



16

No. 317.854

**317854**

# MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de un

PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: E. I. Du Pont de Nemours and Company

RESIDENCIA: Wilmington, Delaware 19898, EE.UU.

ENUNCIADO: "MEJORAS EN UN PROCEDIMIENTO PARA PRE-  
PARAR UN ARTICULO DE POLILACTAMA CE-  
LULAR"

Prioridad: Patente estadounidense n.º 399.456 del 28-9-64



317854

1 Este invento se refiere a la manufactura de artí-  
culos de plástico celular o espumoso. Más particularmente,  
se refiere a la preparación de artículos celulares de poli-  
lactamas para uso en las industrias de la construcción y del  
5 mobiliario.

Durante muchos años, las industrias de la cons-  
trucción y del mobiliario han tratado de encontrar un susti-  
tutivo de la madera para muchas aplicaciones importantes. Se  
emplean marcos de madera para puertas y ventanas, puertas  
10 y postigos de madera, cajones de madera para armarios, etc.  
pero éstos presentan dificultades, especialmente en el caso  
de la construcción prefabricada. La madera tiene que estar  
protegida contra las variaciones de humedad en la atmósfera.  
De otro modo se produce la combadura de la madera y, en gene-  
15 ral, la inestabilidad dimensional de la misma frente a los  
cambios de humedad contribuye a hacer que tales artículos  
sean difíciles de instalar en su sitio. Además, después de  
la instalación pueden producirse pandeos y expansiones que  
crean problemas en la apertura y cierre de puertas, ventanas,  
20 cajones, etc. Asimismo, la atracción que ejerce la madera so-  
bre el apetito de insectos, roedores, etc. y la putrescibi-  
lidad y, en general, las malas propiedades de resistencia a  
la intemperie de la madera plantean otros problemas adiciona-  
les. Como consecuencia, han encontrado aplicación como marcos  
25 para ventanas y puertas, cajones, etc. los metales como alu-  
minio, acero, etc. Sin embargo, los metales son malos aislan-  
tes y la condensación atmosférica contribuye a reducir la  
conveniencia de los metales en marcos para puertas y ventanas.  
Además, los estilos que pueden adoptar los metales son limi-  
30 tados. Es evidente la conveniencia de un plástico económico.

317854



1 Un plástico espumoso es aún más interesante ya que es menos  
costoso que un plástico macizo y es mejor aislante. Entre  
los plásticos espumosos que son relativamente económicos  
de preparar y además, en forma de artículos terminados, tie-  
5 nen suficiente resistencia, rigidez y tenacidad, se encuen-  
tran las poliamidas espumosas preparadas por la técnica de  
colado. Sin embargo, estos materiales son sensibles a las va-  
riaciones de humedad y tienen tendencia a alterar sus dimen-  
siones con los cambios de humedad en la atmósfera. Así, pues,  
10 persisten los problemas de pandeo y combadura y hasta la fe-  
cha estos problemas han restado atractivo a los artículos  
de plástico espumoso.

Constituye un objeto de la presente invención pro-  
porcionar un material plástico espumoso útil en las indus-  
15 trias de la construcción y del mueble, un material que exhi-  
be notables propiedades físicas y además es de dimensiones  
relativamente estables a las variaciones de humedad. Más  
adelante aparecerán otros objetos de este invento.

Los objetos de esta invención se logran mediante un  
20 artículo de polilactama celular compuesto por celdillas separa-  
das por sólidos, siendo el porcentaje en volumen de sólidos  
del 10 al 80% del volumen total, siendo del 5 al 50% en peso,  
preferiblemente del 5 al 30% en peso, de los sólidos fibras  
cortas de material inerte con un módulo de  $5 \times 10^6$  lb/in<sup>2</sup> a  $30$   
25  $\times 10^6$  lb/on<sup>2</sup> (de  $0,35 \times 10^6$  a  $2,11 \times 10^6$  kg/cm<sup>2</sup>), teniendo dichas  
fibras unaa sección transversal "D" de 0,1 a 1 mil (0,0025 a  
0,0254 mm) y una longitud comprendida entre tres veces "D"  
y 125 mils (3,175 mm), preferiblemente entres 5 veces "D" y  
65 mils (1,651 mm) y estando dispuestas dichas fibras casi  
30 exclusivamente en las paredes de las citadas celdillas, sien-



1 do la dimensión más larga de dichas fibras sustancialmente  
paralela a la superficie de dichas celdillas. Específicamen-  
te, las fibras pueden estar compuestas por silicato cálcico,  
vidrio, lana de escoria, titanato potásico fibroso, etc.,  
5 cuyos materiales tienen un módulo comprendido entre  $8 \times 10^6$   
y  $10 \times 10^6$  lb/in<sup>2</sup> aproximadamente (entre  $0,56 \times 10^6$  y  $0,70 \times$   
 $10^6$  kg/cm<sup>2</sup>), o también pueden estar compuestas por aluminio  
con un módulo de  $10 \times 10^6$  a  $11 \times 10^6$  lb/in<sup>2</sup> ( $0,70 \times 10^6$  a  
0,77  $\times 10^6$  kg/cm<sup>2</sup>), cobre con un módulo de  $15 \times 10^6$  a  $17 \times$   
10  $10^6$  lb/in<sup>2</sup> ( $1,05 \times 10^6$  a  $1,19 \times 10^6$  kg/cm<sup>2</sup>) y acero con un  
módulo de  $27 \times 10^6$  a  $30 \times 10^6$  lb/in<sup>2</sup> ( $1,90 \times 10^6$  a  $2,11 \times$   
 $10^6$  kg/cm<sup>2</sup>) aproximadamente. En el dibujo se presenta un es-  
quema del artículo celular de este invento.

