

359344

P - 39.609

GW 1356

**Memoria descriptiva**



**para solicitar** PATENTE DE INVENCION

**por 20 años**

**a nombre de** GLANZSTOFF AG.

**entidad / de nacionalidad** alemana

**con domicilio en** Glanzstoff-Haus, Wuppertal-Elberfeld,  
República Federal Alemana

**por:** "PROCEDIMIENTO PARA MEZCLAR DISPERSIONES DE PIGMENTO,  
AÑADIDAS A VEHICULOS SOLUBLES EN POLIAMIDA, CON UNA  
MASA FUNDIDA DE POLIAMIDA, AL FINAL DE UN PROCEDIMIEN-  
TO CONTINUO DE POLIMERIZACION"  
(Clase Internacional 006p 001d)

11.11.68

- 1 -

**POOR  
QUALITY**



El invento concierne a un procedimiento para mezclar una dispersión de pigmento con un polímero orgánico de alto peso molecular que se encuentra en estado fundido, tal como por ejemplo nylon 6, nylon 6.6 u otras poliamidas, al final de un procedimiento continuo de polimerización o de policondensación.

El mezclado de una dispersión de pigmento con una masa fundida acabada a base de polímeros orgánicos de alto peso molecular en polimerización o policondensación continua no ha sido resuelto hasta ahora. En efecto, se conoció un procedimiento para preparar estructuras configuradas mateadas o coloreadas a base de poliamidas, poliésteres, poliuretanos o poliureas, en el cual se incorpora una mezcla de pigmento con una silicona a la masa fundida después de abandonar el aparato de polimerización, y está es configurada; pero una dispersión de pigmento, en la cual el agente dispersante es un aceite de silicona o de manera general un vehículo insoluble en poliamida, es sin embargo inapropiada para la preparación de hilos y similares tejidos en la hilatura. El pigmento encerrado o incorporado en finísimas gotitas de aceite de silicona también está presente en estado aislado en el polímero solidificado, es decir, no está incorporado en realidad en el polímero. Esto conduce, especialmente por ejemplo en la extracción de monómeros desde nylon 6, a que sean separadas por lavado las finísimas gotitas de aceite de silicona que se encuentran en la superficie o en la proximidad de ella, con los pigmentos encerrados en ellas. También en una subsecuente hidrofijación o fijación hidrogenante existe un peligro en

11.11.66

**POOR  
QUALITY**



grado considerable. Además, las gotitas de aceite de sílice perturban por ejemplo el estirar los hilos.

5 La utilización de un agente dispersante que es soluble en la poliamida se ha mostrado por lo tanto como necesaria. De otra manera no se puede lograr una buena inserción o incorporación de las partículas de pigmento en el polímero. Junto a ello se ha mostrado sin embargo también ventajoso que el agente dispersante sea también soluble en agua, ya que entonces existe la posibilidad de separarlo por lavado simultáneamente con el monómero - por ejemplo en el caso del nylon 6.

10 Por otra parte, el mezclado de dispersiones de pigmento con una masa fundida acabada plantea considerables dificultades si el agente dispersante - que es de por sí necesario - es soluble en la masa fundida, e inmediatamente después de la introducción de la dispersión en la masa fundida se difunde dentro de ésta con alta velocidad. Con ello transcurre un proceso de secado a fondo normal de la dispersión de pigmento, que conduce a la aglomeración de partículas de pigmento individuales hasta un tamaño considerable, que hace inutilizable a la masa fundida para el procedimiento de hilatura. Por lo tanto, hasta ahora también era generalmente usual, incluso en la preparación de nylon 6, que usualmente tiene lugar en un procedimiento continuo, producir masas fundidas para la hilatura con tinción simultánea en autoclaves, mezclándose las suspensiones de pigmento al comienzo del procedimiento de condensación.

