

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 712 982**

51 Int. Cl.:

B29B 7/74 (2006.01)

B29C 67/24 (2006.01)

B29K 77/00 (2006.01)

B29K 105/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **03.12.2013 PCT/ES2013/070838**

87 Fecha y número de publicación internacional: **11.06.2015 WO15082728**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **03.12.2013 E 13828920 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **02.01.2019 EP 3078465**

54 Título: **Dispositivo para polimerizar lactamas en moldes**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
17.05.2019

73 Titular/es:

**FUNDACIÓN TECNALIA RESEARCH &
INNOVATION (100.0%)
Parque Científico y Tecnológico de Bizkaia
C/ Geldo, Edificio 700
48160 Derio (Bizkaia) ES**

72 Inventor/es:

**DE LA CALLE LIZARAZU, AMAIA;
ELIZETXEA EZEIZA, CRISTINA y
GARCÍA ARRIETA, SONIA**

74 Agente/Representante:

VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro

ES 2 712 982 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Dispositivo para polimerizar lactamas en moldes

5 **Campo técnico**

La presente invención se refiere a técnicas usadas en la industria química para polimerizar lactamas y, más particularmente, se refiere a un sistema para polimerizar lactamas en moldes.

10 **Antecedentes de la invención**

La polimerización de lactamas en moldes ha sido usada y estudiada durante décadas. Los últimos esfuerzos para mejorar la técnica de polimerización de lactamas se han centrado en modificar el sistema catalítico (formado por activador e iniciador) para llevar a cabo la polimerización de manera controlada y selectiva. No obstante, el modo en el que se mezclan los ingredientes básicos y se introducen en el molde no se ha modificado y, todavía, es básicamente de la siguiente forma: Se preparan dos premezclas independientes, de las cuales la primera comprende una mezcla del activador y una fracción de la lactama, y la segunda comprende el iniciador y la fracción restante de la lactama. Posteriormente, se combinan ambas premezclas para llevar a cabo la polimerización. Un ejemplo de esta forma de polimerización puede encontrarse en la patente estadounidense US 3.505.448.

La técnica anterior permite producir piezas seriadas de una composición, pero no resulta apropiada para la fabricación continua de piezas no seriadas, por ejemplo, con tamaños y/o geometrías individuales, características o composiciones diferentes.

Basado siempre en este sistema de premezclas de la lactama con el iniciador y de la lactama con el activador, existen diferentes sistemas para dosificar las premezclas. Una posible técnica se basa en usar bombas de engranajes, tal y como se describe, por ejemplo, en la patente estadounidense US 4.404.360-A. En el documento US 4.404.360-A se usan un par de tanques para las premezclas. Una técnica alternativa se basa en usar un par de extrusoras para las premezclas y dosificación de estas, tal y como se describe en la solicitud de patente estadounidense US 2012/0.313.290-A1. El documento US 2012/0.313.290-A1 describe un proceso para la producción de piezas termoplásticas reforzadas con fibra y una máquina de moldeo mediante inyección. La máquina tiene un primer husillo de extrusión para licuar y mezclar un precursor polimérico y un activador, y un segundo husillo de extrusión para licuar y mezclar un precursor polimérico y un catalizador. En una cámara se mezclan los contenidos previamente licuados en los husillos de extrusión, para después ser vertidos en un molde, donde se produce la polimerización.

La solicitud de patente europea EP2.338.665-A1 describe un procedimiento y un dispositivo para polimerizar lactamas en moldes, en el que la lactama, el activador y el iniciador se introducen y dosifican de forma independiente en un cabezal mezclador que suministra a un molde. El procedimiento descrito para polimerizar lactamas puede estar catalizado por un gran grupo de iniciadores y activadores, siendo algunos de ellos sólidos. Algunos iniciadores y activadores se deben fundir y mantener a temperaturas elevadas durante todo el procedimiento. El dispositivo descrito para moldear lactamas es versátil para un gran grupo de iniciadores y activadores. Dicha versatilidad hace que el uso del dispositivo resulte complicado, ya que se requieren medios de calentamiento en todos y cada uno de los elementos de dosificación del circuito a través de los cuales pasa cada uno de esos materiales (iniciadores y activadores). Los tres componentes (lactama, activador e iniciador) del procedimiento de polimerización se dosifican por separado. Esto conduce a dos de las ventajas del procedimiento descrito: (1) se garantiza la estabilidad en el tiempo y (2) se permite una dosificación (en %) diferente de cada componente para cada tipo de piezas fabricadas.

La solicitud de patente internacional WO 2011/006648 A1 divulga un dispositivo para producir moldes de plástico, en el que la lactama se introduce y dosifica desde un extrusor hacia una herramienta de moldeo, de forma independiente del iniciador y/o activador. Una válvula antirretorno hace que la introducción de la lactama en la herramienta de moldeo sea discontinua. Así mismo, no se minimiza el riesgo de que la lactama se esponga a la degradación por calor y humedad, y la mezcla de los tres componentes no se optimiza, pues no se almacena lactama sólida.