15 Para preparar los artículos de polilactama celular  
de esta invención es de importancia crítica añadir las fibras  
a la mezcla de polimerización antes de que se produzca la  
polimerización y el espumado. En todos los restantes aspectos,  
las operaciones de transformación son esencialmente las ha-  
bituales.

20 Aunque el procedimiento que se describirá en el  
de la polimerización de la caprolactama, debe entenderse que  
es aplicable a la polimerización de las lactamas superiores,  
es decir, de las lactamas que contienen por lo menos seis  
átomos de carbono en el anillo lactámico, para dar las corres-  
pondientes poliamidas. De aquí que, además de a la e-caprolac-  
25 tama, el procedimiento sea aplicable a la enantolactama,  
caprilolactama, decanolactama, undecanolactama, dodecanolac-  
tama, pentadecanolactama, hexadecanolactama, isoximas de la  
metilciclohexanona, hexametilén adipamida cíclica y simila-  
res, y mezclas de las mismas.

30 Específicamente, uno de los procedimientos para

317854



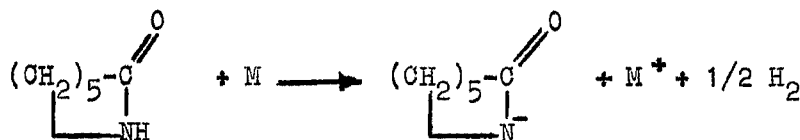
1 preparar el artículo de policaprolactama consiste en disper-  
sar una porción de las fibras cortas en una porción de e-  
caprolactama esencialmente anhidra y después disolver el  
cocatalizador en dicha dispersión a una temperatura de unos  
5 100-180°C para formar la composición (A); dispersar una por-  
ción de fibras cortas en una solución de metal-caprolactama  
en e-caprolactama esencialmente anhidra, estando elegido este  
metal entre el grupo formado por metales alcalinos y meta-  
les alcalino-térreos, a una temperatura de unos 100-150°C,  
10 para formar la composición (B), siendo el total de dichas  
fibras cortas en ambas composiciones del 5 al 50 por ciento  
en peso, preferiblemente del 5 al 30 por ciento en peso, del  
peso total de sólidos, siendo dichas fibras cortas de un  
material inerte con un módulo de  $5 \times 10^6$  a  $30 \times 10^6$  lb/in<sup>2</sup>  
15 ( $0,35 \times 10^6$  a  $2,11 \times 10^6$  kg/cm<sup>2</sup>) y de una sección transversal  
"D" de 0,1 a 1 mils (0,0025 a 0,0254 mm) y una longitud com-  
prendida entre tres veces "D" y 125 mils (3,175 mm), preferi-  
blemente entre cinco veces "D" y 65 mils (1,651 mm); mezclar  
las composiciones (A) y (B) y un agente espumante mientras se  
20 mantiene la temperatura de la mezcla entre 140 y 160°C; verter  
inmediatamente después la mezcla en un molde que tenga la  
forma del artículo configurado deseado; mantener la tempera-  
tura de la mezcla en dicho molde entre 140° y 215°C hasta  
que se produzca la solidificación del material espumoso; y  
25 extraer el artículo configurado del molde. Otra alternativa  
consiste en añadir las fibras a una cualquiera de las composi-  
ciones (A) o (B) y el agente espumante puede añadirse a cual-  
quiera de estas composiciones con tal de que el agente no reac-  
cione con los materiales de la composición o de que no sea  
30 expulsado antes de mezclar las dos composiciones.

La metal-caprolactama utilizada en la composición


317854



1 (B) es el conocido catalizador aniónico de polimerización.  
 Este catalizador es el producto de reacción de la lactama  
 con una base de metal alcalino (litio, sodio, potasio) o  
 una <sup>base</sup> de metal alcalino-térreo (magnesio, calcio, estroncio)  
 5 o con una base alquilmetálica derivada del cinc o del alu-  
 minio. El catalizador aniónico, por lo tanto, es un anión  
 caprolactama formado por desprendimiento del protón del nitró-  
 geno de la lactama a consecuencia de la reacción de la lac-  
 tama con una base metálica que tenga fuerza suficiente para  
 10 separar el protón unido al átomo de nitrógeno de la lactama,  
 como por ejemplo en la reacción indicada por la ecuación