25 En la memoria de la solicitud de patente alemana V 28.420 IVc/29b de la firma solicitante, se descri-



be un procedimiento para la producción de hilos tejidos en la hilatura a base de poliamidas pigmentadas, en el cual se utiliza butirolactana en calidad de agente dispersante. Este agente dispersante es muy apropiado para la preparación de dispersiones de pigmento, que deben ser añadidas a las poliamidas antes de o al comienzo del procedimiento de policondensación; cuando se añade a las masas fundidas acabadas existen sin embargo las dificultades descritas en el párrafo precedente.

Según esto, el invento tiene como finalidad encontrar un procedimiento con el cual el mezclado de una dispersión de pigmento, cuyo vehículo es soluble en poliamida, sea posible con la masa fundida acabada de una poliamida sin que al mismo tiempo aparezcan aglomeraciones, perjudiciales y que perturban el procedimiento de hilatura, de partículas de pigmento. De manera sorprendente se ha encontrado ahora que en este caso importa claramente menos la intensidad de un procedimiento de agitación, de por sí es necesario, que mantener el espesor de las capas que resultan al agitar la masa fundida muy viscosa dentro de unos límites tales que se impida un secado de los hilos en dispersión que se encuentran en la masa fundida, antes de su repartición en pequeñas unidades de volumen.

El invento consiste según ello en un procedimiento para mezclar dispersiones de pigmento, añadidas a vehículos solubles en poliamida, con una masa fundida de poliamida al final de un procedimiento continuo de polimerización, que está caracterizado porque se divide la masa fundida, inmediatamente después de introducir la



dispersión de pigmento en forma de un delgado chorro de líquido, por medio de por sí conocidos, en espesores de capa menores de 1500  $\mu\text{m}$ , preferiblemente en espesores de capa menores de 850 y como mínimo de 20  $\mu\text{m}$ , y estas capas son desplazadas entre ellas, no estando separado el plano, en el que tiene lugar la división de la masa fundida en capas, preferiblemente más de 1500  $\mu\text{m}$  del lugar de introducción de las dispersiones de pigmento. En este caso se ha mostrado que la velocidad periférica de las paletas de agitación en los extremos de las paletas no debe ser inferior a aproximadamente 0,4 m por segundo y no debe ser superior a aproximadamente 3,1 m por segundo; como margen más favorable se ha mostrado el que se encuentra entre una velocidad inferior de aproximadamente 1,2 m por segundo y una velocidad superior de aproximadamente 2,3 m por segundo. Dependiendo de la temperatura de la masa fundida y de la naturaleza del agente dispersante, con velocidades periféricas inferiores a aproximadamente 1,0 metros por segundo ya aparecen algunas aglomeraciones de pigmento, que en márgenes inferiores a aproximadamente 0,4 m por segundo se hacen tan intensas que perturban en fuerte grado al procedimiento de hilatura.

Según lo conocido hasta ahora se podía esperar que para distribuir la dispersión dentro de la masa fundida será necesario un procedimiento de agitación o de mezclado muy intenso. Sin embargo, se ha mostrado de manera sorprendente que esto no ocurre, sino que claramente el factor esencial según el invento es la división de la masa fundida en capas muy delgadas que se encuentran dentro del margen de las dimensiones antes indicadas, y



que para lograr esta acción no es necesario un procedimiento de agitación intensa, siempre que se satisfaga la condición de mantener por un lado al espesor de capa y por otro lado a la velocidad de agitación dentro de los límites indicados. Esto da como resultado a continuación, en el transcurso del procedimiento de agitación, una sección transversal acomodada con el caudal de masa fundida de tal manera que la velocidad media de circulación en la masa fundida se encuentra entre  $4 \times 10^{-4}$  y  $7 \times 10^{-4}$  m/seg, y preferiblemente entre  $5 \times 10^{-4}$  y  $6,5 \times 10^{-4}$  m/seg.

