

351766

# MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de una

## PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: E.I. DU PONT DE NEMOURS AND COMPANY.

RESIDENCIA: Wilmington, Delaware 19898, EE. UU.

ENUNCIADO: "UN PROCEDIMIENTO PARA LA POLIMERIZA-  
CION DE UNA SAL DE DIAMINA CON UN ACI-  
DO DICARBOXILICO".

Prioridad: Patente estadounidense: 630.949 del 14-4-67.

IG.

-1-



1 Este invento se refiere a fibras de poliamida de gran viscosidad, con mayor velocidad de teñido y a un procedimiento para la fabricación de tales fibras de poliamida.

5 Los intentos de mejorar la capacidad de teñido de las fibras de poliamida aumentando la concentración de los grupos terminales amina han conducido a problemas de procesado tales como formación de espuma, goteo frecuente de la poliamida fundida al salir de la hilera, arrollamientos y roturas en el cilindro estirador durante el estirado de los filamentos hilados y falta de uniformidad en el denier o en el lustre. En la patente estadounidense 3.078.248 se describe un procedimiento en el que se obtiene la concentración deseada de grupos terminales amina por incorporación de cantidades apropiadas de aminas primarias, secundarias o poliaminas. El problema del goteo es controlado mediante la inclusión de un compuesto de fósforo, tal como una sal del ácido fenilfosfínico. Mediante estos métodos ha sido posible producir fibras de poliamida que se tiñen intensamente en condiciones de operación satisfactorias. No obstante, el polímero del que derivan estas fibras está limitado a una viscosidad relativa inferior a 40. Estas poliamidas son difíciles de hilar en filamentos uniformes, especialmente cuando se desean filamentos no redondos.

15  
20  
25 Ahora se ha encontrado que pueden prepararse poliamidas con una gran concentración de grupos terminales amina que poseen una mayor capacidad de teñido y unas viscosidades relativas superiores a 40.

30 Este invento proporciona policarbonamidas lineales sintéticas que contienen de 40 a 150 equivalentes-gramo de grupos amina terminales por cada 1000 kilogramos de policarbona



1 mida, adecuadas para la hilatura en fibras con mayor capaci-  
dad de teñido con tintes ácidos, caracterizadas porque la  
policarbonamida tiene una viscosidad relativa de 45 como m<sub>i</sub>  
nimo y los grupos amina terminales derivan en un 30 a un  
5 55 % de hexametildiamina, en un 5 a 50 % de fenilfosfina-  
to de hexametildiamonio y en un 20 a 60 % de una amina  
terciaria.

Preferiblemente la amina terciaria es una N-aminoal-  
quil(inferior)morfolina y todavía mejor es una N-aminopropil  
10 morfolina.

La policarbonamida tiene preferiblemente una viscosi-  
dad relativa comprendida entre 50 y 60.

De preferencia, los grupos amina terminales proceden  
en un 48 a un 52 % de hexametildiamina, en un 22 a un  
15 26 % de fenilfosfinato de hexametildiamonio y en un 25 a  
un 30 % de una N-aminoalquilmorfolina.

La figura es una representación gráfica del porcentaje  
de grupos amina terminales derivados de las tres fuentes po-  
sibles de grupos amina, es decir, hexametildiamina, fenil-  
fosfinato de hexametildiamonio y N-aminopropilmorfolina.  
20 El porcentaje de grupos amina se representa a lo largo de la  
línea perpendicular al lado del triángulo de forma que una  
concentración del 100 % de cualquiera de los ingredientes  
viene representada por un vértice del triángulo. Las concen-  
traciones reivindicadas del presente invento se encuentran  
25 dentro del polígono  $\alpha\beta\gamma\delta\epsilon$ . La figura se discute con más de-  
talle en los siguientes ejemplos.

La viscosidad relativa se define como la relación en-  
tre la viscosidad absoluta a 25°C (en centipoises) de una so-  
30 lución de polímero al 8,4 % en peso en ácido fórmico al 90 %

18 MAR 1958



1 (10 % de agua y 90 % de ácido fórmico), es decir, 11,0 g de  
 polímero en 100 ml de ácido fórmico al 90 %, y la viscosidad  
 absoluta a 25°C (en centipoises) del ácido fórmico al 90 %.  
 En general, se requiere una viscosidad relativa de 15 como  
 5 mínimo, aproximadamente, para dar un polímero formador de  
 fibra que pueda hilarse por fusión.

