

428,555

20 51



BATENTE DE INTRODUCCION

ICI CASE F-18754.

CO8G//DOIF

## *Memoria Descriptiva*

*sobre:*

PROCEDIMIENTO PARA FABRICAR NYLON

*Solicitante:* IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED, entidad inglesa, residente en Imperial Chemical House, Millbank, Londres, S.W.1., Inglaterra.

Este invento se refiere a un procedimiento para la fabricación de polímeros, en particular las poliamidas lineales formadoras de fibras, conocidas como nylon.



El nylon se fabrica calentando productos intermedios apropiados en autoclaves, bajo una atmósfera de gas inerte como es el nitrógeno. Los productos intermedios pueden ser una mezcla de ácido dicarboxílico, por ejemplo, ácido adítico, y una diamina alifática, por ejemplo hexametildiamina; o una sal de ácido dicarboxílico y diamina; o como variante, una lactama, por ejemplo caprolactama. La formación del nylon procede de la policondensación de los productos intermedios con la liberación de agua que se deja escapar desde la mezcla de reacción como vapor de agua. A pesar de la atmósfera de gas inerte se produce una cierta descomposición durante el calentamiento y la presencia de productos de descomposición en el producto final puede perjudicar la calidad de la fibra hilada a partir del producto. Por razones económicas los autoclaves no se abren después de fabricarse cada partida de polímero y, por consiguiente, se puede acumular gradualmente un depósito de producto de descomposición sólido dentro del recipiente durante su uso repetido. Frecuentemente se acumulan formaciones estalactíticas de dicha materia sólida en las regiones superiores del recipiente. A veces una parte de esta materia sólida se puede romper y caer en el polímero de nylon produciendo de este modo una partida de material que produce una fibra de hilatura muy inferior.

Hemos averiguado que la deposición de productos sólidos de descomposición se evita sensiblemente mediante el empleo de autoclave con superficies interiores pulidas. Por el término "pulidas" se entiende que la superficie tiene un acabado liso pero no necesariamente de espejo, pero sin irregularidades notables. El grado de tersura de una superficie se puede expresar en términos de su variación a partir de una superficie central media imaginaria que comunmente se llama el promedio de línea



central o CLA.

5 Por lo tanto, según el invento, se proporciona un procedimiento para la fabricación de nylón que comprende calentar ingredientes formadores de nylón a una temperatura a la que se produce polímero formador de fibra, llevándose a cabo la operación en un recipiente de presión cerrado que tiene una superficie interior pulida, correspondiendo el grado de pulido a una variación máxima a partir del promedio de línea central de 1'27 mm.

10 Es preferible pulir también cualquiera de los accesorios o adaptadores que penetran en el recipiente de presión, tales, como revestimientos o vainas de termopares, soportes o ramificaciones. Es conveniente que la superficie esté aún más pulida y es preferible una superficie con una variación máxima de 0'762 mm. a partir del promedio de línea central.

15 Los ingredientes formadores del nylón se pueden calentar a temperaturas del orden de 110° C a 300° C durante periodos de tiempo que oscilan de una hora a 6 horas. La presión en el recipiente de presión puede variar desde prácticamente la presión atmosférica hasta 20 atmósferas.

20 Otra característica adicional del invento es la fabricación de nylón por un procedimiento según se ha definido anteriormente que se caracteriza porque al menos durante parte del periodo de calentamiento, la zona inferior de la pared interior del recipiente, cuyo límite superior se aproxima al nivel de líquido al final de la polimerización y que está cubierta por el líquido, se mantiene a una temperatura por encima del líquido, y una zona superior de la pared interior del recipiente cuyo límite interior es el límite superior de la zona inferior y que está al menos parcialmente por encima del nivel del

25

30



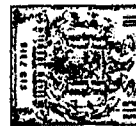
líquido, se mantiene a una temperatura por debajo de la temperatura de la zona inferior. Dichas diferenciales en el mantenimiento de la temperatura entre el contenido del recipiente y las zonas superior e inferior de la pared interior del recipiente de presión en la fabricación de poliamidas lineales formadoras de fibras se describen en nuestras solicitudes pendientes números 18,330/65 y 13,442/66 (número de serie 1.145,286).

Después de llevar a cabo la fabricación de una partida de nylon por el procedimiento del invento, el producto fundido se puede sacar del autoclave impulsandolo a través de un tubo de descarga.