Un dispositivo para la realización del procedimiento de acuerdo con el invento consiste en un recipiente mezclador axialmente simétrico con contorno plano sobre el lado de entrada que, a una distancia de su lado de entrada plano de 200 a 2000, preferiblemente 1000 a 1500  $\mu$ m, contiene una rueda de paletas con paletas ajustables, que sirve como mecanismo de agitación y que gira en el eje de simetría del recipiente; y, comenzando en el borde inferior de la rueda de paletas o un poco por debajo de éste, discurre preferiblemente en forma de pera estrechándose hacia el lado de salida hasta el diámetro del orificio de salida; en la zona del tercio exterior de las paletas de agitación, pero alejado del borde exterior del recipiente al menos en  $1/5$  de la longitud de una paleta de agitación, muestra en su tapa o cubierta del lado de entrada un orificio estrecho que discurre con su eje paralelamente al eje del agitador, para inyectar la dispersión de pigmento; y un dispositivo de alimentación de la dispersión, de por sí conocido. Pre-

11.11.68

POOR  
QUALITY



feriblemente, la sección transversal circular del recipiente a la altura del agitador, por cada tonelada de caudal diario, es de aproximadamente 200 cm<sup>2</sup>, mientras que el agitador muestra 3 a 4 paletas y es accionado con un número de vueltas de 40 a 400 por minuto y preferiblemente de 100 a 300 por minutos. El ángulo de ataque de las paletas de agitación se encuentra de manera ventajosa entre 10° y 30°, preferiblemente entre aproximadamente 15° y 24°.

Se ha mostrado, que de la necesidad de realizar la división del hilo pigmentado que penetra en la masa fundida con tanta rapidez que la difusión del vehículo en la masa fundida y el sacado de la suspensión causado por ello solo toman lugar cuando la dispersión se ha realizado de manera suficiente, resulta un margen especialmente favorable para la proporción de vehículo y pigmento. Según esto se ha mostrado, especialmente cuando se utiliza butirolactama como vehículo, que el margen favorable se encuentra con una dispersión al 10 a 50%, preferiblemente al 20 a 40%. Con una proporción inferior de pigmento, la cantidad necesaria del agente de dispersión y especialmente la cantidad de la dispersión añadida, se hace demasiado grande, y al sobrepasar el límite indicado aumenta muy grandemente el peligro de la aglomeración.

En este caso hay que tener en cuenta que cuando se aplican las dispersiones de pigmento no son admisibles usualmente partículas superiores a 1  $\mu$ m. Cuando se realiza el procedimiento de acuerdo con el invento según las enseñanzas dadas, el tamaño medio del pigmento - tal



como se ha mostrado - también permanece por debajo de este límite; los aglomerados de hasta aproximadamente 8 a 10  $\mu\text{m}$  de tamaño, que parecen ocasionalmente, pueden ser mantenidos tan raros que no perturben el procedimiento de hilatura.

5

En efecto, con una dispersión suficientemente fina y mediante las medidas correspondientes, es posible con la mayor parte de los pigmentos estables durante la condensación efectuar el mezclado también en el denominado tubo VK (totalmente continuo) al comienzo del procedimiento de condensación. Sin embargo, un cambio de color provoca una parada de al menos varios días, ya que primeramente se debe limpiar el tubo VK en un procedimiento muy largo. Además, cuando se añade la dispersión de pigmento a la carga de condensación antes de la policondensación, sólo se pueden utilizar los pigmentos que son estables durante la condensación. Sin embargo, existen toda una serie de pigmentos con propiedades muy favorables, tales como solidez frente a la luz y al blanqueo, viveza de color y similares, que pueden soportar o resistir el procedimiento de hilatura pero no el procedimiento de policondensación.

10

15

20

25

Mediante el procedimiento de acuerdo con el invento se pueden utilizar por primera vez también estos pigmentos en el procedimiento continuo, ya que resisten bien en la masa fundida los tiempos de permanencia siempre muy cortos.