Las poliamidas útiles en la composición del presente  
 invento son poliamidas poliméricas sintéticas de cadena lar-  
 ga, con grupos amida periódicos, es decir (-N-C-), donde R  
 10  $\begin{matrix} | \\ R \\ || \\ O \end{matrix}$

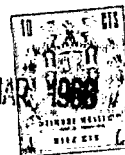
es hidrógeno o un radical hidrocarbonado monovalente de 1  
 a 10 átomos de carbono, como parte integrante de la cadena po-  
 limérica. El número medio de átomos de carbono que separan  
 los grupos amina es de dos por lo menos. Estos polímeros pue-  
 15 den ser configurados en filamentos en los que los elementos  
 estructurales están orientados en la dirección del eje del  
 filamento. Las poliamidas pueden prepararse, por ejemplo,  
 por condensación de hexametildiamina y ácido adípico. La  
 poliamida debe tener una viscosidad relativa comprendida en-  
 20 tre 50 y 60.

La concentración preferida de grupos amina terminales  
 totales de este invento es de 90 a 140 equivalentes-gramo  
 por 1000 kilogramos de polímero, que tiene la siguiente com-  
 posición:

25 TABLA III

Composición del polímero de poli-hexametilenadipamida

	$[NH_2^{\#}]$	% peso	% moles
Fenilfosfinato de hexametildiamo- nio	15 a 50	0,3 a 1,0	0,17 a 0,56
N-aminopropilmorfolina	30 a 65	0,42 a 0,91	0,56 a 1,43
Hexametildiamina	42 a 65	0 a 0,36	0 a 0,70



1 <sup>#</sup>  $[NH_2]$  es el número de equivalentes-gramo de grupos termina-  
les amina por 1000 kilogramos de polímero.

5 Naturalmente los compuestos pueden añadirse a los in-  
redientes del polímero antes de la evaporación de la solu-  
ción de sal de poliamida o bien pueden añadirse al propio  
polímero durante la polimerización. Los compuestos pueden  
agregarse en forma de solución premezclada, o bien por sepa-  
rado o formándolos in situ. Otras aminas terciarias que pue-  
den utilizarse en el presente invento son las alquil(infe-  
rior)-N-aminoalquilmorfolinas. Los sustituyentes alquilo ade-  
cuados son los radicales etilo, propilo, butilo, pentilo y  
10 hexilo.

15 En una realización del presente invento se emplea un  
polímero que contiene una pequeña cantidad de un deslustra-  
dor convencional tal como dióxido de titanio, sulfato bári-  
co, trióxido de aluminio y similares. Estos materiales y las  
cantidades empleadas están descritos en la patente estadouni-  
dense 2.205.722. Preferiblemente se emplea con fines de des-  
lustrado el 0,02 % como mínimo, y generalmente de 0,15 a  
20 5 % (en peso, basado en el peso de polímero), de dióxido de  
titanio finamente dividido. En otra realización del presente  
invento se utiliza un polímero que contiene una pequeña can-  
tidad de un óxido de polialquileno, como se describe en la  
patente inglesa 990.713.

25 Las poliamidas de este invento deben tener un exceso  
de grupos amina terminales sobre los grupos carboxilo termi-  
nales. Es práctica común describir los grupos amina termina-  
les en función del número de equivalentes-gramo de grupos  
amina que se encuentran presentes en 1000 kg de polímero. Es-  
30 te método está descrito con más detalle en G. B. Taylor y



1 J. E. Waltz, "Anal. Chem.", vol. 19, página 448 (1947).

La concentración de grupos amina terminales en un polímero de poliamida puede determinarse también por un método espectrofotométrico utilizando un tinte ácido específico. Este análisis implica la preparación de una solución de nylon en ácido fórmico y la posterior precipitación y teñido simultáneo por adición de una solución acuosa de tinte. El agotamiento resultante del tinte es medido espectrofotométricamente. El procedimiento analítico para este método de determinar la capacidad de teñido es el siguiente: Se disuelven 1,000 ± 0,002 g de una muestra de hilo o copos molidos en 15,0 ml de solución de ácido fórmico al 90 %. Sobre esta solución, con agitación, se añade gradualmente, empleando una bureta, 200,0 ml de solución al 0,045 % de tinte nº 63010 del Índice de Colores (un tinte ácido disulfonado). La velocidad de adición del tinte se ajusta de forma que la poliamida precipitada se mantenga en continuo movimiento en la solución agitada. Se filtra la solución de tinte y una muestra de 10,0 ml se diluye hasta 50,0 ml. Entonces se determina la densidad óptica en un espectrofotómetro a una longitud de onda de 595 milimicras frente a agua como referencia, empleando células de un centímetro. El número de equivalentes de amina terminales por cada 1000 kg de poliamida se calcula a partir de la siguiente ecuación:

