



PATENTE DE INVENCION

10 ES	11 21	NUMERO 437.847	16 A 1
	22	FECHA DE PRESENTACION 21-5-75	

30 PRIORIDADES: 31 NUMERO 69 23/74	32 FECHA 21-5-74	33 PAIS SUIZA
--	---------------------	------------------

47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL C08G	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
------------------------	--	--------------------------------------

64 TITULO DE LA INVENCION UN PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE POLI-LACTAMAS
CONCEDIDA

71 SOLICITANTE (S) BHNF AG Arbeitsgemeinschaft für angewandte Forschung
--

DOMICILIO DEL SOLICITANTE Waldstrasse 18, CH-8132 Egg. SUIZA

72 INVENTOR (ES) Werner Hartmann de nacionalidad suiza el cual ha cedido sus derechos a la compañía solicitante.

73 TITULAR (ES)

74 REPRESENTANTE D. BERNARDO UNGRIA GOIBURU
--

13 DIC. 1976

1 El invento se refiere a una nueva poli-laurinlactama, a un procedimiento para la obtención de poli-lactamas superiores, y a su aplicación.

5 Las poliamidas 6, 6.6, 6.10, 11 y 12 conocidas, que se obtienen mediante polimerización a partir de las lactamas correspondientes, o bien mediante policondensación a partir de los correspondientes ácidos dicarboxílicos y diaminas, si bien están dotadas de múltiples propiedades buenas, son en cambio inapropiadas para numerosas aplicaciones, en especial para su transformación por la técnica de fundición de metales.

15 En la obtención de poliamida 6 a partir de ϵ -caprolactama, la masa fundida es inyectada bajo alta presión en dispositivos de moldeo por inyección, empleando para ello útiles de inyección muy costosos. Los moldes mayores tienen hoy en día una capacidad de 20 hasta 30 kg, pudiendo fabricarse por este procedimiento únicamente piezas de grueso de pared uniforme. Este procedimiento es apropiado además únicamente para series de gran escala, ya que los costes para los dispositivos de moldeo por inyección son muy altos.

20 Al aplicarse la técnica de colada a la ϵ -caprolactama, hay que pasar por el inconveniente de que después de fundido el monómero a aproximadamente 70° C bajo adición de catalizadores y activadores, los moldes de colada tienen que ser puestas a la temperatura de polimerización, de 175 a 178° C, debiendo mantenerse a esta temperatura durante 2 a 10 horas, según el grueso de pared deseado, puesto que de otro modo no se obtiene una pieza de trabajo aprovechable.

30 Esto requiere un gran lujo de aparatos y gasto de tiempo, en especial en la producción de piezas moldeadas grandes

1 y respectivamente en la producción de piezas moldeadas con
gruesos de pared grandes y/o variables, debido a la relati-
vamente alta tonalidad térmica de la reacción de la polime-
5 rización, de aproximadamente 37 kcal/kg, y a la insuficiente
conductibilidad térmica de los materiales empleados. En la
producción de piezas moldeadas por el procedimiento de cola-
da tiene que estar asegurado además que el aire ambiente que
de excluido en lo posible, ya que de otro modo no se obtiene
una pieza homogénea, debido al contenido de oxígeno y de
10 agua del aire. En general resulta que el campo de aplicación
del procedimiento citado anteriormente está limitado de ma-
nera relativamente estrecha, en especial con relación a las
dimensiones alcanzables de las piezas moldeadas.

15 Las poliamidas 6, 6.6 y 6.10 y la colada monómera de
 ϵ -caprolactama adolecen del grave inconveniente de que uni-
camente en estado acondicionado, es decir, en un determinado
contenido de agua distribuido de manera homogénea, alcanzan
sus propiedades óptimas. En estado totalmente seco, los ma-
20 teriales obtenidos a partir de estos productos, si bien son
muy fuertes, son en cambio quebradizos; al saturarse con
agua, se convierten en realidad dúctiles, pero en cambio
pierden su resistencia mecánica. Al oscilar el contenido de
agua entre 0 y 11 %, varía el volumen de dichos materiales
25 linealmente en aproximadamente 0,25 % por tanto por ciento
de agua absorbida, es decir, que la exactitud dimensional no
es suficiente para la mayoría de los fines de aplicación;
en especial es prácticamente imposible la utilización en agua
salobre y agua de mar. Asimismo se modifican con el conteni-
do de agua de manera muy fuerte todas las propiedades mecá-
30 nicas, químicas y físicas de dichos materiales.

1 Las poliamidas 11 y 12 no adolecen del inconveniente de
la alta capacidad de absorción de agua. Ahora bien, para la
obtención de las poliamidas 11 y 12 son precisas numerosas
5 etapas complicadas del proceso. Los polimerizados termoplás-
ticos obtenidos a este respecto no son colables en estado
apto para su transformación, como consecuencia de su alta
viscosidad. Para la transformación se precisan por lo tanto
los mismos costosos dispositivos que para las poliamidas 6,
6.6 y 6.10.

10 La misión del invento ha estribado en crear una nueva
poli-lactama que no adolezca de los inconvenientes citados
anteriormente y que, en cuanto a sus propiedades, se desta-
que ventajosamente de las poliamidas conocidas. Este proble-
ma queda resuelto por el invento.

15 El objeto del invento es una poli-laurinlactama carac-
terizada por el hecho de que no se funde al ser calentada,
sino que en un intervalo de aproximadamente 217 hasta alre-
dedor de 271° C se desintegra al aire, no siendo ya regene-
rable.

20 Una poli-laurinlactama preferente conforme al invento
posee, además de la propiedad mencionada más arriba, una ten-
sión de alargamiento ϵ_s , medida conforme a DIN 53.455, de
aproximadamente 470 a alrededor de 520 kp/cm², una dilata-
ción ϵ_s a tensión de alargamiento, medida conforme a DIN
25 53.455, de aproximadamente 17 hasta alrededor de 25 %, una
resistencia a la rotura ϵ_R , medida conforme a ISO R 527, de
aproximadamente 500 hasta alrededor de 630 kp/cm², un alar-
gamiento de rotura ϵ_R , medido conforme a ISO R 527, de apro-
ximadamente 200 hasta alrededor de 350 %, un módulo de elas-
30 ticidad E, medido conforme a DIN 53.457 Ab.2.3, de aproxima-

1 damente 19.000 hasta alrededor de 22.000 kp/cm², una resis-
tencia a la flexión ϵ_B , medida conforme a ISO R 178, de
aproximadamente 750 hasta alrededor de 1000 kp/cm², una re-
sistencia al choque a_k , medida conforme a DIN 53.453, de
5 aproximadamente 55 hasta alrededor de 65 kpcm/cm², una dure-
za a la penetración de una bola 10'', medida conforme a DIN
53.456 grado C, de aproximadamente 1000 hasta alrededor de
1050 kp/cm², una resistencia al frotamiento, medida conforme
a Taber-Abrazer, de aproximadamente 158 hasta alrededor de
10 129 mm³/r.p.m., una tensión de alargamiento en función del
tiempo $\epsilon_1/1000$ (23°C/95 %), medida conforme a DIN 53.444, de
aproximadamente 50 hasta aproximadamente 60 kp/cm², y un mó-
dulo de fluencia $E_c/1000$ (ϵ 20,0), medido conforme a DIN
53.444, de aproximadamente 13.000 hasta alrededor de 14.000
15 kp/cm². Las propiedades anteriores se refieren a un periodo
de aplicación de 60 segundos.

El nuevo producto conforme al invento, designado a con-
tinuación poli-laurinlactama, si bien se parece en algunas
de sus propiedades a las propiedades correspondientes de la
20 poliamida 12, se distingue principalmente de ésta por el he-
cho de que la poli-laurinlactama no se funde al calentarse,
sino que en el intervalo de unos 217 hasta unos 271° C se
desintegra formando una masa grumosa, sin formar al mismo
tiempo una fase líquida. Una vez que la poli-laurinlactama
25 se ha desintegrado, no puede ya ser regenerada. En contrapo-
sición a esto, la poliamida 12 funde a aproximadamente 260°
C, pudiendo después ser transformada y fundida repetidas ve-
ces. La poli-laurinlactama tiene además, a diferencia de la
conocida poliamida 12, un sonido metálico. La poli-laurin-
30 lactama se diferencia por lo tanto fundamentalmente de la co-

1 conocida poliamida 12. Asimismo se diferencia de las poliamidas
conocidas la poli-laurinlactama, en especial por su alta re-
sistencia al frío hasta -60° C; su extremadamente baja absor-
ción de agua y la alta estabilidad y exactitud dimensional de
5 ello resultante en las piezas moldeadas fabricadas a base de
este producto, y por la fácil transformabilidad, que tiene
lugar mediante colada, pudiendo conseguirse de manera sencilla
y segura piezas moldeadas exentas de poros, con un peso
de hasta varios miles de kg.

10 El invento se refiere asimismo a un procedimiento para
la obtención de poli-lactamas mediante polimerización de al
menos una lactama monómera superior, en especial laurinlac-
tama, para lo cual se funde la lactama monómera y a la masa
fundida se le agrega al menos un catalizador y al menos un
15 activador (iniciador), procedimiento que está caracterizado
por el hecho de que la masa fundida se mezcla por lo pronto
con el catalizador, incorporándose el activador a la mezcla
así obtenida.

20 El concepto "lactamas superiores" se utiliza en la pre-
sente descripción especialmente para lactamas con 12 a 15
átomos de carbono, es decir, para lactamas de los ácidos láu-
rico, n-tridecánico, mirístico y n-pentadecánico.