No obstante, se ha observado que la fusión y la dosificación del activador y del iniciador a temperaturas elevadas resultan complicadas. Además, se deben añadir ambos materiales a la mezcla en porcentajes muy específicos, lo que complica su correcta dosificación por medio de las bombas con engranaje convencionales. Además, debido a que los iniciadores y los activadores sólidos deben fundirse a temperaturas más elevadas que la temperatura ambiente, y a que su estado fundido presenta viscosidades que dependen de la temperatura, se debe mantener su temperatura de forma constante y precisa durante todo el procedimiento de dosificación.

Los diferentes elementos del dispositivo descritos en el documento EP 2.338.665-A1 se calientan cada uno de manera independiente del resto, por medio de sistemas de calentamiento individuales, ya sean sistemas eléctricos basados en resistencias o ya sea por medio de un fluido de transferencia térmica. No obstante, el calentamiento individual de esos elementos crea un área fría en el elemento de conexión (por medio de válvulas, tuercas o

cualesquiera otros elementos de conexión), entre estos elementos. Por ejemplo, la caprolactama se vuelve sólida a una temperatura por debajo de 70 °C, y estos puntos fríos pueden producir enfriamiento y solidificación posterior del monómero, produciendo de este modo la obstrucción de los sistemas de dosificación.

5 Por otro lado, también la fusión de la lactama en un depósito presurizado a temperaturas superiores a 70 °C conlleva un tiempo extremadamente largo cuando las cantidades de sólido de lactama a fundir son grandes (de más de 1 kg). En un proceso de fabricación en continuo se prefiere fundir la totalidad de la lactama necesaria para la fabricación de la serie de piezas prevista para una jornada laboral, por lo que la cantidad de lactama que debe fundirse suele ser muy superior a 1 kg (entre 1 y 1000 kg), de modo que este tiempo resulta demasiado largo. Además, el tiempo en el
10 que la lactama permanece en estado fundido suele ser de al menos 8 horas, lo que incrementa la posibilidad de absorción de humedad y posible degradación térmica. El consumo eléctrico que supone mantener a una temperatura mayor de 70 °C el depósito de lactama también puede resultar excesivo.

15 En resumen, se necesita un dispositivo que permita solucionar de manera eficaz los problemas mencionados anteriormente de los procedimientos convencionales para polimerizar lactamas en moldes.

Descripción de la invención

20 El objetivo de la presente invención es proporcionar un dispositivo para polimerizar lactamas en moldes, en el que los tres componentes de la reacción de polimerización (lactama, iniciador y activador) se introducen y se dosifican, de manera independiente unos de otros, en un molde a través de una cámara de mezcla situada en la entrada del molde. El iniciador y el activador son líquidos a temperatura ambiente. Además, la lactama necesaria para cada pieza se funde en el instante inmediatamente anterior o justo antes de ser introducida en el molde mediante un husillo plastificador.

25 De acuerdo con la presente invención, se proporciona un dispositivo para polimerizar lactamas en moldes, que comprende: una tolva para almacenar lactama sólida; un medio de introducción de lactama para recibir la lactama sólida desde la tolva, en donde dicho medio de suministro comprende un husillo plastificador para fundir la lactama y, simultáneamente, conducir la lactama fundida de forma dosificada hacia una cámara de mezcla. El dispositivo
30 está caracterizado por que cuando se usa, dicho husillo plastificador funde una fracción de la lactama sólida colocada en la tolva, al final del husillo plastificador, ya sea por medio de un sistema de extrusión o por medio de un sistema de inyección, y dosifica la lactama fundida en la cámara de mezcla de forma continua, comprendiendo además el dispositivo: un primer medio de dosificación, para introducir un iniciador líquido, siendo dicho iniciador líquido y estable a temperatura ambiente; un segundo medio de dosificación, para introducir un activador líquido,
35 siendo dicho activador líquido y estable a temperatura ambiente; en donde dicha cámara de mezcla está configurada para recibir de forma dosificada la lactama, el iniciador y el activador desde, respectivamente, dicho medio de suministro de lactama, dicho primer medio de dosificación y dicho segundo medio de dosificación, presentando dicha cámara de mezcla tres entradas independientes para recibir, de manera independiente, la lactama, el iniciador y el
40 activador, para así permitir que dicha lactama, iniciador y activador fluyan respectivamente hacia el interior de la cámara de mezcla, poniéndose en contacto entre sí por primera vez en el instante inmediatamente anterior a que entre en un molde situado junto a la cámara y dispuesto para que se produzca en él la reacción de polimerización. En otras palabras, la lactama, el iniciador y el activador fluyen al interior de la cámara de mezcla para inmediatamente después acceder al mencionado molde.

45 Preferentemente, el primer medio de dosificación para suministrar al iniciador comprende un impulsor de jeringuilla, unido a la primera entrada de la cámara de mezcla, y el segundo medio de dosificación para introducir el activador comprende un impulsor de jeringuilla unido a la segunda entrada de la cámara de mezcla.

50 Preferentemente, el medio de suministro de lactama comprende medios para controlar la dosificación de lactama que accede a la cámara de mezcla mediante el control del giro del husillo plastificador. El husillo plastificador está preferentemente rodeado de medios de calentamiento.