25

$$[\text{NH}_2], \text{equiv./1000 kg} = \frac{(A_B - A_S)}{A_B} 180$$

donde:

$A_B$  = Densidad óptica para el blanco, es decir, solución de ácido fórmico y tinte solamente

30  $A_S$  = Densidad óptica de la muestra



1

$$180 = (0,045) (200) (20)$$

0,045 = concentración de la solución de tinte nº 63010  
del Indice de Colores

5

200 = volumen (ml) de la solución de tinte nº 63010  
del Indice de Colores  
20 = constante de calibrado

10

La velocidad de teñido del polímero con tintes ácidos se determina midiendo el tiempo requerido para un agotamiento del 75 % del tinte añadido a un baño colorante, bajo una serie dada de condiciones. Se da como  $T_{3/4}$  y se expresa en segundos.

EJEMPLO 1

15

Una solución acuosa con un peso de 2697 kg, conteniendo 50 % en peso de adipato de hexametilendiamonio, se carga en una vasija de acero inoxidable a la que se agregan 474 g de una solución al 10 % en peso de hipofosfito manganoso en agua. La carga se concentra por evaporación hasta el 75 % en peso aproximadamente y se pasa a un autoclave de acero inoxidable que se purga de aire y se llena con nitrógeno a una presión de 17 atmósferas, calentando a 195°C. En el autoclave presurizado se cargan 21,092 kg de solución previamente mezclada que contiene 28,20 % de aminopropilmorfolina, 24,00 % de ácido fenilfosfínico, 28,75 % de hexametilendiamina y 19,05 % de agua, junto con 8,845 kg de dióxido de titanio preparado en forma de suspensión al 20 % en peso en agua y 34,0 g de un antiespumante de silicona. La calefacción se prosigue hasta que la temperatura alcanza los 274°C y la presión se reduce gradualmente a cero. El ciclo de polimerización se continúa como en el Ejemplo 1 de la patente estadounidense 2.163.636. Una vez completada la reacción de poli

25

30



1 merización, el polímero fundido se extruye en forma de cinta sobre una rueda de colada. Después de enfriar se corta en virutas adecuadas para posterior fusión en un fundidor de hélice que alimenta un sistema de hilatura. El polímero  
5 se hila a una viscosidad relativa de 57 en forma de hilo de 68 filamentos que se texturiza o hace voluminoso pasándolo a través de un chorro de aire que opera a 270 psi (18,4 atmósferas) y 285°C, como se describe en la patente belga 573.230. El denier del hilo voluminoso es 1300 y contiene 130 equivalentes-gramo de grupos amina terminales por 1000 kg de polímero y presenta un tiempo  $T_{3/4}$  de unos 200 segundos y una sección transversal trilobular. Se prosigue la hilatura durante un periodo de 5 días y se observa y registra la formación de gotas. Para este periodo el tiempo medio de hilatura exenta de gotas es alrededor de 9 horas. Un control de comparación conteniendo 0,8 % de fenilfosfinato de hexametilendiamonio y un exceso de hexametilendiamina para producir un hilo con 130 equivalentes-gramo de grupos amina terminales por 1000 kg de polímero, con una viscosidad relativa de 57, tiene un tiempo exento de goteo de 2 a 3 horas. Un segundo control con una proporción de 104 equivalentes de grupos amina terminales por 100 kg de polímero obtenido a partir de hexametilendiamina solamente tiene un tiempo exento de goteo de unos 45 minutos. La viscosidad relativa de este hilo es solamente 39 y no puede ser aumentada por nueva polimerización.

Este ejemplo demuestra que la concentración final de amina debe alcanzarse a partir de una porción de cada una de las fuentes de amina especificadas con objeto de reducir el goteo y obtener una viscosidad relativa elevada y la alta proporción de grupos amina terminales requerida para un hilo



1 susceptible de teñido muy intenso.