30

Además, se ha establecido de manera sorprendente que la dispersión de pigmento puede ser añadida en frío, sin que se influya negativamente en medida aprecia-

11.11.68



ble sobre la dispersión fina que se puede lograr.

Los siguientes ejemplos deben explicar con más detalle el procedimiento de acuerdo con el invento. En cada-  
5 lidad de recipiente mezclador se utiliza un recipiente de 152 mm de diámetro, en el cual un agitador de 4 paletas con un ángulo de ataque de las paletas de agitación de 20° está dispuesto de tal manera que los bordes superiores de las paletas se mueven aproximadamente a 1200  $\mu$ m por de-  
10 bajo del lugar de entrada de la masa fundida así como del de la dispersión de pigmento.

Los valores de dispersión de pigmento logrados en el modo de trabajo según los ejemplos están dados en la tabla 1 para el ejemplo 1 y en la tabla 2 para el  
15 ejemplo 2.

Los valores indicados en las tablas para la dispersión de las partículas de pigmento fueron determi-  
nados por recuento con microscópio de 80 diferentes pre-  
parados de micrófotografía de aproximadamente 10  $\mu$ m de espesor  
de capa, con un aumento de 1:450. La superficie investi-  
20 gada es de 0,25 mm<sup>2</sup>.

#### Ejemplo 1.-

El caudal de masa fundida es de 670 g por mi-  
nuto. La dispersión de pigmento que penetra a través de  
25 un orificio de aproximadamente 2 mm de diámetro, contie-  
ne 25% de naranja de cadmio y es introducida por pulveri-  
zación en una cantidad de 25 g por minuto. Según los nú-  
meros de vueltas del agitador se obtienen en los recortes,  
que contienen 1% de naranja de cadmio, los valores para  
30 la dispersión de pigmento reunidos en la Tabla 1.



Ejemplo 2.-

El caudal de masa fundida es de 277 g por minuto. La dispersión de pigmento que se introduce contiene 25% de dióxido de titanio y es alimentada en una cantidad de 17,3 g por minuto, de manera que el melnmero que sale del mezclador contiene 1,30% de dióxido de titanio. El número de vueltas del agitador es de 250 por minuto. El recuento del pigmento dá los valores reunidos en la Tabla 2.

5

11.11.62

- 10 -

**POOR  
QUALITY**



13

Tabla 1

Número de vueltas del agitador por minuto	Partículas mayores de 2 recortadas por 0,26 mm <sup>2</sup>	Distribución de las partículas por las clases de tamaños:	> 2 μm
		2-4 μm    4-8 μm    8-16 μm    16-25 μm	
143	189	171=90,5 %    7=3,7 %    9=4,8 %    2=1,0 %	
200	179	160=92,6 %    4=2,4 %    6=3,3 %    3=1,7 %	
300	167	156=93,4 %    8=4,8 %    3=1,8 %    -----	
400	166	158=94,0 %    10=6,0 %    -----	

Tabla 2

Número de vueltas del agitador por minuto	Partículas mayores de 2 μm recortadas por 0,26 mm <sup>2</sup>	Distribución de las partículas por las clases de tamaños:	< 2 μm
		0-4 μm    4-8 μm    8-16 μm    16-25 μm	
250	146	142=97,3 %    4=2,7 %    -----	



El invento es explicado con más detalle con ayuda del dibujo anejo.

La masa fundida que sale desde el recipiente de polimerización o de fusión 1 representado esquemáticamente, llega a través de la conducción caldeada 2 al recipiente de agitación 4 que discurre hacia abajo en forma de pera, en el cual entra a través de un orificio situado en la cubierta. Inmediatamente por debajo de la cubierta del recipiente 4 axialmente simétrico, está dispuesto un agitador de hélice 13, cuyas paletas ajustables 8 se mueven a muy pequeña distancia de la cubierta. El recipiente está caldeado - preferiblemente con ayuda de una envolvente de caldeo 3.