55 El medio de suministro de lactama puede ser una extrusora configurada para fundir la lactama en el husillo plastificador y conducirla hacia la cámara de mezcla.

Preferentemente, el dispositivo comprende además una boquilla dispuesta entre la cámara de mezcla y el molde, estando la boquilla configurada para recibir la mezcla formada por la lactama, el iniciador y el activador de forma dosificada y para hacer llegar dicha mezcla al molde.

60 En una posible realización, la extrusora está inclinada con respecto a la horizontal un ángulo que varía entre 10 y 35 grados.

65 La cámara de mezcla comprende preferentemente un sistema de bombeo, configurado para bombear la dosis de mezcla de lactama, iniciador y activador de una forma sustancialmente continua. Este sistema de bombeo es preferentemente una bomba de pistón.

En una realización del dispositivo, que comprende una extrusora, la cámara de mezcla está configurada de forma que a su salida, el iniciador y el activador salen por la parte central de la sección de la cámara, mientras que el flujo de lactama sale por la parte del perímetro, de forma que es en la boquilla donde los tres componentes entran en contacto por primera vez.

5 El medio de introducción de lactama también puede ser una inyectora, configurada para fundir la lactama en dicho husillo plastificador, conducirla hacia dicha cámara de mezcla de forma dosificada y mediante el mismo husillo plastificador, utilizado como émbolo, empujar la mezcla de lactama, iniciador y catalizador a través de una boquilla hacia el molde.

10 Las ventajas adicionales y las características de la invención resultarán evidentes a partir de la siguiente descripción y a partir de las reivindicaciones adjuntas.

15 Breve descripción de los dibujos

La Figura 1 es un diagrama esquemático que representa un dispositivo de acuerdo con una primera realización de la presente invención.

La Figura 2 muestra la sección de salida del cabezal mezclador de acuerdo con la primera realización de la presente invención.

20 La Figura 3 es un diagrama esquemático que representa un dispositivo de acuerdo con una segunda realización de la presente invención.

La Figura 4 es un diagrama esquemático que representa un dispositivo de acuerdo con una tercera realización de la presente invención.

25 Descripción de una realización de la invención

El procedimiento para polimerizar lactamas de la presente invención comprende: introducir en un molde, a través de una cámara de mezcla, una lactama, un activador y un iniciador, en donde el activador y el iniciador están en estado líquido a temperatura ambiente. La lactama, el iniciador y el activador se introducen de forma independiente en la

30 cámara de mezcla.
La lactama puede seleccionarse, por ejemplo, de entre el grupo que comprende β -lactama, γ -lactama, δ -lactama, ϵ -lactama y lauro lactama, etc.

35 El iniciador pueden ser isocianatos y sus derivados, así como también acil-lactamas, ureas y carboimidias, con la condición de que sean líquidos a temperatura ambiente.

El activador pueden ser lactamatos de metales alcalinos, tales como sales de sodio o magnesio, hidratos, hidróxidos y aminas de metal u otros compuestos organometálicos, con la condición de que sean líquidos a temperatura

40 ambiente.
El control de las propiedades mecánicas del material moldeado se logra actuando sobre la concentración del sistema catalítico (activador e iniciador), sobre la lactama y/o la combinación de varias lactamas, y sobre las condiciones de procesado y postprocesado.

45 El control de todos los componentes, ya sea eléctrico o neumático, está centralizado en un medio de control, por ejemplo, una cabina eléctrica, en la que se ha instalado un *software* de control específico para controlar este proceso. Este medio de control no se ilustra en las figuras.

50 Un problema solucionado por cualquiera de las implementaciones de la invención está relacionado con la dificultad para fundir y dosificar tanto el iniciador como el activador a temperaturas elevadas. Ambos materiales se deben añadir a la mezcla en porcentajes específicos (por ejemplo, dentro de intervalos de 0,5-2 % en peso con respecto al peso de lactama), lo que hace difícil su correcta dosificación mediante medios de bombeo con engranaje. Además, como ya se ha explicado, los iniciadores y activadores sólidos se deben fundir a temperaturas mayores que la

55 temperatura ambiente. Además, cuando se funden, estos iniciadores y activadores presentan viscosidades que dependen de la temperatura. Como consecuencia de ello, la temperatura de estos materiales debe ser constante y precisa en el curso de todo el procedimiento de dosificación.

De este modo, se usan sistemas catalíticos (iniciadores y activadores) que son líquidos y estables a temperatura ambiente. Esto permite simplificar el procedimiento de polimerización y el moldeo de lactamas y simplificar el dispositivo usado para ello en comparación con el descrito en el estado de la técnica. Esta simplificación implica una reducción importante del número de elementos que forman el dispositivo, principalmente elementos térmicos, así como del número de contenedores y tuberías de dosificación.