catalizador aniónico

15 donde M es un metal como, por ejemplo, sodio. Se producen reac-  
 ciones semejantes con las bases metálicas descritas más ade-  
 lante, todas las cuales forman este catalizador aniónico.  
 Las bases de metales alcalinos y alcalino-térreos que son  
 20 adecuadas para reaccionar con la e-caprolactama para formar  
 el catalizador aniónico comprenden los metales libres, hidru-  
 ros metálicos, alcóxidos metálicos, hidróxidos metálicos,  
 carbonatos metálicos, alquilmetales y arilmetales, incluidos  
 los reactivos de Grignard (RMgX donde R es un grupo alquilo  
 o arilo y X es cloro, bromo o yodo) tales como cloruro de  
 25 etilmagnesio, bromuro de metilmagnesio, bromuro de fenilmag-  
 nesio o similares, y los amiduros metálicos tales como NaNH<sub>2</sub>  
 MgNH, Mg(NH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>, Mg(N(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>), Mg(NH-)<sub>2</sub>, etc. Entre los  
 ejemplos específicos de bases organometálicas adecuadas se  
 30 incluyen el dietilcinc, difenilmagnesio, tri-isopropilalumi-

317854



1 nio, etilsodio, etilpotasio, hidruro de litio y aluminio,  
butil-litio, trifenilmetilsodio, propilsodio, fenilsodio,  
hidruro de isobutilaluminio y similares. Cualquiera de los  
5 productos mencionados es adecuado para producir el cataliza-  
dor dondequiera que de aquí en adelante se emplee el térmi-  
no "catalizador aniónico". Análogamente, pueden utilizarse  
otras omega-lactamas distintas de la caprolactama para for-  
mar el catalizador aniónico, por ejemplo, enantolactama, pi-  
rrolidona, piperidona, caprilolactama, dodecanolactama y,  
10 en general, omega-lactamas que tengan de 5 a 12 átomos de  
carbono en el anillo lactámico.

El catalizador aniónico se prepara calentando la  
lactama con la base a una temperatura comprendida entre unos  
25<sup>0</sup>C y 225<sup>0</sup>C y por encima del punto de fusión de la lactama.  
15 La base puede añadirse a la totalidad de la lactama que ha  
de polimerizarse o a una porción de la misma y después se  
añade al resto de la lactama esta porción que contiene el  
catalizador aniónico. Durante la preparación del catalizador  
aniónico llevada a cabo entre el punto de fusión de la lac-  
20 tama y unos 225<sup>0</sup>C, prácticamente no se produce polimeriza-  
ción. Sin embargo, si el catalizador aniónico ha de ser  
conservado durante un periodo de tiempo considerable, es  
preferible que se mantenga a una temperatura inferior a unos  
125<sup>0</sup>C. El tiempo requerido por esta etapa del proceso depen-  
25 de de la fuerza de la base empleada, de la proporción añadi-  
da y de la temperatura elegida y puede variar de unos segun-  
dos a varias horas. Preferiblemente, la lactama debe ser esen-  
cialmente anhidra, lo mismo que la base añadida. Generalmen-  
te, la cantidad de base cargada debe encontrarse entre 0,1  
30 y 10 moles por cien sobre la lactama total utilizada en la



1 preparación del catalizador aniónico y la subsiguiente poli-  
 5 merización. Cuando se utilizan proporciones del extremo su-  
 perior de este intervalo se obtienen mayores velocidades de  
 reacción y poliamidas de peso molecular inferior, de forma  
 10 que las proporciones mas adecuadas para la mayor parte de  
 los fines son de unos 0,2 a 5 moles de base fuerte por ciento.

Los catalizadores utilizados en la solución (A),  
 algunas veces llamados promotores, derivan generalmente de  
 ácidos orgánicos e inorgánicos de tipos especiales. Unos co-  
 15 catalizadores eficaces son los agentes acilantes y los com-  
 puestos acilo, por ejemplo, haluros de acilo, anhídridos,  
 imidas y similares, isocianatos orgánicos, cetenas y ureas  
 sustituidas. Son específicamente convenientes las imidas N-  
 sustituidas de fórmula estructural

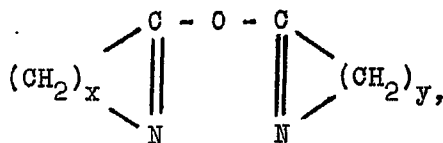


donde A es un radical acilo tal como carbonilo, tiocarbonilo  
 sulfonilo, fosfinilo y tiofosfinilo; B es un radical acilo  
 del grupo A y nitroso; R es un radical tal como el radical A,  
 20 hidrocarbilo, radicales heterocíclicos y derivados de los  
 mismos, donde dichos radicales a su vez pueden contener radi-  
 cales tales como carbonilo, tiocarbonilo, sulfonilo, nitroso,  
 fosfinilo, tiofosfinilo, terc-amino, acilamida, carbamilo N-  
 sustituido, carbamido N-sustituido, alcoxi, grupos éter y si-  
 25 milares; A y B o A y R, juntos, pueden formar un anillo a  
 través de un grupo divalente y cualquier enlace de valencia  
 libre de los radicales A y B puede ser hidrógeno o R, excep-  
 tuando A directamente unido a ellos. Otros cocatalizadores  
 convenientes son los ésteres de tipo carbonato con un anillo  
 30 aromático carbocíclico por lo menos unido al carbonato, (por