La dispersión de pigmento, que se encuentra en un recipiente 12, que ha de ser mezclada con el polímero, llega a través de la bomba 11 y de la conducción 10 a la desembocadura 9, que también se encuentra en la cubierta del recipiente de paso 4, aproximadamente a la misma distancia del eje del agitador que la desembocadura de la masa fundida.

La rueda de paletas rotatoria 13, 8, que está ajustada en su número de vueltas a la cantidad del caudal, divide a la masa fundida, juntamente con la dispersión de colorante que entra por 9, en delgadas capas, que muestran un espesor menor de 1500  $\mu\text{m}$  y preferiblemente menor de 850  $\mu\text{m}$ , y al menos de 20  $\mu\text{m}$ . En este caso se ha mostrado, sorprendentemente, que mediante esta sencilla medida se logra una dispersión del pigmento extraordinariamente fina y uniforme.

La masa fundida sale, a través de la conduc-



5 ción 5 y la bomba 6, por 7, donde es transformada preferiblemente en primer lugar en un granulado. Este último es sometido a continuación, especialmente cuando se trata de nylon 6, a un procedimiento de extracción para eliminar las porciones monómeras, pudiendo ser separado por lavado simultáneamente también el agente dispersante, siempre que sea soluble en agua además de en poliamida. En la realización del procedimiento de acuerdo con el invento se ha mostrado que la medida más importante del procedimiento es impedir la aglomeración de partículas del pigmento inmediatamente después de la introducción de la dispersión de pigmento. Siempre que se logre esto, lo cual se ha hecho posible por primera vez mediante el procedimiento de acuerdo con el invento, en la subsiguiente fusión del granulado, por ejemplo en un extrusor, se pueden compensar totalmente en lo que refiere a la dispersión del pigmento las heterogeneidades eventualmente todavía existentes, conservándose la fina dispersión de las partículas de pigmento.

20 La presente solicitud, que corresponde a la presentada en República Federal Alemana el 21 de Noviembre de 1.967 bajo el nº. G 51.696 IVc/39b (ahora P. 16 94 348.9), se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.



## REIVINDICACIONES

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

1.- Procedimiento para mezclar dispersiones de pigmento, añadidas a vehículos solubles en poliamida, con una masa fundida de poliamida, al final de un procedimiento continuo de polimerización, caracterizado porque la masa fundida, inmediatamente después de introducir la dispersión de pigmento en forma de un delgado chorro de líquido, es dividida, por medios de por sí conocidas, en espesores de capa menores de 1500  $\mu\text{m}$ , preferiblemente en espesor de capa menores de 850 y al menos de 20  $\mu\text{m}$  y estas capas son desplazadas entre ellas, estando alejado el plano en el que tiene lugar la división de la masa fundida en capas preferiblemente, no más de 1500  $\mu\text{m}$  del lugar de introducción de la dispersión del pigmento.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la velocidad media de circulación de la masa fundida se encuentra entre  $4 \times 10^{-4}$  y  $7 \times 10^{-4}$  m por segundo, preferiblemente entre  $5 \times 10^{-4}$  y  $6,5 \times 10^{-4}$  m por segundo, y la velocidad periférica del dispositivo para dividir la masa fundida no es menor de 0,4 m por segundo y no es mayor de aproximadamente 3,1 m por segundo, y preferiblemente es de aproximadamente 1,2 a aproximadamente 2,3 m por segundo.

24.11.69



3.- Procedimiento para mezclar dispersiones de pigmento, añadidas a vehículos solubles en poliamida, con una masa fundida de poliamida, al final de un procedimiento continuo de polimerización.

5 Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en los dibujos que se acompañan y con los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de quince hojas escritas a máquina por una sólo cara.

Madrid, 12 DIC. 1969  
P. A.