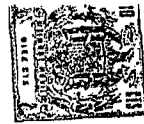
Fabricando nylon según el procedimiento del invento en un recipiente que tiene una superficie interior pulida, el régimen o proporción de acumulación de cualquier producto de composición sobre la superficie de la parte superior del recipiente se reduce considerablemente. Se pueden eliminar los depósitos de los productos de descomposición del interior del autoclave lavandolo con un líquido apropiado sin afectar a la superficie pulida sin necesidad de abrir el autoclave para limpieza mecánica como es necesario cuando aparecen formaciones estalactíticas. Un líquido apropiado para lavar el interior del autoclave es ácido acético que se puede diluir con agua, por ejemplo, a una concentración del 5%.

El procedimiento del invento permite fabricar gran cantidad de partidas de nylon, particularmente polihexametilendipamida (nylon 66), sucesivamente en un autoclave, sin abrirlo para efectuar limpieza física o mecánica.

Hemos averiguado en general que en condiciones que conducen a la acumulación de productos de degradación se pue-



den fabricar aproximadamente 5 veces más de partidas de nylon según el procedimiento del invento en un recipiente que tiene una superficie interior pulida que en un recipiente sin una superficie interior pulida antes de que sea necesario eliminar productos de descomposición acumulados. En la práctica hemos averiguado que, cuando se fabrica el nylon según el procedimiento del invento, es innecesario abrir el autoclave para limpieza entre los intervalos en los que se debe abrir en cualquier caso para la inspección mecánica de rutina y pruebas exigidas por todos los recipientes de presión. Cuando el autoclave se abre cualquier pequeña cantidad de depósito que pudiera haberse adherido a las superficies pulidas se puede quitar fácilmente sin dañar la superficie, con lo que se puede volver a comenzar la fabricación de nylon de gran calidad inmediatamente después en el autoclave limpio. Por otro lado, cuando un autoclave normal sin oulir se abre después de una fabricación de nylon, la eliminación del producto de descomposición desde la superficie es difícil y el autoclave no se puede limpiar siempre con eficacia por medios mecánicos. Por consiguiente, los primeros lotes o partidas de polímero producido después de abrir y limpiar mecánicamente el autoclave pueden ser de inferior calidad si se compara con partidas ulteriores obtenidas después que el autoclave se ha vuelto a poner en condiciones. Aún sin tener en cuenta este período inicial durante el cual se produce material inferior se puede aumentar la productividad con el procedimiento de este invento. El procedimiento del invento puede ponerse en práctica convenientemente en un autoclave que tenga una superficie interior pulida y esté provisto de chaquetas calentadoras separadas para calentar las partes superior e inferior, por lo que mientras se calienta la parte inferior del recipiente, se puede disminuir o



5 cortar el calentamiento de la parte superior, o si se desea, se puede omitir totalmente. Es preferible disponer que la chaqueta calentadora superior cubra aquella parte del autoclave que alcanza hasta aproximadamente el nivel ocupado por el límite de líquido vapor del contenido del autoclave al final de la polimerización. Los recipientes con chaquetas calentadoras diseñadas de esta manera se describen en nuestras solicitudes pendientes números 18,330/65 y 13,442/66 (número de serie 1.145,286).

10 En la aplicación del procedimiento del invento a la fabricación de polihexametilenadipamida, un modo conveniente de proceder es cargar, como una solución acuosa, adipato de hexametilendiamonio a un recipiente que tiene una superficie interior pulida y está provisto de dos o más chaquetas calentadoras separadas para suministrar calor a zonas diferentes de la pared interior del recipiente. El recipiente se cierra y la solución se  
15 caliente hasta que la presión alcanza un valor del orden de 13,35 a 18,27 Kg/cm<sup>2</sup> relativos. El calentamiento de la solución se efectúa abasteciendo calor a la zona inferior de la pared interior del recipiente que está en contacto con la solución, haciendo pasar fluido calentador a través de la chaqueta calentadora, o chaquetas calentadoras, adyacentes a la zona inferior y  
20 también, si se desea, abasteciendo calor a la zona superior de la pared interior del recipiente, haciendo pasar fluido calentador a través de la chaqueta o chaquetas adyacentes a la zona superior. Durante este estado, el agua originalmente presente en la solución y la formada en la reacción se deja escapar purgandola como vapor de agua. No obstante, cuando una notable proporción del agua originalmente presente, o formada en la reacción, se ha eliminado del recipiente, con lo que el contenido del líquido del  
25 recipiente se reduce notablemente de volumen y el nivel del con-