EJEMPLO 2

5 De manera similar a la del Ejemplo 1, se evaporan  
2697 kg de solución al 50 % de adipato de hexametilendiamonio hasta una concentración del 75 % aproximadamente y después se carga en una autoclave. En el autoclave presurizado se cargan 22,22 kg de una solución previamente mezclada con-  
10 teniendo 28,20 % de aminopropilmorfolina, 24,00 % de ácido fenilfosfínico, 28,75 % de hexametilendiamina y 19,05 % de agua. De la composición se excluyen el dióxido de titanio y el hipofosfito de manganeso. Después de la polimerización y colada, los copos resultantes se funden y se inyecta óxido de polietileno en el polímero fundido, en una línea de trans-  
15 ferencia como la descrita en la patente inglesa 990.713. El hilo hilado contiene 5 % de óxido de polietileno sobre el peso total de polímero. El hilo se hila con una sección transversal circular de 1500 deniers y se texturiza en forma similar al Ejemplo 1 pasándolo a través de un chorro de aire a 270 psi (18,4 atmósferas) y 285°C. El hilo hilado tiene una  
20 viscosidad relativa de 51. El hilo texturizado tiene una concentración de grupos amina terminales de 130 equivalentes-gramo por 1000 kg de polímero y una velocidad de teñido  $T_{3/4}$  del orden de 200 segundos.

25 La hilatura se prosigue durante un periodo de 36 horas y se observa y registra la formación de gotas de hilatura. El tiempo medio de hilatura exento de goteo para este periodo es alrededor de 9 horas. Un control de comparación conteniendo 0,60 % de fenilfosfinato de hexametilendiamonio y 0,82 % en exceso de hexametilendiamina para producir un  
30 hilo con 130 equivalentes-gramo de grupos amina terminales por



1 1000 kg de polímero, tiene un tiempo exento de goteo de 2 a 3 horas.

EJEMPLO 3

5 Con objeto de mostrar el efecto de la variación de las concentraciones relativas de aminopropilmorfolina, fenilfosfinato de hexametilendiamonio y hexametilendiamina en exceso que proporcionan los grupos amina terminales en exceso en la composición de polímero final, se prepararon unas muestras adicionales en forma similar a la descrita en el Ejemplo 1 utilizando las cantidades indicadas en la Tabla I. Los resultados están reunidos en la Tabla II.

10 Los resultados de estos experimentos se visualizan rápidamente en la figura que es un diagrama de composición del porcentaje de grupos amina terminales procedentes de las tres fuentes: hexametilendiamina, fenilfosfinato de hexametilendiamonio y N-aminopropilmorfolina. Por ejemplo, cuando la concentración de grupos amina terminales debidos al fenilfosfinato de hexametilendiamonio es demasiado baja, la reacción de polimerización no se produce de forma completa dando lugar a un polímero de viscosidad relativa baja y malas características de hilatura y estirado. Análogamente, unas concentraciones demasiado bajas de aminopropilmorfolina producen un goteo excesivo. La concentración de grupos amina terminales procedentes de la hexametilendiamina debe estar comprendida entre 30 y 55 %, la de los procedentes de fenilfosfinato de hexametilendiamonio entre 5 y 50 % y la de los de aminopropilmorfolina entre 20 y 60 % del total de grupos amina terminales.