317854



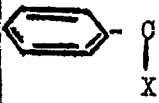
1 ejemplo, el policarbonato de 4,4'-dihidroxidifenil-2,2-pro-  
pano) que constituyen el tema de la solicitud de patente  
norteamericana nº 242.895, presentada el 7 de Diciembre de  
1962 y transferida al concesionario de la presente solici-  
5 tud. Otro cocatalizador adecuado más es la  $\beta$ -lactona del  
ácido 2,2,4-trimetil-3-hidroxi-pentenoico, que constituye  
el tema de la solicitud de patente norteamericana nº  
229.161, presentada el 8 de Octubre de 1962 y transferida  
al concesionario de la presente solicitud. Los compuestos  
10 acil-bis-heterocíclicos (por ejemplo, sebacoil-bis-pirazol)  
descritos en la solicitud de patente norteamericana nº  
266.810, que fué presentada el 21 de Marzo de 1963 y trans-  
ferida al concesionario de la presente solicitud, son tam-  
bién cocatalizadores convenientes. Los derivados de triazi-  
15 na (por ejemplo, los derivados caprolactámicos de las tria-  
zinas) descritos en la solicitud de patente norteamericana  
nº 135.791, que fué presentada el 5 de Septiembre de 1961 y  
transferida al concesionario de la presente solicitud, cons-  
tituyen otra clase conveniente de cocatalizadores. Otros pro-  
20 motores que pueden ser utilizados comprenden los productos  
de reacción de los agentes acilantes con la lactama, las  
N-acil lactamas (incluida una combinación de un cloruro de  
ácido o anhídrido con una urea N,N'-sustituida, tal como se  
ha descrito mas arriba), alcanonas y cicloalcanonas halogena-  
25 das, como las descritas en la solicitud pendiente de M.I.  
Kohan, nº 127.908, dilactim-éteres de estructura



30 como los descritos en la solicitud de patente pendiente de

317854 21



1 M.I. Kohan nº 135.792, y compuestos bencimido de estructura  
 donde R es un radical hidrocarbonado y X es

5 un halógeno o -OR, como se describe en la solicitud de paten-  
te pendiente de Anderson y Kohan nº 138.302.

El cocatalizador puede ser utilizado en propor-  
ciones que varían entre unos 0,05 y unos 5 moles por ciento  
sobre la lactama total. Es preferible que la proporción de  
cocatalizador sea inferior a la proporción de catalizador  
10 aniónico y normalmente no mayor de 1/2 de la proporción de  
catalizador aniónico. El cocatalizador puede añadirse a la  
lactama que contiene el catalizador aniónico inmediatamente  
antes de colar o, preferiblemente, puede disolverse en una  
porción aparte de la lactama para formar la composición (A)  
15 y mezclar las dos porciones de lactama en el momento en que  
se desee producir la polimerización. Para la mejor marcha del  
proceso de esta invención, se hace burbujear un gas ninerte,  
tal como hidrógeno, a través de la lactama fundida durante  
la reacción inicial con el catalizador básico para eliminar  
20 los compuestos de bajo peso molecular y evitar la oxidación.  
Como alternativa, la reacción de la lactama con el cataliza-  
dor básico puede llevarse a cabo a presión reducida en cuyo  
caso el compuesto de bajo peso molecular se separa de la lac-  
tama por destilación.

25 El agente espumante puede ser elegido entre cual-  
quiera de dos grupos de productos químicos. El primer grupo  
comprende los gases, líquidos y sólidos térmicamente estables  
que son solubles en y compatibles con los constituyentes de  
la composición catalizada de caprolactama a la temperatura  
30 de mezclado, que no interfieren con la polimerización de la

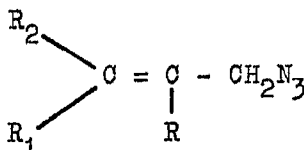
317854



1 caprolactama y que posteriormente se desprenden de la compo-  
sición de caprolactama en forma gaseosa durante la polimeri-  
zación. Entre los materiales de este grupo de agentes espu-  
mantes se encuentran el benceno, ciclohexano, trioxano,  
5 hexano, heptano, hexeno-1, n-octano, propano y similares.  
Estos materiales que son químicamente inertes en el sistema  
reaccionante y que tienen una solubilidad y volatilidad ade-  
cuadas, pueden ser utilizados en cantidades que varían del  
1 al 15 % en peso, preferiblemente del 2 al 10 %.

10 Alternativamente puede ser utilizado un agente es-  
pumante químico, Este agente es soluble o se dispersa en  
forma finamente dividida en la mezcla de caprolactama, es  
compatible con ella a las temperaturas de trabajo y no in-  
terfiere materialmente con la polimerización de la caprolac-  
tama. El agente espumante químico puede ser incorporado en  
15 la composición (A) de e-caprolactama junto con el cocataliza-  
dor y posteriormente la composición, después de ser mezclada  
con la (B), es espumada durante la polimerización: o bien el  
agente espumante se añade por separado durante el mezclado  
20 de las composiciones (A) y (B), Ciertos azocompuestos tales  
como  $\alpha, \alpha'$ -azobis (isobutironitrilo) y  $\alpha, \alpha'$ -azobis(ciclo-  
hexanocarbonitrilo) son agentes espumantes químicos eficaces.