60
65 Un segundo problema solucionado por cualquiera de las variantes descritas en la invención está relacionado con la capacidad de fusión de la lactama en el interior de un sistema de dosificación mediante el husillo plastificador. Este

husillo plastificador, ya sea mediante un sistema de extrusión o de inyección, realiza la fusión de una fracción de lactama sólida situada en una tolva en el extremo del husillo y la dosifica de forma continua a la cámara de mezcla. En otras palabras, el husillo plastificador funde la lactama sólida a medida que esta accede al sistema de extrusión o de inyección y la conduce fundida hacia una cámara de mezcla. Ambas cosas, fusión y conducción, se realizan de forma simultánea o sustancialmente simultánea. Esto permite fundir únicamente la cantidad de lactama necesaria para cada pieza en el instante inmediatamente anterior a ser introducida a la cámara de mezcla. Esta fusión se realiza en tiempos muy cortos debido a que es una cantidad relativamente pequeña. Con este procedimiento de fusión/dosificación, la lactama tiene menos riesgo de sufrir degradación térmica o por humedad y el consumo energético del dispositivo es menor que en los métodos de fusión descritos en el estado de la técnica.

Además, el dispositivo reivindicado, basado en elementos más simples, permite una dosificación más exacta de cada componente, gracias al medio de control basado en un *software* que calcula de manera automática los parámetros de funcionamiento del dispositivo (velocidades y tiempos de funcionamiento de los sistemas de dosificación) en función del volumen final de la pieza objeto de fabricación y de los porcentajes de lactama, iniciador y activador que se usan.

Primera realización de la invención

Haciendo referencia a la figura 1, se muestra un diagrama esquemático que muestra un dispositivo para polimerizar lactamas en moldes, de acuerdo con una primera realización de la invención. El sistema 100 comprende una tolva 110 para almacenar la lactama sólida 120 a temperatura ambiente. Preferentemente, la tolva 110 mantiene la lactama bajo una atmósfera seca tal como, por ejemplo, una atmósfera de nitrógeno. Desde la tolva 110 y mediante un medio de suministro, la lactama se dosifica en un molde 170 a través de una cámara de mezcla 160, que se describe con más detalle a continuación.

En la figura 1, el medio de suministro es una extrusora 130. En esta extrusora 130, debido a la acción de empuje generada por la acción giratoria de un husillo plastificador 131, que gira concéntricamente en una cámara interna a temperaturas controladas, la lactama se funde y fluye de forma continua. El husillo plastificador 131 está rodeado de medios de calentamiento 132, tales como resistencias eléctricas. La lactama fundida tiene una temperatura de entre 70 y 155 °C. Preferentemente, su temperatura está comprendida entre 135 y 145 °C, ambos inclusive.

La lactama fundida es forzada a pasar a través de una boquilla, situada en el extremo de la extrusora, como resultado del empuje ejercido por dicho husillo plastificador. La extrusora 130 está controlada por medio de un motor, no ilustrado, que es capaz de regular la velocidad de giro (control de flujo) y detenerse una vez ha dosificado la cantidad de lactama necesaria hacia la cámara de mezcla 160 y que cuando sea suficiente para llenar el molde 170. Gracias a la acción del husillo plastificador 131, la lactama necesaria para cada pieza se funde en el instante anterior a ser introducida en el molde 170.

La lactama fundida penetra en la cámara de mezcla 160 al mismo tiempo que el iniciador y el activador, que se colocan en dos dispositivos de dosificación independientes 140 y 150. El iniciador y el activador penetran en la cámara de mezcla 160 a través de dos tuberías independientes, que pasan a través de la cámara 160 hasta que se alcanza el exterior, donde se encuentra colocada una boquilla 161. Los tres materiales (lactama, iniciador y activador) fluyen a lo largo de tuberías independientes en el interior de la cámara de mezcla 160 hasta que alcanzan la salida de la cámara. Es en la entrada de la boquilla 161 donde los tres componentes (lactama, iniciador y activador) entran en contacto por primera vez, mezclándose los tres componentes cuando pasan a través de ella y saliendo fuera para depositarse en un molde 170. Es decir, los tres componentes que conforman la mezcla no entran en contacto entre sí hasta instantes antes de acceder al molde. Concretamente, la lactama, el iniciador y el activador entran en contacto entre sí por primera vez al abandonar la cámara 160 y acceder a la boquilla 161 que permite el paso para alcanzar el molde 170. Esto implica que los tres componentes están mezclados en el interior del dispositivo (concretamente, en la boquilla 161 que da acceso al molde 170) solamente durante el tiempo que tarda la mezcla en atravesarlo, sin detenerse, en función del caudal que se haya definido.

Por otra parte, el iniciador y el activador se colocan en los respectivos dispositivos de dosificación 140 y 150, que son independientes uno de otro y capaces de dosificarlos a temperatura ambiente. En una realización preferida, estos dispositivos de dosificación 140 150 son bombas de pistón (émbolo), tales como impulsores de jeringuilla ubicados cerca de la cámara de mezcla 160, como se muestra en la figura 1. Estos dispositivos de dosificación 140 150 se detallan después de la tercera realización de la invención, ya que las tres implementaciones son muy similares.

La cámara de mezcla 160 es tri-componente, es decir, tiene tres entradas independientes y una sola salida. Preferentemente, la cámara de mezcla 160 se atempera por medio de resistencias planas con el fin de evitar la solidificación de la lactama y de mantener la temperatura de la mezcla (temperatura de colado) bajo control.