tenido del líquido ha descendido, cuyo estado corresponde a una temperatura del contenido del recipiente dentro de los límites de 230° - 270° C, la temperatura de la zona superior del recipiente, o sea aquella parte del recipiente por encima del contenido del líquido al final de la polimerización y al menos parcialmente en contacto con vapor en este estado, se reduce por debajo de la temperatura de la zona interior, si es que ya no está por debajo de la misma, cortando o reduciendo el abastecimiento de calor a la zona superior mientras se continúa abasteciendo calor a la zona interior. Se continúa calentando el contenido líquido según sea necesario alimentado calor a la zona inferior hasta que se completa la reacción de policondensación, reduciéndose finalmente la presión a la atmósfera. Entonces se descarga el contenido del recipiente. Cuando se trabaja en estas condiciones, el interior del recipiente permanece limpio y exento de depósitos de productos de descomposición de la mezcla de reacción aún después de usos repetidos. La concentración de la solución acuosa de adipato de hexametildiamonio originalmente cargada al autoclave puede variar, por ejemplo, entre el 45% y el 95%.

El invento se ilustra a continuación por ejemplo que sigue que no supone limitación alguna a su alcance.

#### EJEMPLO

Una solución al 80% en peso de adipato de hexametildiamonio se cargo en un autoclave cuyas paredes interiores y accesorios o adaptadores se habían pulido a un grado de tersura que tenía una variación máxima de 50 micropulgadas a partir del promedio de línea central. Se aplico calor al autoclave y la presión se elevó a 13,35-18,27 Kg/cm<sup>2</sup> relativos. Esta presión se mantuvo mientras se purgaba vapor de agua. Cuando la temperatura



interna alcanzó 230-270° C se redujo la presión a presión atmosférica y se continuo calentado o se corto la alimentación de calor, según era necesario, para mantener la temperatura correcta del contenido del autoclave hasta descargar el polímero. Después de alcanzar la presión atmosférica, el polímero (polihexametilenadipamida) se mantuvo en el autoclave durante 20-40 minutos y se descargo después bajo nitrógeno a presión. La operación completa se repitió aproximadamente 3.000 a 4.000 veces antes de tener que abrir el autoclave para la limpieza, siendo cada partida de polímero de buena calidad.

N O T A

Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarse en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. Siendo lo que constituye la esencia del referido invento por lo que se solicita Patente de Introducción por 10 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO PARA FABRICAR NYLON; caracterizándose por lo siguiente:

1.- Procedimiento para fabricar nylon caracterizado porque comprende calentar ingredientes formadores de nylon hasta una temperatura en que se forman polímeros formadores de fibras, efectuándose el procedimiento en un recipiente cerrado y presurizado con una superficie interior pulida, correspondiendo el grado de pulido a una variación máxima desde la línea central media de 1'27 m.m.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque cualquier acoplamiento que se extiende al interior del recipiente estan igualmente pulidas.

3.- Procedimiento según cualquiera de las reivindi-

caciones anteriores, caracterizado porque la variación es preferentemente de 0'762 m.m.

5 4.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque como mínimo durante parte del periodo de calentamiento la zona inferior de la pared interior del recipiente, el límite superior del cual se aproxima al nivel del líquido al final de la polimerización y que está cubierta por el líquido, se mantiene a una temperatura superior a la temperatura del líquido; y una zona superior de la pared interior del recipiente, el límite inferior del cual es el límite superior de la zona inferior y que esta por lo menos parcialmente por encima del nivel del líquido, se mantiene a una temperatura inferior a la temperatura de la zona inferior.

15 5.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque se quita el nylon del autoclave y los depósitos de los productos de descomposición se eliminan del interior del autoclave lavándolo con un líquido apropiado sin abrir el autoclave.

20 6.- Procedimiento según la reivindicación 5, caracterizado porque el líquido utilizado es ácido acético acuoso diluido.

25 7.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el nylon es polihexametilenadipamida.

8.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque se calientan los ingredientes formadores de nylon a una temperatura dentro de la gama comprendida entre 110 y 300° C.

30 9.- Procedimiento según la reivindicación 4, carac-



terizado porque el recipiente es un autoclave provisto de camisas separadas para calentar las zonas superior e inferior por separado.

5 10.-- Procedimiento para fabricar nylon, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 10 hojas escritas a máquina por una sola cara.

29 MAR. 1973

Madrid,

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED,

L. GOMEZ ASENSO Y RODET  
p. p. Firmados L. Góalo Fernández