Los agentes espumantes preferidos se encuentran  
descritos en la solicitud de patente nº 171.356, presentada  
25 el 6 de Febrero de 1962. Estos agentes son azidas alílicas  
sustituidas, incluidas las bencil azidas, de fórmula



30 en las cuales por lo menos un grupo azidometilo está directa-

317854



1 mente unido a un átomo de carbono que a su vez está unido a  
 otro átomo de carbono por un doble enlace que puede ocupar  
 una posición en una estructura lineal o cíclica. Por lo tan-  
 to, en la fórmula anterior, R, R<sub>1</sub> y R<sub>2</sub> pueden ser hidrógeno,  
 5 grupos alquilo, grupos arilo y grupos alquilo y arilo susti-  
 tuídos; en el caso de las bencil azidas, la unión  $\text{>C=C<}$   
 estará incluida dentro de una estructura de anillo aromático,  
 en cuyo caso R y R<sub>1</sub> tomados juntos en la fórmula anterior re-  
 presentan los átomos de carbono que completan el anillo aro-  
 10 mático o bencenoide, que puede tener también sustituyentes  
 adicionales enlazados a los átomos de carbono del anillo.  
 Entre las azidas alílicas específicamente útiles se encuen-  
 tran la 1-azido-5,5,7,7-tetrametilocteno-2, dodecenil azida,  
 o-metilbencil azida, m-metilbencil-azida, p-metilbencil azi-  
 15 da, bencil azida, 3,4-dimetilbencil azida, 2,4,5-trimetil-  
 bencil azida, dodecibencil azida, p-fenoxibencil azida,  
 $\alpha^1$ ,  $\alpha^4$ -diazido-hexametilbenceno y  $\alpha^1$ -azidometil-2,3,5,6-  
 tetrametilbenceno. Estas pueden ser utilizadas en cantidades  
 comprendidas entre 0,1 y 5 por ciento en peso. Pueden ser  
 20 utilizadas en unión de otros agentes espumantes tales como los  
 agentes térmicamente estables.

Para conseguir los resultados de esta invención tie-  
 ne importancia crítica el uso del 5 al 50 por ciento en peso  
 de fibras cortas del material especificado y en la forma de-  
 25 tallada. Estas fibras no sólo proporcionan un módulo mejora-  
 do (rigidez) sino, lo que es más importante, también propor-  
 cionan una importante mejora de la estabilidad dimensional  
 del plástico espumoso frente a las variaciones de temperatura  
 y humedad. Estas mejoras se consiguen sin reducción sustan-  
 30 cial de la tenacidad básica del material polimérico. Estas



1 mejoras no se consiguen con cargas no fibrosas o en forma de partículas, ni tampoco se consiguen si las cargas fibrosas no son paralelas a la superficie de las celdillas del artículo espumoso.

5 Para conseguir la orientación adecuada de las fibras en el artículo celular final, es necesario que las fibras sean incorporadas a la mezcla de catalizador, monómero, etc. antes de la polimerización y espumado. Para procurar un módulo adecuado al artículo final, es necesario que las fibras  
10 tengan un módulo de  $5 \times 10^6$  a  $30 \times 10^6$  lb/in<sup>2</sup> ( $0,35 \times 10^6$  a  $2,11 \times 10^6$  kg/cm<sup>2</sup>).

El tamaño de las fibras y su cantidad máxima son críticos para el éxito del procedimiento. Las fibras largas o una cantidad de fibras superior al 50 por ciento en peso,  
15 como se ha especificado, no pueden ser trabajadas en los equipos usuales. De hecho, cuanto más cortas sean las fibras, dentro de los límites especificados, mayor es el porcentaje que puede ser utilizado. Así, cuando la longitud de las fibras es superior a 65 mils (1,651 mm), el porcentaje que puede ser utilizado está limitado a no más del 30 por ciento en  
20 peso. Debe entenderse también que junto con las fibras cortas pueden utilizarse cargas no fibrosas o en forma de partículas. De hecho, puede ser conveniente que la carga total esté constituida por desde el 10% aproximadamente hasta el 90% de la carga no fibrosa y, preferiblemente, por lo menos el 50% de  
25 la carga total debe ser carga no fibrosa para fines de transformación, es decir, para compensar la tendencia a sedimentarse de la carga fibrosa. Tales cargas no fibrosas incluyen cargas finamente divididas de carbonato cálcico, alúmina, silicato de aluminio, silicato cálcico, cemento Portland, dióxido  
30



1 de titanio, etc. Sin embargo, si la carga total es superior  
al 60 por ciento en peso aproximadamente, puede esperarse que  
se produzcan efectos adversos sobre la resistencia y tenaci-  
dad del producto final.