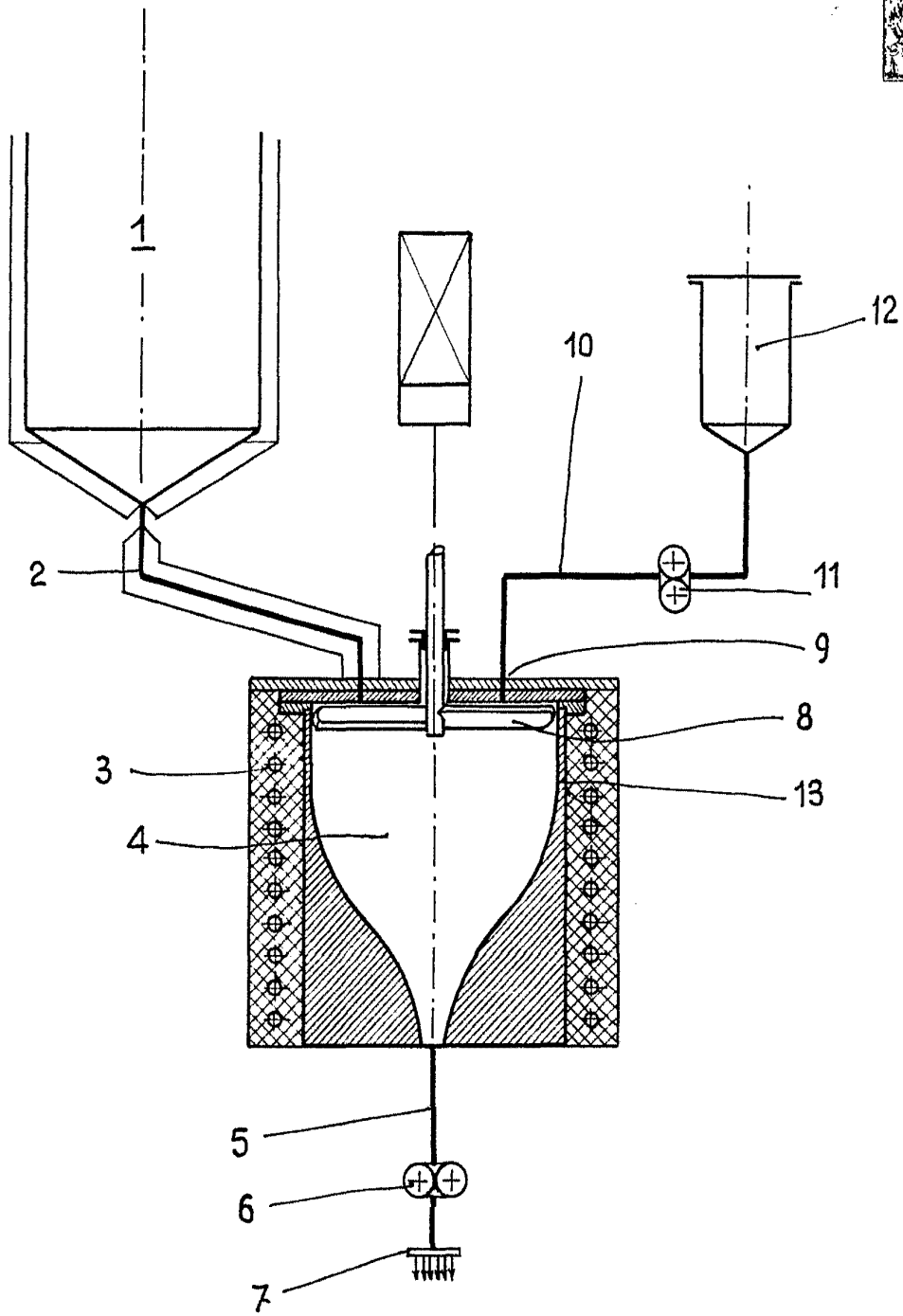
Alberto A. Elizalde  
Por Poder.

24.11.69

BPD/.

359,344

HOJA UNICA



ESCALA VARIABLE