25 En la polimerización de lactamas es sabido que se funde
la lactama monómera, y que la masa fundida se mezcla con al
menos un catalizador y al menos un activador, discurriendo
seguidamente la reacción de la polimerización. Por la paten-
te suiza n^o 479.654 y la solicitud de patente alemana publi-
cada n^o 2.108.759 es conocido ya también llevar a cabo la po-
limerización mezclando el catalizador con una cantidad par-
30 cial de la lactama fundida, y el activador con la otra canti-

1 dad parcial. Después de entremezcladas las masas fundidas
parciales así obtenidas, tiene lugar la polimerización.

5 El presente invento se basa en la sorprendente compro-
bación de que observando el orden de sucesión conforme al
invento de la adición del catalizador a la masa fundida de
la laurilactama monómera, y la mezcla siguiente del activa-
dor, se obtiene un nuevo polimerizado con propiedades que
son distintas de las propiedades de los polimerizados conoci-
dos y que, en especial, se destacan también ventajosamente
10 de las propiedades de la poliamida 12 conocida.

A continuación se explican con más detalle las propie-
dades de la nueva poli-laurilactama, y se comparan con las
propiedades correspondientes de las poliamidas conocidas.

15 La fig. 1 muestra el comportamiento a elevadas tempera-
turas de la poli-laurilactama, en comparación con la poli-
amida 6.10, la poliamida con el comportamiento óptimo a ele-
vadas temperaturas.

20 La fig. 2 muestra la dependencia del límite de alarga-
miento elástico de la poli-laurilactama con respecto a la
temperatura, conforme a DIN 53.455.

La fig. 3 muestra la resistencia al choque de la poli-
laurilactama en estado seco, conforme a DIN 53.453 (líquido
regulador de la temperatura: Hexano).

25 La fig. 4 muestra el factor dieléctrico de pérdida de
la poli-laurilactama a 100 kHz, en función de la tempera-
tura.

La fig. 5 muestra la rigidez dieléctrica de la poli-
laurilactama en función de la temperatura.

30 Las figs. 6a y 6b muestran la absorción de agua de la
poli-laurilactama al ser almacenada en agua de 20° C.

1 La fig. 7 muestra el volumen específico de la poli-laurinlactama en función de la temperatura.

En la tabla I siguiente se han recopilado las propiedades mecánicas de la poli-laurinlactama, en comparación con las propiedades correspondientes de las poliamidas 6, 6.6, 11 y 12:

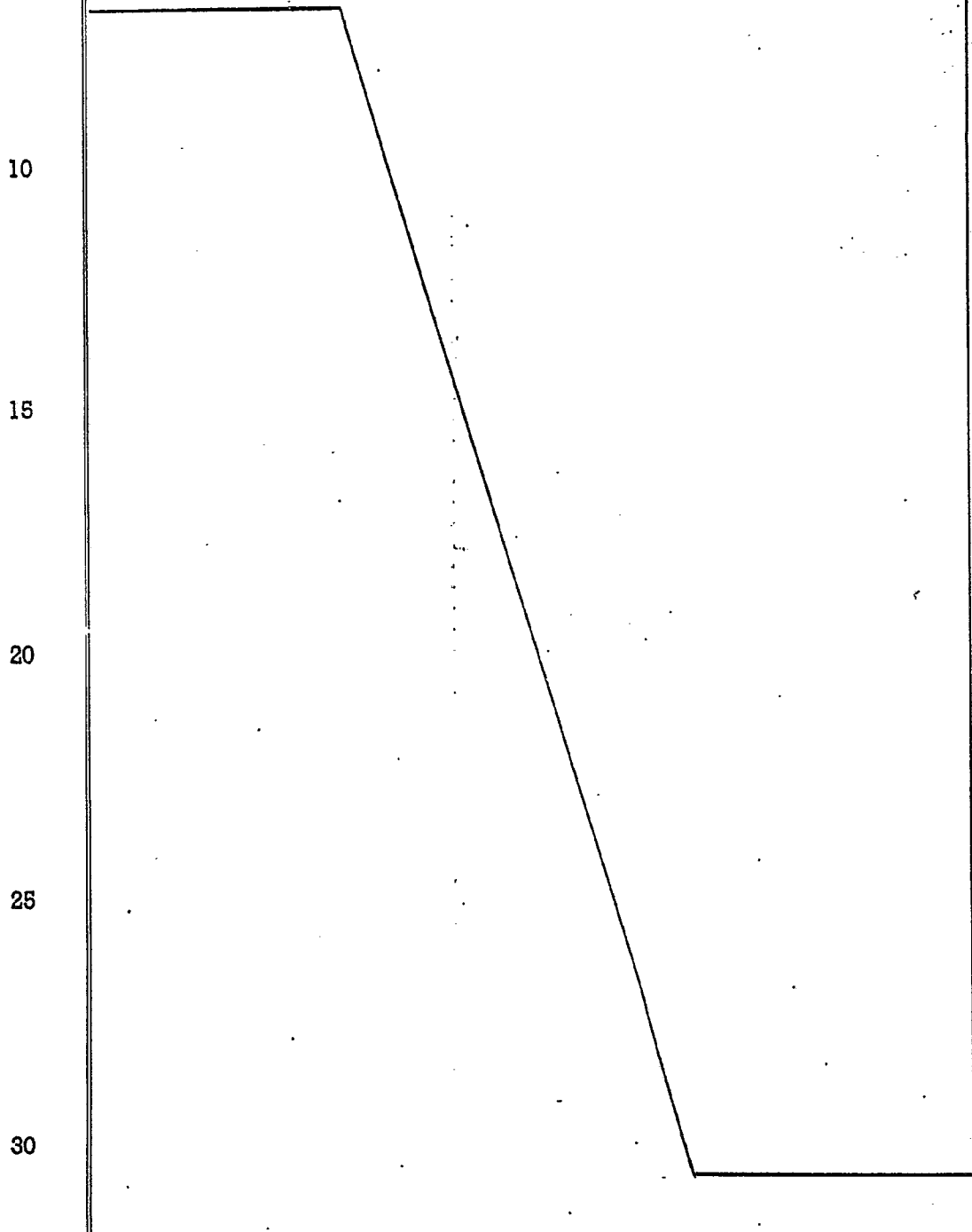


TABLA I

Materiales	Resistencia a la rotura, kp/cm ²	Dilatación de rotura, %	Resistencia a la flexión, kp/cm ²	Resistencia al choque, kpcm/cm ²	Módulo de elasticidad, kp/cm ²	Dureza a la penetración de una bola, kp/cm ²	Densidad bruta, g/c.c.	Tensión de estiramiento, kp/cm ²	Alargamiento en tensión de estiramiento, %
1) Poliamida 6	400-620	70-250	420-950	6-25	14000-25050	720-1280	1,14	640-750	4-4,5
2) Poliamida 6.6	420-620	80-260	450-1000	8-28	14000-25000	750-1200	1,10	500-520	5-6
3) Poliamida 11	450-630	140-360	400-920	45-52	14300-18750	790-900	1,12	490-510	10-18
4) Poliamida 12	500-636	120-325	500-900	45-55	15000-18300	830-980	1,03	480-500	15-20,5
5) Polilaurin-lactama	500-630	200-350	750-1000	55-65	19000-22000	1000-1050	1,02	470-520	17-15

1

5

10

15

20

25

30

1

5

TABLA I

10

15

20

25

30

Materiales	Resisten- cia a la rotura, kp/cm ²	Dilata- ción de rotura, %	Resisten- cia a la flexión, kp/cm ²	Resis- tencia al cho- que, kpcm/cm ²	Módu- elas- dad, kp/c
1) Poliamida 6	400-620	70-250	420-950	6-25	1400
2) Poliamida 6.6	420-620	80-260	450-1000	8-28	1400
3) Poliamida 11	450-630	140-360	400-920	45-52	1430
4) Poliamida 12	500-636	120-325	500-900	45-55	1500
5) Poli- laurin- lactama	500-630	200-350	750-1000	55-65	1900

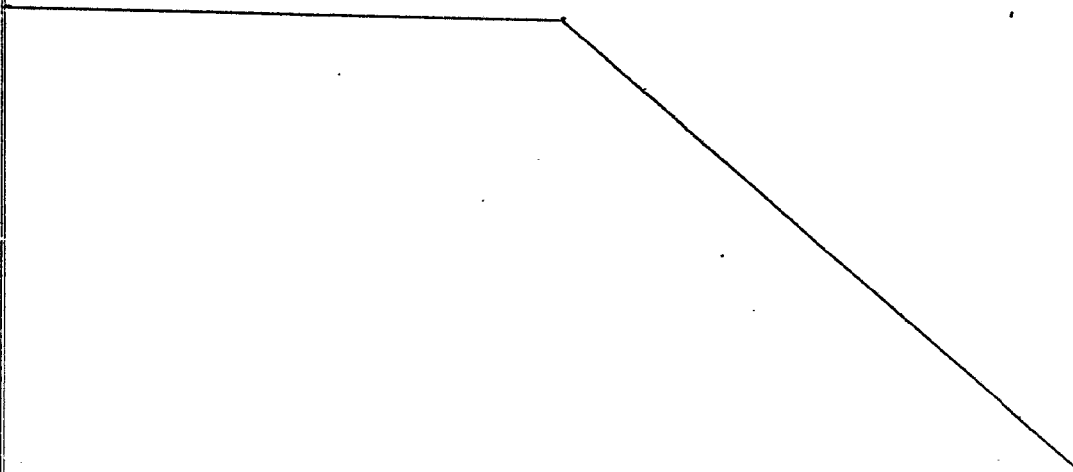


TABLA I

Resistencia a la flexión, kp/cm^2	Resistencia al choque, kpcm/cm^2	Módulo de elasticidad, kp/cm^2	Dureza a la penetración de una bola, kp/cm^2	Densidad bruta, g/c.c.	Tensión de estiramiento, kp/cm^2	Alargamiento en tensión de estiramiento, %
420-950	6-25	14000-25050	720-1280	1,14	640-750	4-4,5
450-1000	8-28	14000-25000	750-1200	1,10	500-520	5-6
400-920	45-52	14300-18350	790-900	1,12	490-510	10-18
500-900	45-55	15000-18300	830-980	1,03	480-500	15-20,5
750-1000	55-65	19000-22000	1000-1050	1,02	470-520	17-15