La proporción de activador y de iniciador que accede a la cámara de mezcla 160 se controla fijando los caudales de los medios de dosificación de émbolo respectivos 140 150. La proporción de lactama que accede a la cámara de mezcla 160 se controla fijando el caudal o flujo (velocidad de giro) del husillo plastificador 131. De esta forma, la

relación entre los tres caudales coincide con la relación de mezcla requerida para la correcta polimerización.

Preferentemente, la cámara de mezcla 160 está hecha de acero inoxidable. También preferentemente, tanto la lactama como el sistema catalítico (activador e iniciador) se introducen por la parte superior, en paralelo al eje longitudinal del cabezal. Las tuberías que se encuentran en contacto únicamente con el activador e iniciador pasan a través de dos orificios en la parte superior. Esto se ilustra esquemáticamente en la figura 2.

Se pretende que la cámara tri-componente conduzca los flujos de los tres materiales, lactama, activador e iniciador hasta la boquilla sin que entren en contacto entre sí. El objetivo es que el sistema catalítico (iniciador y activador) atraviese la cámara por la parte central de la cámara de mezcla, mientras que el flujo de lactama se distribuya por la parte de perímetro, como se muestra en la figura 2 (lactama 162, iniciador 163 y activador 164). Los materiales entran en contacto unos con otros únicamente cuando se encuentran fuera de la presente pieza y comienzan a penetrar en la boquilla.

Los tres componentes (lactama, iniciador y activador) se mezclan dentro de la boquilla 161, que se encuentra ubicada en la salida de la cámara de mezcla 160. La boquilla 161 facilita el acceso del flujo en el molde 170 que se ha calentado previamente (a aproximadamente 165-180 °C), en donde se produce la reacción de polimerización. El procedimiento de moldeo se lleva a cabo a baja presión (de 0 a 3 bares) de acuerdo con el volumen, geometría de la pieza a obtener y del tiempo de llenado esperado; la temperatura precisa del molde depende de la velocidad de reacción esperada y del porcentaje de activador e iniciador usados.

Segunda realización de la invención

Haciendo referencia a la figura 3, se muestra un diagrama esquemático que representa un dispositivo para polimerizar lactamas en moldes, de acuerdo con una segunda realización de la invención. El sistema 300 comprende una tolva de lactama 310 para almacenar la lactama sólida 320 a temperatura ambiente. Preferentemente, la tolva 310 mantiene la lactama bajo una atmósfera seca, tal como, por ejemplo, una atmósfera de nitrógeno. Desde la tolva 310 y a través de un medio de suministro, la lactama se dosifica en un molde 370 a través de una cámara de mezcla 360, tal y como se describe a continuación.

La lactama se lleva hacia la cámara 360 a través de un medio de suministro. De hecho, la cámara 360 se sitúa en el extremo del medio de suministro. En la figura 3, el medio de suministro es una inyectora 330. Como en la primera realización, la lactama sólida 320 se introduce desde la tolva 310 hacia el extremo opuesto de la inyectora 330. En esta, debido a la acción de empuje generada por la acción giratoria de un husillo plastificador 331, que gira concéntricamente en una cámara interna a temperaturas controladas, la lactama se funde y fluye de forma continua. El husillo plastificador 331 está rodeado de medios de calentamiento 332, tales como resistencias. La lactama fundida tiene una temperatura de entre 70 y 155 °C. Preferentemente, su temperatura está comprendida entre los 135 y 145 °C, ambos inclusive. A diferencia de la extrusora 130 de la realización anterior, la inyectora 330 comprende en el extremo del husillo 331 un sistema de inyección, que mediante un émbolo (formado por el propio husillo 331) que ejerce un movimiento de presión y que introduce la lactama en el molde, una vez mezclada con el iniciador y el catalizador. Es decir, por cada golpe de presión del husillo/émbolo 331, una cantidad concreta de mezcla de lactama y sistema catalítico accede al molde 370 a través de la boquilla 361 situada a la salida de la cámara 360 de la inyectora. Al mismo tiempo que la lactama fundida accede a la cámara 360, acceden también los otros dos componentes, es decir, iniciador y activador, a través de los dispositivos de dosificación 340 350, que son similares a los de la primera realización. Gracias a la acción del husillo plastificador 331, la lactama necesaria para cada pieza se funde en el instante anterior a ser introducida en el molde 370 a través de la boquilla 361.

Como en la primera realización, se pretende que los flujos de los tres materiales, lactama, activador e iniciador, se mantengan de forma separada e independiente hasta el instante inmediatamente anterior a que entren en el molde 370. En esta segunda realización, los tres componentes entran en contacto únicamente en la cámara 360, desde donde son inyectados al molde 370 debido a la presión ejercida por el husillo o émbolo 331. Es decir, los tres componentes que conforman la mezcla no entran en contacto entre sí hasta instantes antes de acceder al molde. Concretamente, la lactama, el iniciador y el activador entran en contacto entre sí por primera vez en la cámara 360, que está separada del molde 370 solo por la boquilla 361. Esto implica que los tres componentes se mezclan en el interior del dispositivo solamente durante el tiempo que tarda la mezcla en atravesarlo, sin detenerse, en función del caudal que se haya definido.