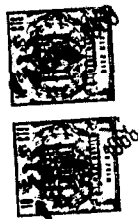


TABLA I

Artic. no	Fenilfosfinato de hexa- metilendiamonio			Aminopropilmorfolina			Hexametilendiamina					
	Total [NH <sub>2</sub> ]	% peso	% moles	[NH <sub>2</sub> ]	% peso	% moles	[NH <sub>2</sub> ]	% peso	% moles	[NH <sub>2</sub> ]	% peso	% moles
A	125	0,50	0,28	25	20	0	0	0	0,87	1,69	100	80
B	105	0,50	0,28	25	23,8	0	0	0	0,58	1,12	80	76,2
C	125	0,50	0,28	25	20	0,42	0,66	30	0,43	0,83	70	56,0
D	120	0,40	0,23	20	16,7	0	0	0	0,83	1,60	100	83,3
E	120	0,80	0,45	40	33,3	0	0	0	0,59	1,14	80	66,7
F	120	1,20	0,68	60	50,0	0	0	0	0,27	0,53	60	50,0
G	120	1,60	0,91	80	66,7	0	0	0	0	0	40	33,3
J	90	0,43	0,23	20	22,2	0	0	0	0,44	0,85	70	77,8
K	130	0,70	0,40	35	26,9	0,21	0,33	15	0,59	1,15	80	61,6
L	130	0,70	0,40	35	26,9	0,30	0,46	21	0,53	1,02	74	56,8
M	130	0,70	0,40	35	26,9	0,42	0,66	30	0,36	0,70	65	50,1
P	130	0,70	0,40	35	26,9	0,56	0,88	40	0,21	0,40	55	42,3
Q	130	0,70	0,40	35	26,9	0,74	1,16	53	0	0	42	32,3
R	130	0,60	0,34	30	23,1	0,50	0,78	36	0,34	0,66	64	49,2
S	130	1,00	0,57	50	38,4	0,53	0,83	38	0	0	42	32,3
T	130	0,40	0,23	20	15,4	0,74	1,16	53	0,24	0,47	57	43,8
U	130	0,30	0,17	15	11,5	0,91	1,42	65	0,12	0,23	50	38,5
Z	140	0,70	0,40	35	25,0	0,74	1,16	53	0,15	0,29	52	37,2
Control	78	0,02									1,06	78

\* [NH<sub>2</sub>] es el número de equivalentes-gramo de grupos amina terminales por 1000 kg de polímero  
 \*\* Fenilfosfinato sódico

TABLA I

Artic. nº	Total [NH <sub>2</sub> ] <sup>##</sup>	Fenilfosfinato de hexa- metilendiamonio				Aminopropilmorfolina				
		% peso	% moles	[NH <sub>2</sub> ] <sup>##</sup>	% NH <sub>2</sub>	% peso	% moles	[NH <sub>2</sub> ] <sup>##</sup>	% N	
5	A	125	0,50	0,28	25	20	0	0	0	0
	B	105	0,50	0,28	25	23,8	0	0	0	0
	C	125	0,50	0,28	25	20	0,42	0,66	30	24
	D	120	0,40	0,23	20	16,7	0	0	0	0
10	E	120	0,80	0,45	40	33,3	0	0	0	0
	F	120	1,20	0,68	60	50,0	0	0	0	0
	G	120	1,60	0,91	80	66,7	0	0	0	0
	J	90	0,43	0,23	20	22,2	0	0	0	0
	K	130	0,70	0,40	35	26,9	0,21	0,33	15	11
15	L	130	0,70	0,40	35	26,9	0,30	0,46	21	16
	M	130	0,70	0,40	35	26,9	0,42	0,66	30	23
	P	130	0,70	0,40	35	26,9	0,56	0,88	40	30
	Q	130	0,70	0,40	35	26,9	0,74	1,16	53	40
	R	130	0,60	0,34	30	23,1	0,50	0,78	36	27
20	S	130	1,00	0,57	50	38,4	0,53	0,83	38	29
	T	130	0,40	0,23	20	15,4	0,74	1,16	53	40
	U	130	0,30	0,17	15	11,5	0,91	1,42	65	50
	Z	140	0,70	0,40	35	25,0	0,74	1,16	53	37
	Control	78	0,02 <sup>##</sup>							

## [NH<sub>2</sub>] es el número de equivalentes-gramo de grupos amina terminales por Fenilfosfinato sódico



TABLA I

Aminopropilmorfolina				Hexametilendiamina			
% peso	% moles	[NH <sub>2</sub> ] <sup>≠</sup>	% NH <sub>2</sub>	% peso	% moles	[NH <sub>2</sub> ] <sup>≠</sup>	% NH <sub>2</sub>
0	0	0	0	0,87	1,69	100	80
0	0	0	0	0,58	1,12	80	76,2
0,42	0,66	30	24,0	0,43	0,83	70	56,0
0	0	0	0	0,83	1,60	100	83,3
0	0	0	0	0,59	1,14	80	66,7
0	0	0	0	0,27	0,53	60	50,0
0	0	0	0	0	0	40	33,3
0	0	0	0	0,44	0,85	70	77,8
0,21	0,33	15	11,5	0,59	1,15	80	61,6
0,30	0,46	21	16,3	0,53	1,02	74	56,8
0,42	0,66	30	23,0	0,36	0,70	65	50,1
0,56	0,88	40	30,8	0,21	0,40	55	42,3
0,74	1,16	53	40,8	0	0	42	32,3
0,50	0,78	36	27,7	0,34	0,66	64	49,2
0,53	0,83	38	29,3	0	0	42	32,3
0,74	1,16	53	40,8	0,24	0,47	57	43,8
0,91	1,42	65	50,0	0,12	0,23	50	38,5
0,74	1,16	53	37,8	0,15	0,29	52	37,2
					1,06	78	