En la Tabla II se han recopilado las propiedades eléctricas de la poli-laurinlactama:

TABLA II

Propiedad	Método de medición	Dimensión	Valor
Constante dieléctrica ϵ_r a 800 Hz	DIN 53 483 VDE 0303 TI.4		3,6 (1) 4,2 (2) 5,5 (3)
Factor de pérdida dieléctrica $\tan \delta$ a 800 Hz	DIN 53 483 VDE 0303 TI.4		$40 \cdot 10^{-3}$ (1) $90 \cdot 10^{-3}$ (2) $140 \cdot 10^{-3}$ (3)
Rigidez dieléctrica	DIN 53 481 VDE 0303 TI.4	kV/mm	33 (1) 31 (3)
Resistencia específica de paso	DIN 53 482 VDE 0303 TI.3	$\Omega \cdot \text{cm}$	$10 \cdot 10^{15}$ (1) $10 \cdot 10^{13}$ (2) $1 \cdot 10^{13}$ (3)
Resistencia superficial	DIN 53 482 VDE 0303 TI.4	Ω	$30 \cdot 10^{12}$ (1) $6 \cdot 10^{12}$ (2) $0,4 \cdot 10^{12}$ (3)
Resistencia a la corriente superficial de fuga	DIN 53 480 VDE 0303 TI.1 (4)	Escalón	T 5 KA 3 B

- (1) Secado 14 días sobre pentóxido de fósforo
- (2) 14 días de almacenamiento a 65 % de humedad relativa del aire y 20 °C
- (3) 7 días de almacenamiento en agua a 20 °C
- (4) Solución de ensayo A

1

En la Tabla II se han recopilado las propiedades elé

TABLA II

5

Propiedad	Método de medición
Constante dieléctrica ϵ_r a 800 Hz	DIN 53 483 VDE 0303 TI.4
Factor de pérdida dieléctrica $\tan \delta$ a 800 Hz	DIN 53 483 VDE 0303 TI.4
Rigidez dieléctrica	DIN 53 481 VDE 0303 TI.4
Resistencia específica de paso	DIN 53 482 VDE 0303 TI.3
Resistencia superficial	DIN 53 482 VDE 0303 TI.4
Resistencia a la corriente superficial de fuga	DIN 53 480 VDE 0303 TI.1 (4)

10

15

20

25

- (1) Secado 14 días sobre pentóxido de fósforo
- (2) 14 días de almacenamiento a 65 % de humedad relativa
- (3) 7 días de almacenamiento en agua a 20 °C
- (4) Solución de ensayo A

30

han recopilado las propiedades eléctricas de la poli-laurinlactama:

TABLA II

	Método de medición	Dimensión	Valor
ϵ_r	DIN 53 483		3,6 (1)
	VDE 0303 TI.4		4,2 (2)
			5,5 (3)
éctrica	DIN 53 483		$40 \cdot 10^{-3}$ (1)
	VDE 0303 TI.4		$90 \cdot 10^{-3}$ (2)
			$140 \cdot 10^{-3}$ (3)
de paso	DIN 53 481	kV/mm	33 (1)
	VDE 0303 TI.4		31 (3)
	DIN 53 482	$\Omega \cdot \text{cm}$	$10 \cdot 10^{15}$ (1)
l	VDE 0303 TI.3		$10 \cdot 10^{13}$ (2)
			$1 \cdot 10^{13}$ (3)
	DIN 53 482	Ω	$30 \cdot 10^{12}$ (1)
ente	VDE 0303 TI.4		$6 \cdot 10^{12}$ (2)
			$0,4 \cdot 10^{12}$ (3)
	DIN 53 480	Escalón	T 5
	VDE 0303 TI.1 (4)		KA 3 B

bre pentóxido de fósforo

namiento a 65 % de humedad relativa del aire y 20 °C

namiento en agua a 20 °C

o A

En la Tabla III se han recopilado las propiedades térmicas de la poli-laurinlactama:

TABLA III

Propiedad	Método de medición	Dimensión	
Temperatura de destrucción en la atmósfera (al aire)	según receta	°C	217 -271
Temperatura de destrucción en contacto directo con la fuente térmica	VICAT B DIN 53 460	°C	178
Coefficiente de dilatación lineal	a -60 hasta + 30 [°C] a +30 hasta + 100 [°C]	10 ⁴ /°C	0,8 -1,0 1,0 -1,9
Coefficiente de conductividad calorífica		kcal/mhgrd	0,3
Capacidad térmica específica c _p		kcal/kg.grd	0,45
Límites de temperatura de la aplicación	Hasta algunas horas Hasta 4 meses Hasta años	°C °C °C	155 120 -130 100 - 120

En la Tabla IV se han recopilado otras propiedades y respectivamente parámetros de la poli-laurinlactama:

1

En la Tabla III se han recopilado las propiedades

TABLA III

5

Propiedad	Método de medición
Temperatura de destrucción en la atmósfera (al aire)	según receta
Temperatura de destrucción en contacto directo con la fuente térmica	VICAT B DIN 53
Coefficiente de dilatación lineal	a -60 hasta + 30 a +30 hasta + 100
Coefficiente de conductividad calorífica	
Capacidad térmica específica c_p	
Límites de temperatura de la aplicación	Hasta algunas horas Hasta 4 meses Hasta años

10

15

20

25

En la Tabla IV se han recopilado otras propiedades de la poli-laurinlactama:

30

se han recopilado las propiedades térmicas de la poli-laurinlactama:

TABLA III

	Método de medición	Dimensión	
en la	según receta	°C	217 -271
en nte	VICAT B DIN 53 460	°C	178
lineal	a -60 hasta + 30 [°C] a +30 hasta + 100 [°C]	10 ⁴ /°C	0,8 -1,0 1,0 -1,9
ad calorífica		kcal/mhgrd	0,3
ca c _p		kcal/kg.grd	0,45
	Hasta algunas horas	°C	155
	Hasta 4 meses	°C	120 -130
	Hasta años	°C	100 - 120

se han recopilado otras propiedades y respectivamente parámetros
inlactama:

TABLA IV

Propiedad	Método de medición	Dimensión	
Densidad bruta	DIN 53 479	g/cm ³	1,02
Viscosidad en fusión	a 160 °C	cp	1,0
Densidad de la fusión líquido	a 160 °C	g/cm ³	0,875
Absorción de agua a 20°l/60%	DIN 50 014	%	0,3
Variación de largo por contenido de agua		%	despreciable
Peso molecular M ^w			50.000-60.000
Parte cristalina	ampliada 600 veces en luz polarizada	%	70
Viscosidad relativa en solución	DIN 53 727		4,5 - 6,5
Contenido de extracto	"Bundesgesundheitsbl". 1964-Nº 24, pag. 379-380	%	0,2
Contracción después de la colada	Disco de cuarto de círculo (diámetro del círculo) 300 mm, grueso 50 mm	%	después de 50 horas radial 1,39 tangencial 1,36 Diferencia 0,03
			después de 100 horas radial 1,47 a 50° tangencial 1,47 Diferencia 0
			después de 100 horas radial 1,65 a 100° tangencial 1,67 Diferencia 0,02

* El peso molecular M se precisó determinando la viscosidad relativa de una solución de la poli-laurilactama, con relación al disolvente puro.

1

5

10

15

20

25

30

TABLA IV

	Propiedad	Método de medición	Dimensión
1	Densidad bruta	DIN 53 479	g/cm ³
5	Viscosidad en fusión	a 160 °C	cP
	Densidad de la fusión líquido	a 160 °C	g/cm ³
	Absorción de agua a 20°1/60%	DIN 50 014	%
10	Variación de largo por contenido de agua		%
	Peso molecular M [*]		
	Parte cristalina	ampliada 600 veces en luz polarizada	%
15	Viscosidad relativa en solución	DIN 53 727	
	Contenido de extracto	"Bundesgesundheitsbl". 1964-Nº 24, pag. 379-380	%
20	Contracción después de la colada	Disco de cuarto de círculo (diámetro del círculo) 300 mm, grueso 50 mm	%

* El peso molecular M se precisó determinando la viscosidad relativa de una solución de la poli-laurinlactama, con relación al disolvente puro.

25

30

TABLA IV

Método de medición	Dimensión	
DIN 53 479	g/cm ³	1,02
a 160 °C	cP	1,0
a 160 °C	g/cm ³	0,875
DIN 50 014	%	0,3
	%	despreciable
		50.000-60.000
ampliada 600 veces en luz polarizada	%	70
DIN 53 727		4,5 - 6,5.
"Bundesgesundheitsbl". 1964-Nº 24, pag. 379-380	%	0,2
Disco de cuarto de círculo (diámetro del círculo) 300 mm, grueso 50 mm	%	después de 50 horas radial 1,39 tangencial 1,36 Diferencia 0,03
		después de 100 horas radial 1,47 a 50°C tangencial 1,47 Diferencia 0
		después de 100 horas radial 1,65 a 100°C tangencial 1,67 Diferencia 0,02

isó determinando la visco-
ión de la poli-laurinlactama,
puro.