5 El invento se comprenderá mas claramente remitiendose a los ejemplos que se dan a continuación. No se debe interpretar que los ejemplos, que representan realizaciones específicas de la presente invención, son limitativos de la misma.

10 Ejemplos 1 - 3

Se prepara la composición (A) disolviendo el cocatalizador formado por 1,3 gramos de policarbonato de 2,2-bis-(4-hidroxifenil) propano y 3,0 mililitros de la  $\beta$ -lactona del ácido 2,2,4-trimetil-3-hidroxi-3-pentenoico en 15 75 gramos de e-caprolactama esencialmente anhidra. Esta composición se calienta a unos 150°C en atmósfera de nitrógeno.

Para preparar la composición (B) se calientan a unos 150°C, en atmósfera de nitrógeno, 500 gramos de caprolactama esencialmente anhidra conteniendo 2,07 moles por 20 ciento de caprolactama sódica y 11,5 gramos de estearato potásico. A continuación se dispersan 288 gramos de la carga indicada en la Tabla I en la composición (B). La carga se seca completamente antes de su adición.

Se mezclan las dos composiciones junto con 12,1 25 mililitros del agente espumante compuesto por partes iguales en peso de dodecenil azida y hexano y la mezcla resultante se vierte en un molde abierto por arriba (1/4" x 15" x 15") (6,35 x 381 x 381 mm). El molde se mantiene a 150°C, durante unos 10 minutos y la lámina resultante se seca y se determina 30 su módulo, estabilidad dimensional y coeficiente de expansión térmica. La densidad del artículo celular resultante es



317854

1 de unos 0,73 gramos/mililitro y el porcentaje en peso de  
carga es del 33%. En los Ejemplos 1 - 3 se utiliza por lo  
menos el 10% de carga fibrosa. En los Controles A y B no se  
utiliza carga fibrosa. En el Control C no se utiliza carga.

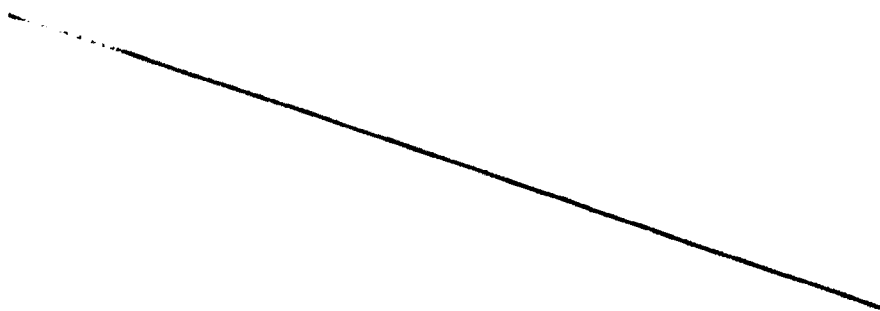
5 El módulo se mide a 23°C y a una humedad relativa  
del 50 por ciento por el método descrito en la Manual A.S.T.  
M. como Procedimiento A.S.T.M. D-790.

10 La estabilidad dimensional se determina a una  
humedad relativa del 100% cortando muestras de la lámina  
en forma de tiras de 1/2" x 3 1/2" (12,70 x 88,9 mm). Se  
pesan estas tiras y se mide su longitud. A continuación se ex-  
ponen a tres ciclos de mojado y secado alternos por inmersión  
en agua hirviendo durante un periodo de 20 horas, seguido  
15 por un ciclo de secado a 120°C, en una atmósfera continua-  
mente purgada con nitrógeno, durante un periodo de 20 horas. Da-  
do que el primer ciclo es bastante sensible a los factores  
externos, por ejemplo, al contenido en sustancias extracti-  
bles, tensiones de moldeo, etc. la estabilidad dimensional  
se da como la variación media de longitud (en tantos por cien-  
to de la longitud original) en los dos últimos ciclos de mo-  
jado y secado).

20 El coeficiente de expansión térmica se determina  
por el método descrito en el Manual A.S.T.M. como Procedimien-  
to A.S.T.M. D-696-44.

25

30



317854



1  
  
  
  
5  
  
  
  
10  
  
  
  
15  
  
  
  
20  
  
  
  
25  
  
  
  
30

TABLA I

<u>Ejemplo</u>	<u>% en peso de carga fibrosa</u>	<u>% en peso de carga no fibrosa</u>
1	10 "Cab-O-Lite" F-1 <sup>a</sup>	23 "Non-Fer-Al" <sup>c</sup>
2	10 Vidrio largo 1/16" (1,587 mm)	23 "Non-Fer-Al"
3	33 "HDK-5" <sup>b</sup>	-----
Control A	-----	10 Alúmina T-60 <sup>d</sup> 23 "Non-Fer-Al"
Control B	-----	33 Alúmina T-60
Control C	-----	-----