La lactama fundida penetra en la cámara 360 al mismo tiempo que el iniciador y el activador, que acceden a la cámara 360 a través de dos dispositivos de dosificación independientes 340 350 (preferentemente, la dosificación se lleva a cabo por medio de un pistón a temperatura ambiente). La cámara 360 descarga su contenido, a través de la boquilla 361, en el molde 370. La cámara 360 se encuentra atemperada por medio del mismo sistema de resistencias 332 que calienta el husillo 331, con el fin de evitar la solidificación de la lactama y de mantener la temperatura de la mezcla (temperatura de colada) bajo control.

La proporción de activador y de iniciador que accede a la cámara 360 se controla fijando los caudales de los medios de dosificación de émbolo respectivos 340, 350. De la misma forma que en la primera realización, la proporción de lactama que accede a la cámara de mezcla 360 se controla fijando el caudal o flujo (velocidad de giro) del husillo

plastificador. De esta forma, la relación entre los tres caudales coincide con la relación de mezcla requerida para la correcta polimerización.

5 Por otra parte, el iniciador y el activador se colocan en los respectivos dispositivos de dosificación 340, 350, que son independientes uno de otro. En una realización preferida, estos dispositivos de dosificación 340 350 son bombas de pistón (émbolo), tales como impulsores de jeringuilla ubicados cerca de la cámara 360, como se muestra en la figura 3. Estos dispositivos de dosificación 340 350 se detallan después de la tercera realización de la invención, ya que dichas tres implementaciones son similares entre sí.

10 El molde 370 se precalienta (a aproximadamente 165-180 °C), y en él se produce la reacción de polimerización. El procedimiento de moldeo se lleva a cabo a baja presión (de 0 a 3 bares) de acuerdo con el volumen, geometría de la pieza a obtener y tiempo de llenado esperado; la temperatura precisa del molde depende de la velocidad de reacción esperada y del porcentaje de activador e iniciador usados.

15 Tercera realización de la invención

Haciendo referencia a la figura 4, se muestra un diagrama esquemático que representa un dispositivo para polimerizar lactamas en moldes, de acuerdo con una tercera realización de la invención. El sistema 400 comprende una tolva de lactama 410 para almacenar la lactama sólida 420 a temperatura ambiente. Preferentemente, la tolva 20 410 mantiene la lactama bajo una atmósfera seca, tal como, por ejemplo, una atmósfera de nitrógeno. Desde la tolva 410, a través de un medio de suministro, la lactama se dosifica en un molde 470 a través de una cámara 460, que se describe con más detalle a continuación.

La lactama se lleva hacia la cámara 460 a través de un medio de suministro. En la figura 4, el medio de suministro 25 es una extrusora 430. La lactama 420 se introduce desde la tolva 410 hacia el extremo de la extrusora 430. En la extrusora, debido a la acción de empuje generada por la acción giratoria de un husillo plastificador 431, que gira concéntricamente en una cámara interna a temperaturas controladas, la lactama se funde y fluye de forma continua. El husillo plastificador 431 está rodeado de medios de calentamiento 432, tales como resistencias eléctricas. La 30 lactama fundida tiene una temperatura comprendida entre los 70 y 155 °C. Preferentemente, su temperatura es de entre 135 y 145 °C, ambas inclusive. La lactama fundida es forzada a pasar a través de una boquilla por medio del empuje ejercido por dicho husillo plastificador. La extrusora 430 está preferentemente inclinada, con respecto a la horizontal, a un ángulo α . En una realización preferente, este ángulo α varía entre 10 y 35 grados. La inclinación favorece, frente a la posición totalmente horizontal, que la lactama fundida no retroceda hacia la parte trasera de la 35 extrusora al moverse en el husillo plastificador 431.

La lactama fundida penetra en la cámara de mezcla 460 de forma continua. Simultáneamente, a la cámara 460 acceden el iniciador y el activador, que se colocan en dos dispositivos de dosificación independientes 440, 450 40 (preferentemente dosificados por medio de un pistón a temperatura ambiente). El iniciador y el activador penetran en la cámara de mezcla 460 a través de dos tuberías independientes. Gracias a la acción del husillo plastificador 431, la lactama necesaria para cada pieza se funde en el instante anterior a ser introducida en el molde 470 a través de la boquilla 461.

Por otra parte, el iniciador y el activador se colocan en sus respectivos dispositivos de dosificación 440, 450, que son 45 independientes el uno del otro. En una realización preferida, estos dispositivos de dosificación 440, 450 son bombas de pistón (émbolos), tales como impulsores de jeringuilla ubicados cerca de la cámara de mezcla 460, como se muestra en la figura 4. Estos dispositivos de dosificación 440, 450 se detallan después de la tercera realización de la invención, ya que son similares entre sí en dichas tres implementaciones.

La cámara de mezcla 460 está complementada con un sistema de bombeo 462. En una realización particular, el 50 sistema de bombeo es una bomba de pistón 462. Preferentemente, el sistema de bombeo también comprende un motor. La dosificación de la bomba 462 está controlada por medio del motor.