1

En la Tabla V se han recopilado la absorción de agua y la variación de largo por absorción de agua conforme a DIN 50 014 de la poli-laurinlactama, en comparación con los valores correspondientes para las poliamidas 6, 6.6 11 y 12:

5

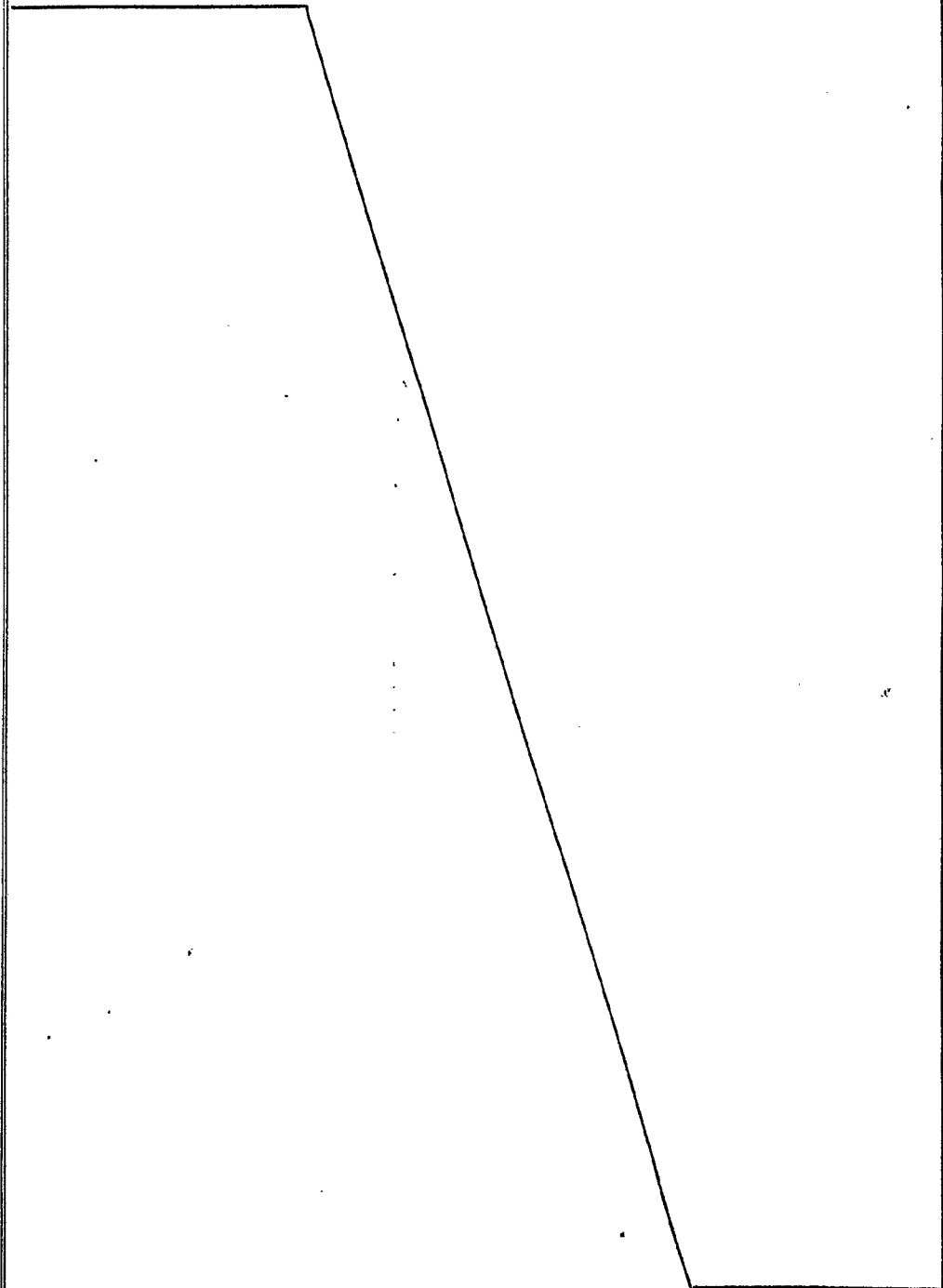
10

15

20

25

30



1

TABLA V

5

Poliamida 6							
Días x 2	4	8	12	16	20	24	28
Absorción de agua							
Variación de largo por absorción de agua							

10

Poliamida 6.6							
Días x 2	4	8	12	16	20	24	28
Absorción de agua							
Variación de largo por absorción de agua							

15

Poliamida 11							
Días x 2	4	8	12	16	20	24	28
Absorción de agua							
Variación de largo por absorción de agua							

20

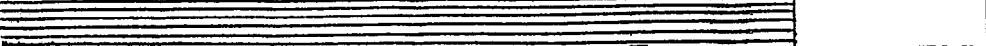

Poliamida 12							
Días x 2	4	8	12	16	20	24	28
Absorción de agua							
Variación de largo por absorción de agua							

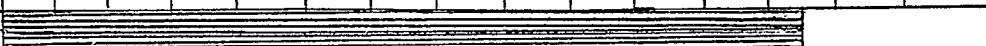
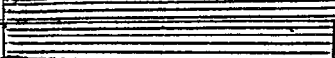
25



Poli-laurinlactama							
Días x 2	4	8	12	16	20	24	28
Absorción de agua							
Variación de largo por absorción de agua							



30


TABLA V

	4	8	12	16	20	24	28	32	36	40	44	48	52	56	60	
															18,0 %	
de agua															8,0 %	

	4	8	12	16	20	24	28	32	36	40	44	48	52	56	60	
															12,0 %	
de agua															5,0 %	

	4	8	12	16	20	24	28	32	36	40	44	48	52	56	60	
															7,0 %	
de agua															3,5 %	

	4	8	12	16	20	24	28	32	36	40	44	48	52	56	60	
															0,5 %	
de agua															0,1 %	

	4	8	12	16	20	24	28	32	36	40	44	48	52	56	60	
															0,3 %	
de agua															0,0 %	

1 En la tabla VI se han recopilado las contracciones transversales y longitudinales de la poli-laurinlactama en comparación con los valores correspondientes para las poli-amidas 6, 6.6, 11 y 12.

5 TABLA VI

	Contracción transversal %	Contracción longitudinal %
10 Poliamida 6	1,6	2,5
Poliamida 6.6	1,3	3,8
Poliamida 11	1,4	3,1
Poliamida 12	1,4	3,0
Poli-laurinlactama	0,9	0,9

15 La poli-laurinlactama es a temperatura de hasta 90° C inerte frente al agua, inclusive aguas salobres y de mar; es resistente a ácidos y bases débiles y ante la mayoría de los disolventes orgánicos usuales; tiene una alta resistencia eléctrica específica y rigidez dieléctrica, una alta resistencia a la abrasión y al desgaste, y un bajo peso específico de 1,02 g/c.c.

20 La parte extraíble en la poli-laurinlactama es pequeña, debido a las pequeñas cantidades de catalizador y activador agregadas; asciende a lo máximo a 0,5 %. La poli-laurinlactama tiene por lo tanto una alta resistencia al envejecimiento.

25 La poli-laurinlactama tiene, tal como se desprende en particular de las tablas y dibujos, propiedades excelentes, que raras veces son peores, y en muchas ocasiones en cambio sustancialmente mejores que las de las poliamidas conocidas.

30 Así, por ejemplo, los valores de la resistencia a la

1 flexión, de la resistencia al choque, del módulo de elasti-
cidad, de la dureza a la penetración de una bola, del alar-
gamiento a tensión de estiramiento, de la variación de largo
por absorción de agua, y de la contracción, son más altos
5 que los de las poliamidas 6, 6.6, 11 y 12.

A continuación se presentan otros resultados de ensa-
yos de material, que asimismo muestran las excelentes pro-
piedades de la poli-laurinlactama, no alcanzadas hasta aho-
ra en su totalidad:

10 a) Los materiales sintéticos orgánicos se consideran
irrompibles en el uso práctico cuando poseen una resistencia
al choque de al menos 5 kpcm/cm²; conforme a esta definición,
la poli-laurinlactama es irrompible hasta -80° C.

15 b) La estabilidad dimensional en función del tiempo
de tubos consistentes en poliamidas 6, 11 y 12, y respecti-
vamente en poli-laurinlactama, introducidos en agua de 90°C,
ha demostrado que la poli-laurinlactama y la poliamida 11
tienen con relación a las poliamidas 6 y 12 una resistencia
al reventamiento aproximadamente 30 % mayor y, siendo esta
20 resistencia la misma, una duración aumentada en varias po-
tencias de diez.

c) Las propiedades eléctricas de la poli-laurinlactama
se ven menoscabadas por la humedad del ambiente en menor
proporción que las propiedades de las poliamidas conocidas.
25 Mientras las poliamidas 6, 6.6 y 6.10 pueden ser utilizadas
tan solo raras veces como aislantes, se pueden emplear la
poli-laurinlactama y las poliamidas 11 y 12 como material
aislante, incluso todavía en humedades altas del ambiente y
tensiones no demasiado altas.

30 d) Las poliamidas son resistentes a líquidos alcali-

1 nos, pero en cambio son atacadas por ácidos, sobre todo a
temperaturas altas. Las poliamidas 6, 6.6 y 6.10 se disuel-
ven en ácido fórmico concentrado, mientras no es este el
caso para la poli-laurinlactama y las poliamidas 11 y 12.