<u>Ejemplo</u>	<u>Módulo</u> (lb/in <sup>2</sup> ) (kg/cm <sup>2</sup> )	<u>Estabilidad dimensional</u> (%)	<u>Coeffic.de expansión térmica</u> (in/in/°C)=(cm/cm°C)
1	181.000 (12.726)	1,1	5,1 x 10 <sup>-5</sup>
2	152.000 (10.687)	1,1	5 x 10 <sup>-5</sup>
3	171.000 (12.022)	1,0	4,7 x 10 <sup>-5</sup>
Control A	117.000 ( 8.226)	2,1	8 x 10 <sup>-5</sup>
Control B	106.000 ( 7.452)	2,1	9,4 x 10 <sup>-5</sup>
Control C	62.000 ( 4.359)	2,7	11 x 10 <sup>-5</sup>

a- Mineral de wolastonita (silicato cálcico) molido para dar fibras, siendo las más largas de 1/16" (1,587 mm) aproximadamente y siendo las longitudes, por término medio, 14 veces "D", manufacturado por Cabot Corp.

b- Fibras de vidrio molidas, cortadas a longitudes no superiores a 65 mils (1,651 mm), siendo la longitud unas 3 veces "D", manufacturadas por Johns-Manville Co.

c- Carbonato cálcico precipitado con un tamaño de partícula medio de 7 micras, manufacturado por Diamond Alkali Co.

d- Alúmina tabular manufacturada por Alcoa Corp.

\*- Aproximadamente 10 micras de diámetro, manufacturado por Owens-Corning Fiberglas Co.

317854



1

Ejemplo 4

5

Se prepara la composición A disolviendo el cocatalizador formado por 1,3 gramos de policarbonato de 2,2-bis-(4-hidroxifenil) propano y 3,0 mililitros de la  $\beta$ -lactona del ácido 2,2,4-trimetil-3-hidroxi-3-pentenoico en 75 gramos de  $\epsilon$ -caprolactama esencialmente anhidra. Esta composición se calienta a unos 150°C en atmósfera de nitrógeno.

10

Para preparar la composición (B) se calientan a unos 150°C, en atmósfera de nitrógeno, 500 gramos de caprolactama esencialmente anhidra conteniendo 2,07 moles por ciento de caprolactama sódica y 11,5 gramos de estearato potásico. A continuación, se dispersan en la composición (B) 383 gramos de la carga descrita en la Tabla II. La carga se seca completamntne antes de su adición.

15

20

Se mezclan las dos composiciones, junto con 12,1 mililitros del agente espumante compuesto por partes iguales de dodecenil azida y hexano, y la mezcla resultante se vierte en un molde abierto por arriba (1/4" x 15" x 15") (6,35 x 381 x 381 mm). El molde se mantiene a unos 150°C durante 10 minutos aproximadamente y la lámina resultante se saca, determinándose su módulo y su estabilidad dimensional. La densidad del artículo celular resultante es de unos 0,70 gramos/mililitro y el porcentaje en peso de la carga es del 40%. En el Ejemplo 4, se utiliza el 10% de carga fibrosa. En el Control A no se utiliza carga fibrosa.

25

30

317854



1

TABLA II

<u>Ejemplo</u>	<u>%en peso de carga fibrosa</u>	<u>%en peso de carga no fibrosa</u>	<u>Módulo (lb/in<sup>2</sup>) (kg/cm<sup>2</sup>)</u>	<u>Estabilidad dimensional (%)</u>
4	10 "Cab-0-Lite" F-1	30 "Glomax" WZ <sup>Ⓜ</sup>	150.000 (10.546)	1,1
Control A	-----	40 "Glomax" WZ	99.000 (6.960)	1,9

5

<sup>Ⓜ</sup>- Arcilla calcinada, con un tamaño de partícula medio de 7 micras, manufacturada por Georgia Kaolin Co.

Ejemplos 5 - 6

10

Se prepara la composición (A) disolviendo el cocatalizador formado por 1,3 gramos de policarbonato de 2,2-bis-(4-hidroxifenil)propano y 3,0 mililitros de la β-lactona del ácido 2,2,4-trimetil-3-hidroxi-3-pentenoico en 75 gramos de ε-caprolactama esencialmente anhidra. Esta composición se calienta a unos 150°C en atmósfera de nitrógeno.

15

Para preparar la composición (B), se calientan a unos 150°C, en atmósfera de nitrógeno, 500 gramos de caprolactama esencialmente anhidra conteniendo 2,07 moles por ciento de caprolactama sódica y 11,5 gramos de estearato potásico. A continuación se dispersan en la composición (B) 383 gramos de la carga indicada en la Tabla III. La carga se seca completamente antes de su adición.

20

Se mezclan las dos composiciones, junto con 7,6 mililitros del agente espumante compuesto por partes iguales de dodecenil azida y hexano, y la mezcla resultante se vierte en un molde abierto por arriba (1/4" x 15" x 15") (6,35 x 381 x 381 mm). El molde se mantiene a 150°C durante unos 10 minutos y la lámina resultante se saca determinándose su módulo y su estabilidad dimensional. La densidad del artículo celular resultante es de unos 0,90 gramos/mililitro y el por-

25

30

317854 16



1 centaje en peso de carga es del 40%. En los Ejemplos 5 y 6 se utiliza por lo menos el 10% de carga fibrosa. En el Control A no se utiliza carga fibrosa.