grupos amina terminales por 1000 kg de polímero



TABLA II

OPERABILIDAD Y PROPIEDADES DEL HILO

Artic. n°	Hilo hilado		Hilo voluminoso *		
	Viscosidad relat Tiempo de goteo, horas	Roturas en la hilatura	Velocidad de teñido T <sub>3/4</sub> , segundos		
5	A 52 2 a 3	<0,004	80 (tratado con vapor)		
	B 56 + 10	<0,004	50 (tratado con vapor)		
	C 53 + 10	<0,004	40 (tratado con vapor)		
	D 57 2 a 4	0,004 > regular	188 (tratado con aire)		
	E --- 2 a 4	regular	---		
	F --- 2 a 4	malo	---		
	G --- 2 a 4	muy malo	---		
	J 58 + 10	<0,004	---		
	K 54 2,5	<0,004	---		
	L --- 4	<0,004	---		
15	M 55 8 a 9	<0,003	225 (aire)		
	P 54 9 a 10	<0,003	165 (aire)		
	Q 57 10	<0,004	148 (aire)		
	R 56 9 a 10	<0,003	225 (aire)		
	S 58 9 a 10	<0,004			
	T 51 8	<0,004	360 (aire)		
	Z 54 7 a 8	<0,004	255 (aire)		
	Control 57 6 a 7	<0,004	2360 (aire)		
	20				
25					

\* Velocidad de teñido T<sub>3/4</sub> sobre muestras de hilo hecho voluminoso después de lavar con NH<sub>4</sub>OH y de un producto de condensación de alcohol graso C<sub>18</sub> con 20 moles de óxido de etileno a 80°C durante una hora, seguido de agua enjuagues en frío  
 Baño de lavado: 5 ml de NH<sub>4</sub>OH concentrado y 0,5 g por litro de un producto de condensación de alcohol graso C<sub>18</sub> con 20 moles de óxido de etileno

1

TABLA II

OPERABILIDAD Y PROPIEDADES DEL F

		Hilo hilado			
	Artic. n <sup>o</sup>	Viscosidad relat relativa	Tiempo de goteo, horas	Roturas en la hilatura	Ve
5	A	52	2 a 3	<0,004	
	B	56	+ 10	<0,004	
	C	53	+ 10	<0,004	
	D	57	2 a 4	0,004 > regular	
10	E	--	2 a 4	regular	
	F	--	2 a 4	malo	
	G	--	2 a 4	muy malo	
	J	58	+ 10	<0,004	
	K	54	2,5	<0,004	
15	L	--	4	<0,004	
	M	55	8 a 9	<0,003	
	P	54	9 a 10	<0,003	
	Q	57	10	<0,004	
	R	56	9 a 10	<0,003	
20	S	58	9 a 10	<0,004	
	T	51	8	<0,004	
	Z	54	7 a 8	<0,004	
	Control	57	6 a 7	<0,004	

25

\* Velocidad de teñido T<sub>3/4</sub> sobre muestras de hilo hecho voluminoso despy de condensación de alcohol graso C<sub>18</sub> con 20 moles de óxido de etileno tro enjuagues en frío

Baño de lavado: 5 ml de NH<sub>4</sub>OH concentrado y 0,5 g por litro de un proc C<sub>18</sub> con 20 moles de óxido de etileno