5 Las poliamidas 11 y 12 y la poli-laurinlactama no muestran
tampoco tendencia a volverse frágiles en ácido fórmico con-
centrado. En ácido sulfúrico 1n de 80° C tiene la poli-lau-
rinlactama una duración más de 10 veces mayor que las poli-
amidas 6 y 6.6. Las poliamidas 11 y 12 se comportan a este
10 respecto de manera similar al producto conforme al invento.

e) La resistencia de la poli-laurinlactama a los disol-
ventes polares ha demostrado ser en parte igual, y en parte
sustancialmente mejor que la de las poliamidas conocidas.

f) Piezas de ensayo sometidas a tensión mecánica, a ba-
15 se de las poliamidas 6, 6.6 y 6.10, se rompen en una solu-
ción de cloruro de cinc al 70 % y a 70° C ya al cabo de po-
cas horas o respectivamente minutos, mientras que la pieza
de ensayo hecha de poli-laurinlactama fué ensayada en las
mismas condiciones durante más de 200 horas, sin que se pro-
20 dujeran cuarteamientos por tensiones.

g) La poli-laurinlactama es superior a la colada monóme-
ra de ε-caprolactama en puntos decisivos. Así, por ejemplo,
la poli-laurinlactama absorbe a 60° C a lo sumo unos 0,3 %
en peso de agua, produciéndose tan solo una variación des-
25 preciable de volumen, y no variando tampoco apenas las otras
propiedades. La poli-laurinlactama conserva su ductilidad
hasta aproximadamente 80° C, mientras la colada monómera de
ε-lactama se convierte frágil ya a aproximadamente 0 a -5° C.

El procedimiento conforme al invento se explica a conti-
30 nuación en particular a base del ejemplo de la polimeriza-

1 ción de laurilactama para la obtención de la nueva poli-
laurilactama. Para ello se funde por lo pronto la lauril-
lactama, y a esta fusión se le incorpora el catalizador. Des-
pués, de mezclado concienzudamente, se agrega el activador a
5 la mezcla. La adición del catalizador a la fusión de lauril-
lactama, la incorporación a continuación del activador, y la
polimerización tienen lugar con preferencia a una temperatu-
ra constante. Convenientemente se mantiene la fusión a tem-
peraturas comprendidas entre 150 y 200° C, habiéndose com-
10 probado que a aproximadamente 160° C se obtienen los mejores
resultados.

En el procedimiento de acuerdo con el invento puede te-
ner lugar la adición del activador ya poco después de haber-
se mezclado el catalizador con la fusión de laurilactama.
15 Ahora bien, el activador puede ser agregado también conside-
rablemente más tarde, por ejemplo, unas 48 horas después de
la adición del catalizador, no produciéndose en el interín
ninguna polimerización si la temperatura de la mezcla a base
de fusión de laurilactama y del catalizador se mantiene a
20 una temperatura apropiada y preferentemente constante.

Para la mezcla de la fusión de laurilactama con el ca-
talizador, y respectivamente para la incorporación del acti-
vador, se emplea preferentemente un mezclador que garantice
una mezcla rápida y homogénea.

25 De acuerdo con otra forma de realización preferente del
procedimiento conforme al invento, se incorpora por lo pron-
to el catalizador a una corriente de la fusión de la lactama
monómera, y el activador en un lugar aguas abajo del punto
de adición del catalizador. De este modo se puede poner en
30 práctica el procedimiento conforme al invento de manera con-

1 tinua, en forma sencilla y segura.

La mezcla obtenida después de incorporadas las dos adiciones en el orden de sucesión conforme al invento, es todavía fluida y fácilmente transformable. Puede por lo tanto ser colada sin problemas en moldes para la fabricación de 5 piezas moldeadas, o ser conducida a través de toberas prácticamente sin presión. Los inconvenientes descritos anteriormente en la elaboración de poliamidas viscosas, conocidas, se evitan por consiguiente de manera eficaz.

10 Hay que tener cuidado de que la laurilactama empleada esté totalmente exenta de agua, y que el procedimiento sea puesto en práctica bajo exclusión de aire hasta la colada u otra transformación cualquiera de la masa fundida, puesto que la presencia de oxígeno y de agua impide la obtención de 15 un producto irreprochable. La fusión de la laurilactama y la incorporación del catalizador y del activador se llevan a cabo por lo tanto preferentemente en un recipiente cerrado herméticamente, que se carga con un gas protector, tal como nitrógeno. Como gas protector se puede emplear también 20 dióxido de carbono que -tal como se explicará todavía a continuación- sirve al mismo tiempo como catalizador.

En el procedimiento de acuerdo con el invento se pueden emplear todos los catalizadores conocidos para la obtención de poliamidas. Resultados especialmente buenos han dado el 25 sodio metálico, la amida de sodio, lactamas alcalinas, etanol anhidro y el dióxido de carbono, que por lo tanto son preferidos.

Como activadores (iniciadores) pueden emplearse asimismo los compuestos conocidos para la obtención de poliamidas, por 30 ejemplo, isocianatos como el fenilisocianato, lactamas susti-

1 tuidas, tales, como N-acil-lactamas y N-cianolactamas; ureas
dustituidas y productos de la reacción entre cloruro del áci-
do carbámico y compuestos heterocíclicos, tal como el imida-
zol. Se ha comprobado que con el fenilisocianato se obtienen
5 resultados especialmente buenos, por lo que este compuesto
representa el activador preferido en el procedimiento confor-
me al invento.

El o respectivamente los activadores, así como el o res-
pectivamente los activadores, se agregan a la fusión de lac-
10 tama en cantidades de en total en cada caso de aproximadamen-
te 0,01 a 5 % en peso, y con preferencia de aproximadamente
0,1 a 0,6 % en peso. Cuando como catalizador, se emplea amida
sódica, sodio metálico o etanol anhidro, han dado resultados
especialmente buenos adiciones del catalizador y del activa-
15 dor de en cada caso aproximadamente 0,38 % en peso, con rela-
ción a la fusión de lactama. Si se emplea dióxido de carbono
como catalizador, se satura preferentemente la fusión de lac-
tama con el dióxido de carbono; en tal caso es suficiente una
adición de activador de menos de aproximadamente 0,2 % en pe-
20 so.

El invento se refiere asimismo a la utilización de la
poli-laurinlactama para la fabricación de piezas moldeadas,
en especial por el procedimiento de colada.

Después de agregado el catalizador a la fusión de la
25 laurinlactama monómera y de incorporar a continuación el acti-
vador y de mezclar concienzudamente, comienza la mezcla a so-
lidificarse aproximadamente un minuto después de la incorpo-
ración del activador. La solidificación discurre en forma ho-
mogénea por todo el volumen de la masa fundida. La tonalidad
30 térmica total asciende tan solo a unas 6 kcal/kg, mientras

1 que, por ejemplo, en la solidificación de la colada monóme-
ra de ϵ -caprolactama se produce una tonalidad térmica de
aproximadamente 37 kcal/kg. Esta pequeña tonalidad térmica
mencionada tiene la ventaja de que el endurecimiento del
5 producto está exento de tensiones originadas por una deriva-
ción térmica irregular, tal como se produce frecuentemente
en algunas de las poliamidas conocidas.

Como la masa fundida obtenida conforme al invento es
fluida, no ofreciendo problemas la derivación térmica, se
10 pueden fabricar también piezas moldeadas de dimensiones muy
grandes y con cualesquiera gruesos de pared, lo que no era
posible hasta ahora. A esto se viene a sumar que la fabri-
cación de las piezas moldeadas puede realizarse prácticamen-
te sin la aplicación de presión, dada la fluidez de la masa
15 fundida. Las tensiones propias de las piezas moldeadas pro-
ducidas conforme al invento quedan muy por bajo del límite
crítico, como consecuencia de la pequeña tonalidad térmica
en la solidificación. Debido a la fluidez de la masa fundida
antes de la solidificación, no se producen poros en las pie-
20 zas moldeadas.

Empleando la masa fundida obtenida conforme al invento
se pueden colar de manera sencilla, entre otras, piezas mol-
deadas de geometría complicada, incluso con machos de arena
para entalladuras.

25 La masa fundida obtenida de acuerdo con el invento es
comparable, en cuanto a su moldeabilidad, a los caldos metá-
licos colables. Al ser colada la masa fundida obtenida con-
forme al invento, no hay que precaldear ni tampoco que en-
friar los moldes empleados. Ahora bien, se ha comprobado que
30 con moldes precaldeados, por ejemplo, a 90° C, se obtienen

1 piezas coladas especialmente lisas, con una superficie colo-
reada de manera homogénea. La resistencia mecánica de las
piezas moldeadas, una vez solidificadas, aumenta por lo pron-
to rápidamente, y después más lentamente, alcanzando su valor
5 máximo al cabo de aproximadamente 48 horas. El momento en
que después de efectuada la colada se pueden sacar las pie-
zas moldeadas de los moldes, depende del tamaño, la forma y
el peso de las piezas moldeadas coladas. Piezas ligeras pue-
den ser extraídas de los moldes inmediatamente después de ha-
10 berse solidificado la masa fundida, es decir, aproximadamen-
te 1 minuto después de efectuada la colada; piezas más pesa-
das se dejan en los moldes durante un tiempo correspondiente-
mente más largo.