TABLA III

5

<u>Ejemplo</u>	<u>% en peso de carga fibrosa</u>	<u>% en peso de carga no fibrosa</u>	<u>Módulo (lb/in<sup>2</sup>) (kg/cm<sup>2</sup>)</u>	<u>Estabilidad dimensional (%)</u>
5	10 "Cab-O-Li-te" F-1	30 "Glomax" WZ	220.000 (15.467)	1,1
6	16 "Cab-O-Li-te" F-1	24 "Glomax" WZ	225.000 (15.819)	0,8
10 Control A	-----	40 "Glomax" WZ	159.000 (11.179)	1,8

REIVINDICACIONES

15 1.- Mejoras en un procedimiento para preparar un artículo de polilactama celular que consiste en preparar una solución fundida mezclando e-caprolactama, un catalizador anionico de polimerización para la misma, un cocatalizador y un agente espumante, mientras se mantiene la temperatura de la mezcla entre 140° y 160°C, en verter inmediatamente después la mezcla en un molde que tenga la forma deseada para el artículo configurado, mantener la temperatura de la mezcla en el molde entre 140° y 215° hasta que se produzca la solidificación del material espumoso y sacar del molde el artículo configurado, caracterizadas dichas mejoras por consistir en añadir a la mezcla, antes del espumado, del 5 al 50 por ciento en peso, sobre el peso total de sólidos, de fibras cortas de un material inerte con un módulo de 5 x 10<sup>6</sup> a 30 x 10<sup>6</sup> lb/in<sup>2</sup> (de 0,35 x 10<sup>6</sup> a 2,11 x 10<sup>6</sup> kg/cm<sup>2</sup>), - teniendo dichas fibras una sección transversal "D" de 0,1 a 1 mil (de 0,0025 a 0,0254 mm) y una longitud comprendida en 30 tre tres veces "D" y 125 mils (3,175 mm).



1

2.- Mejoras según la reivindicación 1, caracterizadas porque dichas fibras cortas son seleccionadas entre el grupo consistente en fibras de silicato cálcico, fibras de vidrio, fibras de lana de escoria y titanato potásico fibroso.

5

3.- Mejoras según la reivindicación 1, caracterizadas porque también se añade antes del espumado hasta el 45 por ciento en peso de una carga no fibrosa, siendo la cantidad total de fibras cortas y carga no fibrosa no superior al 60 por ciento en peso.

10

4.- Mejoras según la reivindicación 3, caracterizadas porque dicha carga no fibrosa está seleccionada entre el grupo consistente en carbonato cálcico, alúmina, silicato de aluminio, silicato cálcico, cemento Portland y dióxido de titanio.

15

5.- Mejoras según la reivindicación 3, caracterizadas porque dicha carga no fibrosa constituye por lo menos el 50% de la carga total.

20

6.- Mejoras según la reivindicación 1, caracterizadas porque dichas fibras cortas constituyen del 5 al 30 por ciento en peso del peso total de sólidos.

25

7.- Mejoras según la reivindicación 1, caracterizadas porque la longitud de dichas fibras cortas está comprendida entre cinco veces "D" y 65 mils (1,651 mm).

30

8.- Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita:  
"MEJORAS EN UN PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR UN ARTICULO DE POLILACTAMA CELULAR".

---

317854 16



1

Todo tal y como queda descrito y reivindicado en la presente Memoria descriptiva que consta de veintiuna páginas mecanografiadas y dibujos adjuntos.

Madrid, 27. Septiembre, 1965

BERNARDO UNGRIA

p.p.

5

10

15

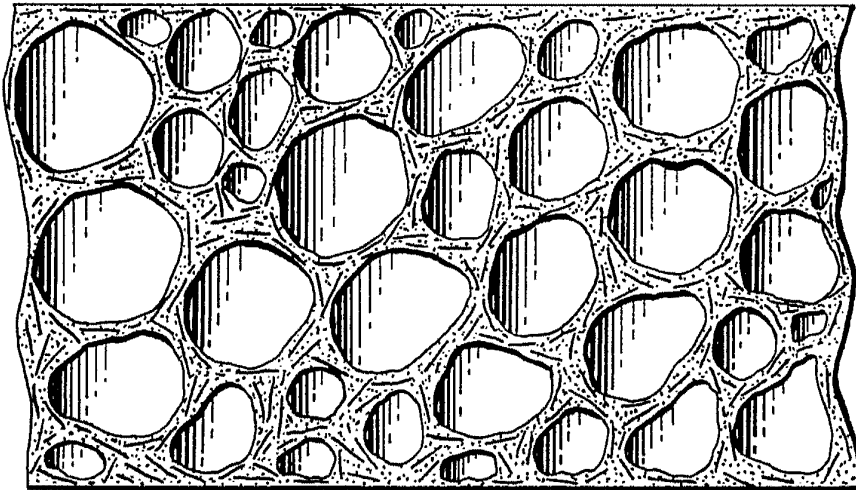
20

25

30



317854



ESCALA VARIABLE  
MADRID, 27 DE            DE 1945  
ALFONSO UNGRÍA