30



TABLA II

PERABILIDAD Y PROPIEDADES DEL HILO

Hilo voluminoso \*

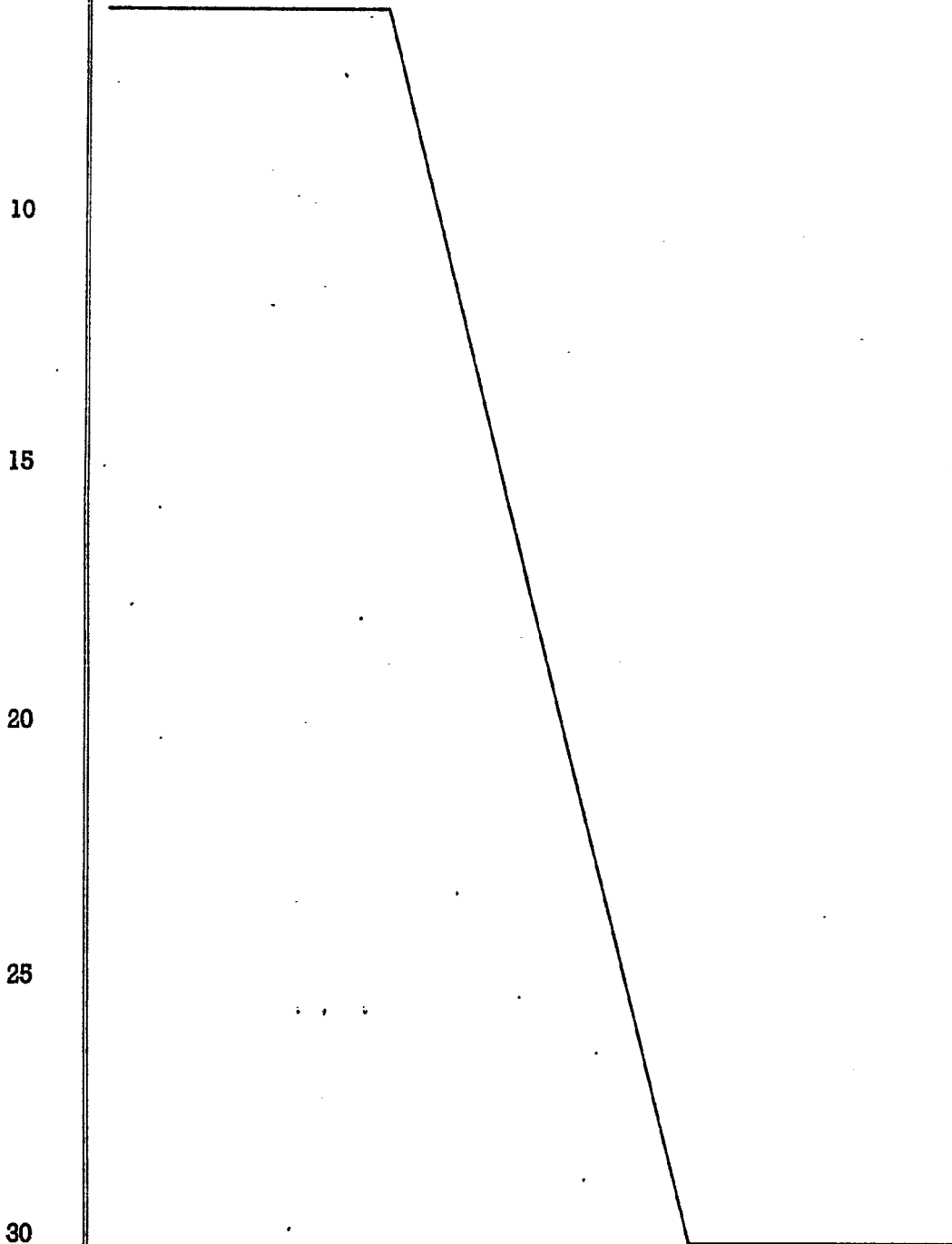
<u>Horas</u>	<u>Roturas en la hilatura</u>	<u>Velocidad de teñido T<sub>3/4</sub>, segundos</u>
	<0,004	80 (tratado con vapor)
	<0,004	50 (tratado con vapor)
	<0,004	40 (tratado con vapor)
	0,004 > regular	188 (tratado con aire)
	regular	--
	malo	--
	muy malo	--
	<0,004	--
	<0,004	--
	<0,004	--
	<0,003	225 (aire)
	<0,003	165 (aire)
	<0,004	148 (aire)
	<0,003	225 (aire)
	<0,004	
	<0,004	360 (aire)
	<0,004	255 (aire)
	<0,004	2360 (aire)

s de hilo hecho voluminoso después de lavar con NH<sub>4</sub>OH y de un producto  
 on 20 moles de óxido de etileno a 80°C durante una hora, seguido de cua  
 ado y 0,5 g por litro de un producto de condensación de alcohol graso



1 De las composiciones mostradas en la figura, M, P, Q, R, S, T, V, y X están dentro de la zona operable  $\alpha\beta\gamma\delta\epsilon$ . Entre estas, la composición R es la más preferida.

