentamente, precipitándose el poli-

317618

20



6

1 laurilactamo en forma de partículas esféricas redondas con un diámetro de 0,1 - 0,15 mm.

5 El polvo obtenido se filtró, se suspendió: agitando durante 2 horas a 50° en metanol, se filtró a la misma temperatura y se lavó posteriormente con 200 ml de metanol caliente.

EJEMPLO 2

10 A la solución homogénea obtenida según el ejemplo 1, durante el enfriamiento, se agregaron a 60°, 200 ml de metanol a porciones. Se obtuvo un polvo correspondiente al obtenido en el ejemplo 1. Este se filtró y se lavó con 200 ml de metanol caliente.

15 Se obtuvo el mismo resultado cuando en lugar de 200 ml de metanol se utilizó la misma cantidad de acetona para la precipitación del polilaurilactamo.

20 N O T A
.....

La presente patente de invención comprende las siguientes reivindicaciones:

25 1.- Procedimiento para la preparación de polilaurilactamo pulverulento, caracterizado porque se disuelve polilaurilactamo a temperatura aumentada en cetonas cicloalifáticas con 5 - 7 miembros de anillo y después



1 se le precipita desde la solución obtenida.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se utiliza ciclohexanona como cetona cicloalifática.

5 3.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque la disolución se efectúa a 120-200°C.

10 4.- Procedimiento según las reivindicaciones 1, 2 y 3, caracterizado porque la disolución se efectúa al punto de ebullición de la solución a presión normal.

5.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 á 4, caracterizado porque se preparan soluciones con un máximo de 10 % de contenido de polilaurinlactamo.

15 6.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 á 5, caracterizado porque la precipitación se efectúa por enfriamiento de la solución de poliamida.

20 7.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 á 5, caracterizado porque la precipitación se efectúa por enfriamiento y adición simultánea de un material que no disuelve el polilaurinlactamo y que es bien mezclable con la cetona cicloalifática utilizada.

25 8.- Procedimiento según la reivindicación 7, caracterizado porque la precipitación se efectúa mediante adición de metanol.

9.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 á 8, caracterizado porque el procedimiento se ejecuta en una atmósfera inerte.

317618

20



8

1

10.- Procedimiento para la preparación de poli-
laurinlactamo pulverulento.

Según se describe y reivindica en la presente
memoria descriptiva, que consta de ocho hojas foliadas y
escritas a máquina por una sola de sus caras.

5

Madrid, 20 SET. 1965

CARLOS ROEB

10

15

20

25