Así, una vez introducida una pequeña porción (por ejemplo, varios miligramos,) de los tres materiales en la cámara 55 de mezcla 460, la bomba 462 ejerce un empuje o golpe de presión hacia la boquilla 461, situada en conexión con el molde 470. A modo de ejemplo, la bomba 462 produce varios empujes por segundo. De esta forma, el bombeo y, por tanto, la introducción pensada de la mezcla en el molde es cuasi continua o sustancialmente continua. La capacidad de la cámara de mezcla 460, junto con el número de empujes que la bomba 462 ejerza y junto con la 60 velocidad a la que la bomba 462 ejerza esos empujes (empujes/segundo o vueltas/segundo) definen tanto el caudal de entrada de la mezcla de lactama, iniciador y activador, como la cantidad de mezcla necesaria para llenar el molde 470.

De esta manera, los tres materiales (lactama, iniciador y catalizador) entran en contacto por primera vez, de la 65 misma forma que ocurre en las realizaciones 1 y 2, en el instante inmediatamente anterior a ser introducidas en el molde. Además, la introducción desde la cámara 460 hacia el molde 470 es sustancialmente continua debido a la acción de dosificación de la bomba 462. Es decir, los tres componentes que conforman la mezcla no entran en contacto entre sí hasta instantes antes de acceder al molde. Concretamente, la lactama, el iniciador y el activador

entran en contacto entre sí por primera vez en la cámara 460 que está separada del molde 470 solo por la boquilla 461. Esto implica que los tres componentes se mezclan en el interior del dispositivo solamente durante el tiempo que tarda la mezcla en atravesarlo, sin detenerse, en función del caudal que se haya definido.

5 En una realización particular, la cámara de mezcla 460 puede estar atemperada mediante, por ejemplo, resistencias eléctricas, con el fin de evitar la solidificación de la lactama y de mantener la temperatura de la mezcla (temperatura de colada) bajo control.

La proporción de activador y de iniciador que accede a la cámara de mezcla 460 se controla fijando los caudales de los medios de dosificación de émbolo respectivos 440, 450. La proporción de lactama que accede a la cámara de
10 mezcla 460 se controla, igual que en las realizaciones anteriores, fijando el caudal o flujo (velocidad de giro) del husillo plastificador. De esta forma, la relación entre los tres caudales coincide con la relación de mezcla requerida para la correcta polimerización.

La mezcla que sale de la cámara 460 atraviesa la boquilla 461 y se va depositando de forma continua en el molde
15 470 precalentado (a aproximadamente 165-180 °C), en donde se produce la reacción de polimerización. El procedimiento de moldeo se lleva a cabo a baja presión (de 0 a 3 bares) de acuerdo con el volumen, geometría de la pieza a obtener y tiempo de llenado esperado; la temperatura precisa del molde depende de la velocidad de reacción esperada y del porcentaje de activador e iniciador usados.

20 A continuación, se detallan los dispositivos de dosificación 140, 150, 340, 350, 440, 450, que son similares en las tres realizaciones de la invención: Los impulsores de jeringuilla están formados por un motor que hace rotar un eje en cuya parte final se encuentra fijado el émbolo (pistón) de la jeringuilla. En cada realización, se usan dos impulsores de jeringuilla, uno por componente (iniciador y activador). Los dispositivos de dosificación 140, 150, 340,
25 350, 440, 450 se encuentran a temperatura ambiente. Por medio del control del avance del pistón, se controlan el caudal y el volumen de las dosificaciones. Con el fin de unir las jeringuillas a las cámaras 160, 360 o 460 (según la realización), se usan mangueras flexibles, por ejemplo, fabricadas con silicona. Aparte de permitir el control preciso de la dosificación, los impulsores de jeringuilla se recomiendan debido a que las partes de estos dosificadores, que entran en contacto con el activador o el iniciador (por ejemplo, jeringuillas de plástico y mangueras de silicona) son desechables. Esto soluciona el problema de la limpieza de los mismos. De este modo, el control de la dosificación es
30 independiente y resulta posible modificar fácilmente la proporción entre estos componentes.

Los materiales usados en los elementos de dosificación del sistema catalítico (activador e iniciador) son preferentemente desechables, ya que el sistema catalítico necesita condiciones óptimas de limpieza y la limpieza de esos elementos resulta complicada.
35

El control de dosificación exacto se logra por medio de un eje unido a un motor con un dispositivo de medición. Por tanto, se regula el caudal por medio de la velocidad de giro del motor y se regula el volumen de dosificación por medio del dispositivo de medición basado en el número de vueltas.

40 A continuación, se describe un procedimiento para moldear poliamida 6 a escala industrial usando el dispositivo de la tercera realización de la invención:

a) Preparación de los materiales: se debe garantizar que el porcentaje de humedad de los componentes de reacción es menor que 0,04 %.

45 b) Se calientan los moldes a la temperatura de moldeo.

c) Encendido del equipo: se enciende la máquina con el interruptor principal y se programan las temperaturas de las zonas a calentar. Estas áreas son: la zona de resistencias de la extrusora y la zona de calentamiento de la cámara de mezcla.