15 La fluidez de la masa fundida, su alto poder humectante
y fuerte adherencia sobre superficies desengrasadas de otros
materiales, hacen posible asimismo la producción de materia-
les compuestos y de piezas "sandwich". Así, por ejemplo, se
pueden obtener piezas "sandwich" exentas de poros, que con-
tengan telas metálicas de malla fina y tejidos de fibras de
20 vidrio. Asimismo se pueden prever en las piezas moldeadas ar-
maduras metálicas y refuerzos de las clases más diversas, que
se insertan en la poli-laurinlactama al colarse ésta.

25 A base de sus excelentes propiedades, la poli-laurinlac-
tama puede ser empleada en numerosos campos de aplicación en
lugar de metales.

Los ejemplos siguientes servirán para ilustrar el inven-
to.

Ejemplo 1

30 En un recipiente dotado de agitador y cerrado hermetica-
mente, por el que se hace pasar continuamente nitrógeno en

1 calidad de gas protector, se vierten 10 kg de laurilactama.
Agitando, se funde la laurilactama, ajustándose entonces la
temperatura del recipiente a 160° C. A continuación se in-
troducen en el recipiente, agitando, 3,8 g de amida sódica.,
5 El contenido del recipiente se agita durante 5 minutos. Des-
pués se agregan a la mezcla 11,5 g de fenilisocianato, y se-
guidamente se agita vigorosamente durante 1 minuto la mezcla
así obtenida. A continuación se vierte la masa fundida en un
molde, y se deja solidificar. Después de solidificada, la
10 pieza moldeada obtenida se extrae del molde. Al cabo de 48
horas presenta las propiedades indicadas en la descripción
precedente y en los dibujos.

Ejemplo 2

15 Se repite el procedimiento de acuerdo con el ejemplo 1,
con la excepción de que la fusión de laurilactama se satura
con dióxido de carbono, y de que únicamente se emplean 5 g de
fenilisocianato. (En este caso sirve el dióxido de carbono,
tanto como gas protector, como también como catalizador.) La
pieza moldeada obtenida está dotada de las mismas propieda-
20 des que el producto obtenido conforme al ejemplo 1.

Ejemplo 3

25 A una corriente de una fusión de laurilactama mantenida
constantemente a 160° C, se agrega continuamente, bajo exclu-
sión de aire y a velocidad constante, etanol anhidro, en ca-
lidad de catalizador. En un punto situado aguas abajo del
punto de adición del catalizador, se alimenta continuamente
a la mezcla, como activador, fenilisocianato en una cantidad
correspondiente a la cantidad de etanol. Una vez que se ha
efectuado la mezcla, se vierte en moldes el chorro, que se
30 mantiene constantemente bajo exclusión de aire. Las piezas

1 moldeadas obtenidas después de solidificada la mezcla, es-
tán dotadas de las mismas propiedades que el producto obte-
nido de acuerdo con el ejemplo 1.

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

REIVINDICACIONES

10 1.- Un procedimiento para la obtención de poli-lac-
tamas mediante polimerización de al menos una lactama monóme-
ra superior, en especial laurilactama, para lo cual se fun-
de la lactama monómera, y a la masa fundida se le agrega al
menos un catalizador y al menos un activador, caracteriza-
do porque la masa fundida se mezcla por lo pronto con el ca-
talizador, incorporándose el activador a la mezcla así ob-
tenida.

15 2.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación
1, caracterizado porque la masa fundida se mantiene a una
temperatura constante durante la mezcla con el catalizador,
la adición a continuación del activador, y a la polimeriza-
ción siguiente.

20 3.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación
2, caracterizado porque la masa fundida se mantiene a una
temperatura comprendida entre aproximadamente 150 y aproxi-
madamente 200°C, con preferencia de aproximadamente 160°C.

25 4.- Un procedimiento de acuerdo con al menos una de las
reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque el catalizador
y el activador se emplean en cantidades de en cada caso unos
0,01 a unos 5 % en peso y, con preferencia, de unos 0,1 a
unos 0,6% en peso, con relación a la masa de lactama fundi-
da.

30 5.- Un procedimiento de acuerdo con al menos una de

1 las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque, como ca-
talizador, se emplea dióxido de carbono, saturándose con él
la fusión de la lactama monómera.

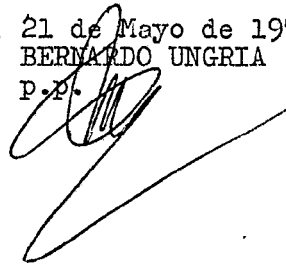
5 6.- Un procedimiento de acuerdo con al menos una de
las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque, como ac-
tivador, se emplea fenilisocianato.

10 7.- Un procedimiento de acuerdo con al menos una de las
reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque, en una corrien-
te de la fusión de la lactama monómera, se incorpora por lo
pronto el catalizador, mientras que el activador se incor-
pora en un punto situado aguas abajo del punto de adición
del catalizador.

15 8.- Se reivindica por último como objeto sobre el que
ha de recaer la Patente de Invención que se solicita: UN
PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCIÓN DE POLI-LACTAMAS.

Todo conforme queda descrito y reivindicado en la pre-
sente Memoria descriptiva que consta de veinticinco páginas
mecanografiadas y dibujos adjuntos.

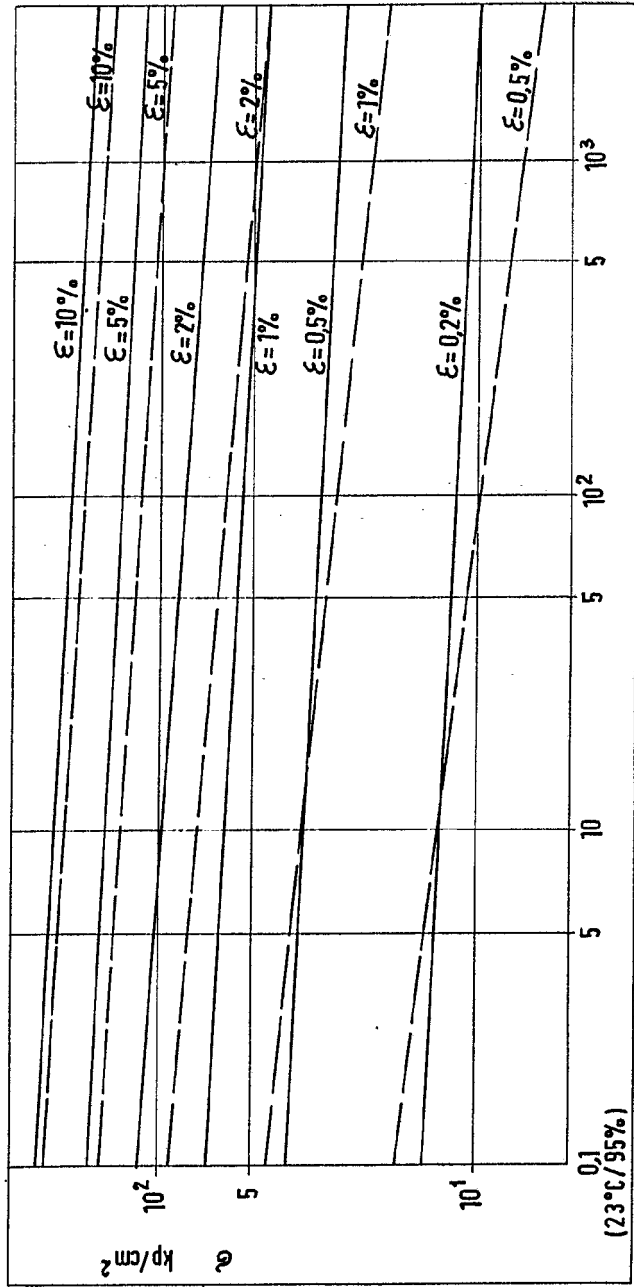
20 Madrid, 21 de Mayo de 1975
BERNARDO UNGRIA
P.P.