5 En resumen, la Patente de Invención que se solicita recaerá sobre las siguientes:





1

REIVINDICACIONES

5

10

1. Un procedimiento para la polimerización de una sal de diamina con un ácido dicarboxílico para formar una policarbonamida que contiene de 40 a 150 equivalentes-gramo de grupos amina terminales por cada 1000 kilogramos de polímero, cuyo procedimiento se caracteriza por mezclar con la sal de diamina o con la policarbonamida de 0, a 0,36 % de hexametilendiamina, de 0,42 a 0,91 % de N-aminopropilmorfolina y de 0,3 a 1,0 % de fenilfosfinato de hexametildiamonio, estando calculados todos los porcentajes en peso sobre la sal de diamina, y polimerizar la mezcla hasta que se obtiene una viscosidad relativa de 45 como mínimo.

15

2. Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita : "UN PROCEDIMIENTO PARA LA POLIMERIZACION DE UNA SAL DE DIAMINA CON UN ACIDO DICARBOXILICO".

20

Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente Memoria descriptiva que consta de catorce páginas mecanografiadas y dibujos adjuntos.

25

Madrid, 18 de Marzo de 1.968

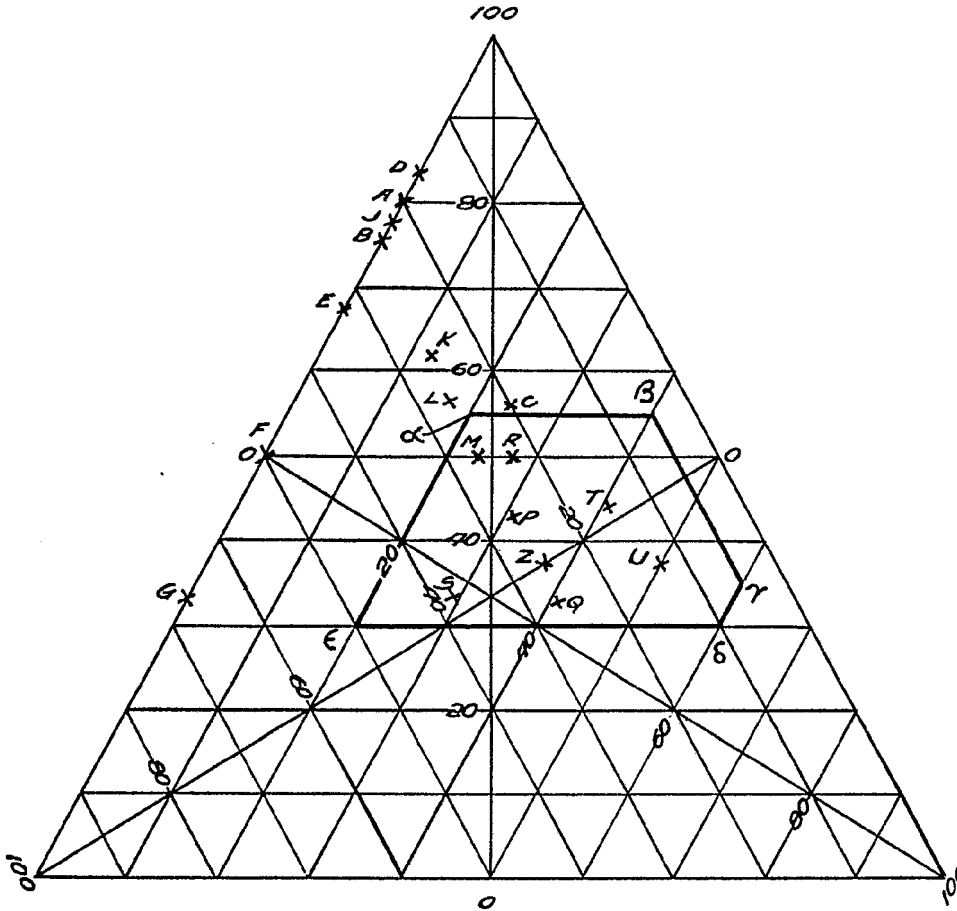
BERNARDO UNGRIA

P.P.

A handwritten signature in dark ink, appearing to be "B. Ungria", written over the typed name and initials.

30

18 MAR 1968



**ESCALA VARIABLE**  
MADRID, 18 DE Marzo DE 1968.  
BERNARDO UNOÑA  
P. P.