25

30

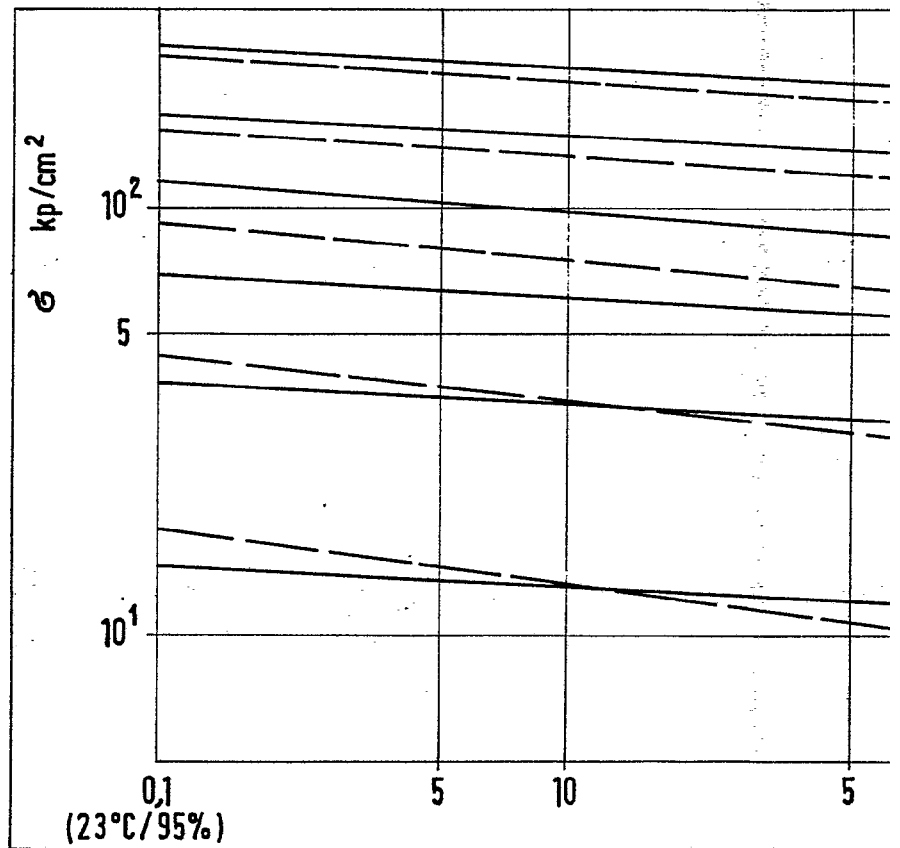
FIG.1



— Poly-Laurinlactam
 - - - Polyamid 6.10

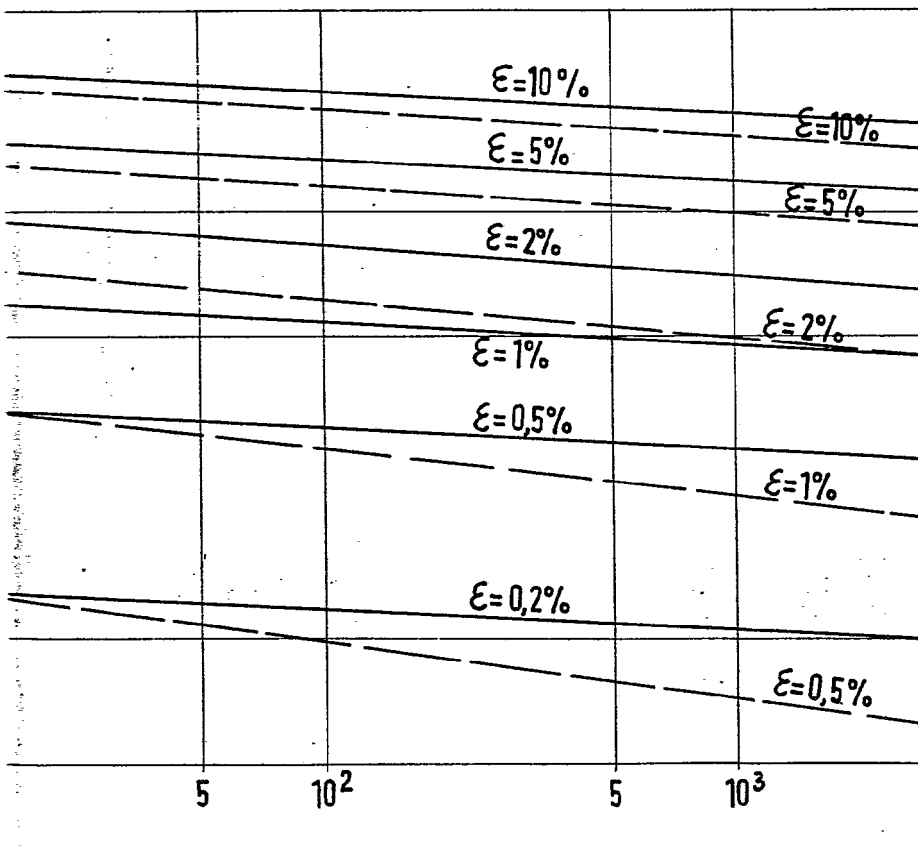
ESCALA VARIABLE
 Madrid, 21 de Mayo de 1975
 BERNARDO UNGHIA
 P.P.

FIG. 1



———— Poly-Laurinlactam
- - - - Polyamid 6.10

IG. 1



ESCALA VARIABLE
Madrid, 21 de Mayo de 1975
BERNARDO UNGELA
p.p.*

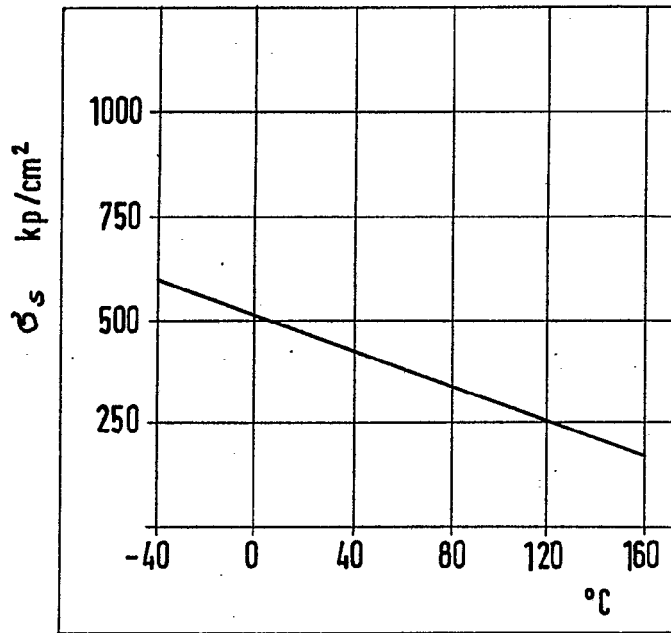


FIG.2

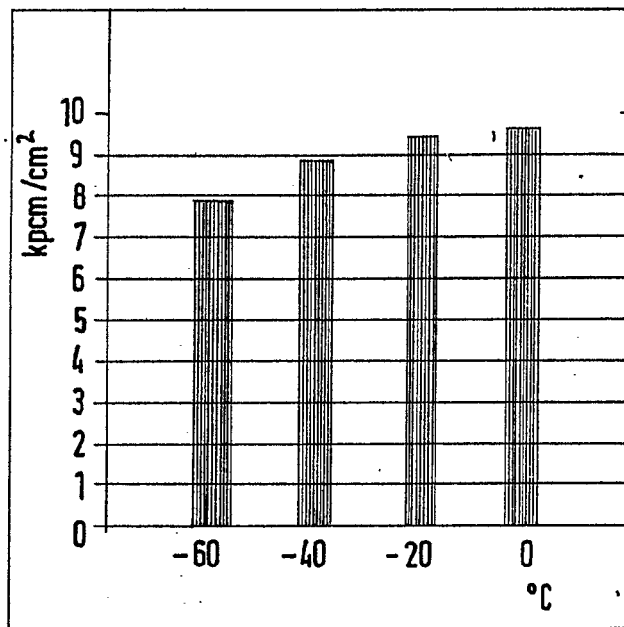
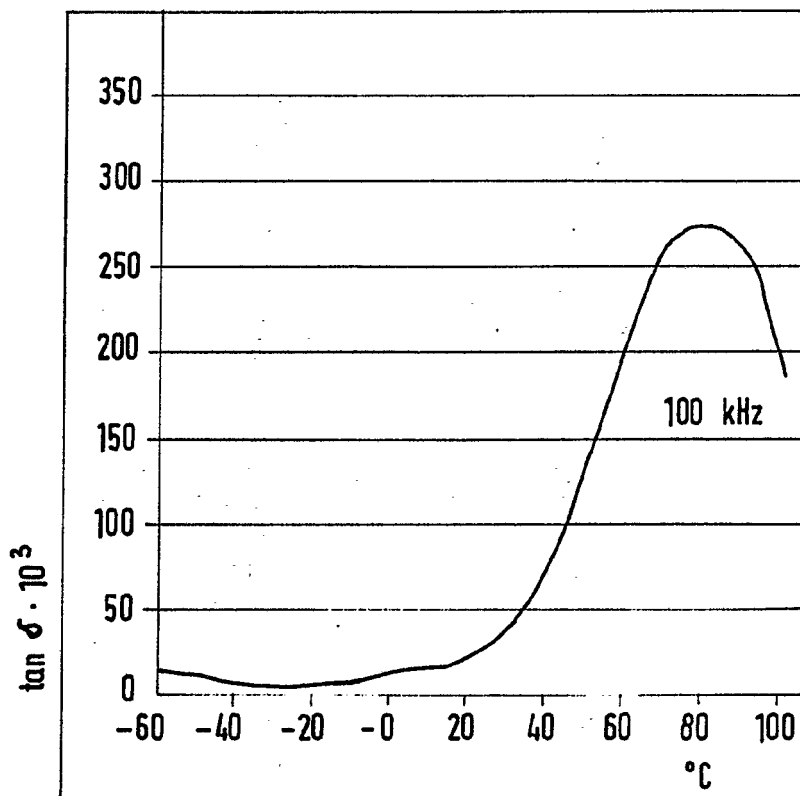


FIG.3

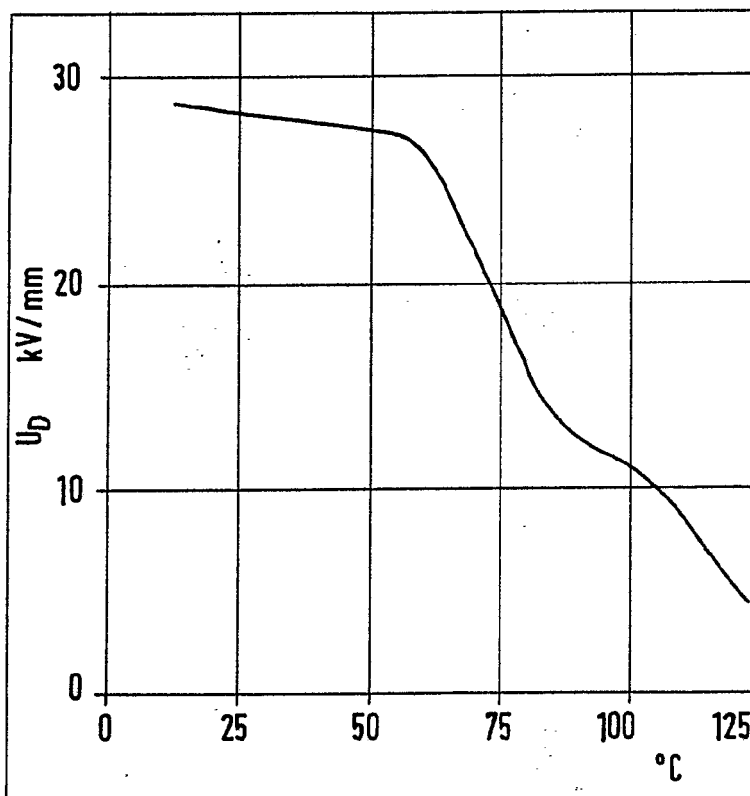
ESCALA VARIABLE
Madrid, 21 de Mayo de 1975
BERNARDO UNGELA
p.p.

FIG.4



ESCALA VARIABLE
Madrid, 21 de Mayo de 1975
BERNARDO UNGRIA
P.P.

FIG. 5



ESCALA VARIABLE
Madrid, 21 de Mayo de 1975
BERNARDO UNGRIA
p.p.

FIG.6a

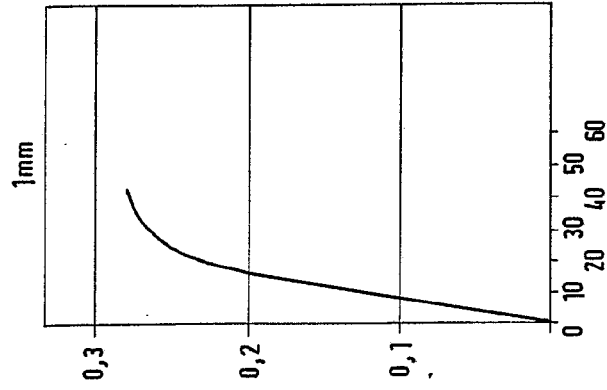
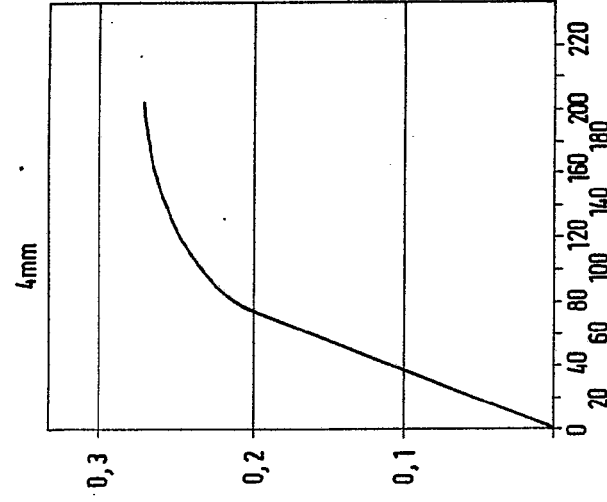


FIG.6 b



ESCALA VARIABLE
Madrid, 21 de Mayo de 1975
BERNARDO UNGUITA
P.P.

FIG.6a

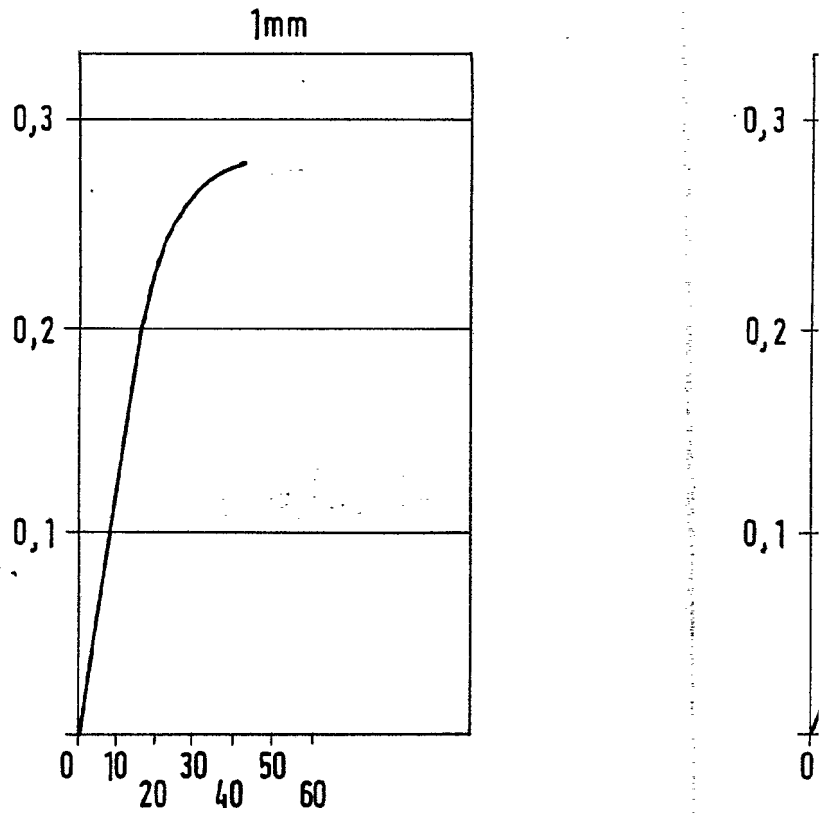
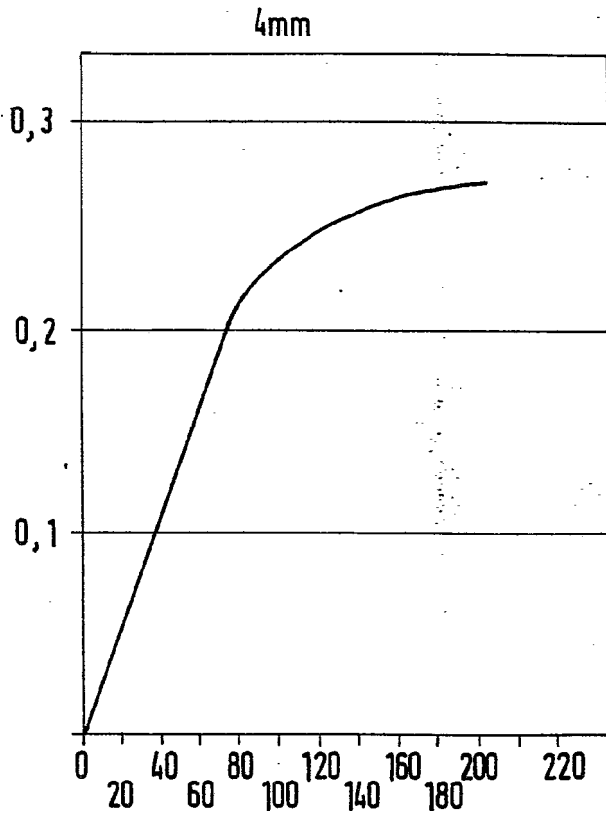
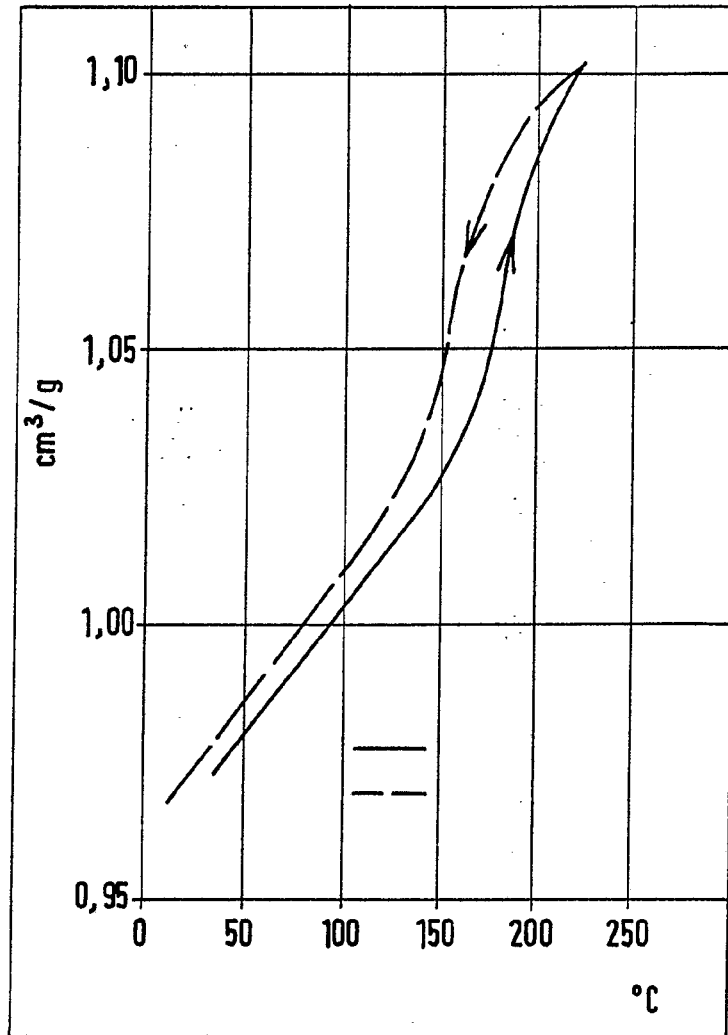


FIG.6 b



ESCALA VARIABLE
Madrid, 21 de Mayo de 1975
BERNARDO UNGRIA
P.P.

FIG. 7



ESCALA VARIABLE
Madrid, 21 de Mayo de 1975
BERNARDO UNGRIA
P.P.