50 d) Se introduce la caprolactama en la tolva. La cantidad que deben introducirse es una función de la capacidad de la tolva. Debido a que el material de mantiene en estado sólido y protegido de la humedad dentro de la tolva, no hay posibilidad de degradación y se puede usar esta tolva para almacenar la lactama.

e) Programación de las velocidades de giro de la extrusora y calibración para verificar el flujo de lactama obtenido.

55 f) Carga del sistema catalítico: de acuerdo con la proporción de mezcla que se quiera utilizar, se cargan las jeringuillas y se conectan a las correspondientes tuberías de silicona. Finalmente, se colocan en el correspondiente impulsor de jeringuilla introduciendo las tuberías en la cámara de mezcla.

g) Verificación de la calibración del sistema catalítico: para hacer esto, se programa de manera independiente un caudal en cada impulsor y se recoge la cantidad, que se pesará en un recipiente con tara calculada.

60 h) Cebado de los impulsores: se lleva a cabo un cebado de los impulsores de manera que el activador y el iniciador llenen completamente la tubería de silicona.

i) Inyección del material en el interior del molde: se programa el peso de la pieza a obtener y el porcentaje de sistema catalítico. El *software* calcula de manera automática los parámetros de la bomba de pistón en función de estos dos factores (peso de pieza y porcentaje de sistema catalítico). Se conecta la boquilla al molde y se comienza la inyección. Tras llenar el molde, la boquilla se desconecta y se dejan reaccionar.

65 j) Limpieza de boquilla: inmediatamente después de desconectar el molde, se limpia la boquilla para retirar todas las trazas de caprolactama/iniciador/activador.

k) Desmoldado de la pieza: una vez que se solidifica el material, se lleva a cabo el enfriamiento de la pieza, después de lo cual se desmolda.

l) Repetición de inyecciones: si se van a llevar a cabo varias inyecciones consecutivas cuando haya concluido la etapa j), se puede volver a la etapa h) y llevar a cabo inyecciones en el interior de diferentes moldes. Estas coladas pueden presentar un peso diferente y porcentaje de sistema catalítico diferente modificando únicamente la proporción de mezcla y el peso de la parte en el programa de *software*.

Ejemplos de funcionamiento del dispositivo de la figura 4

10 **Ejemplo 1**

Si se pretende moldear una pieza de poliamida 6 de 1,03 kg en 10 segundos (tiempo de llenado del molde) en la que la relación de mezcla es: 100 partes de lactama (en particular, caprolactama), 2 partes de iniciador y 1 parte de activador, el procedimiento se describe a continuación.

15 Se parte de una tolva 410 que contiene caprolactama suficiente y se llenan los impulsores de jeringuilla 440, 450 respectivamente con el iniciador y el activador. Se programan las resistencias 432 a 145 °C y la resistencia de la cámara 460 se programa a 115 °C.

20 Se activan los tres sistemas de dosificación (caprolactama, iniciador y activador). La extrusora 430 dosifica y funde la caprolactama simultáneamente desde la tolva 410 a través del husillo plastificador 461, y la lleva hasta la cámara de mezcla 460 con un flujo constante y continuo de 100 g/s durante 10 segundos.

25 Al mismo tiempo/en paralelo, los impulsores de jeringuilla 440, 450 dosifican el activador y el iniciador a través de las tuberías de silicona hasta la cámara de mezcla 460, con un caudal constante y continuo de 2 g/s de iniciador y 1 g/s de activador.

30 Los tres flujos de caprolactama, iniciador y activador se encuentran en contacto unos con otros por primera vez al entrar en la pequeña cavidad de mezcla 460. Para obtener una mezcla homogénea y que se mantiene constante, la bomba de pistón 462 empuja la mezcla a través de la boquilla 461 a una velocidad de 20 empujes/s. La boquilla 461 se encuentra conectada al molde 470 calentado a 170 °C, que se llena de forma continua y en los mismos 10 segundos durante los cuales tiene lugar la dosificación de los tres componentes. Una vez dosificados los 1,03 kg de mezcla en los 10 s programados, los medios de dosificación (extrusora 430 y dosificadores de jeringuillas 440, 450) se detienen. Cuando ya ha tenido lugar la reacción dentro del molde, la mezcla se vuelve sólida y la pieza de poliamida 6 se extrae del molde.

Ejemplo 2

40 Una vez que ha concluido el procedimiento descrito en el ejemplo 1, y sin necesidad de apagar la máquina, limpiarla o introducir materia prima nueva (caprolactama, iniciador o activador), se fabrica una segunda pieza de poliamida 6, que tiene un peso de 205 g, en 4 segundos (tiempo de llenado del molde) en donde la proporción de mezcla es: 100 partes de caprolactama, 1,5 partes de iniciador y 1 parte de activador.

45 Se activan los tres sistemas de dosificación (caprolactama, iniciador y activador). La extrusora 430 dosifica y funde la caprolactama simultáneamente desde la tolva 410 y a través del husillo plastificador 461, y la lleva hasta la cámara de mezcla 460 con un caudal constante y continuo de 50 g/s durante 4 segundos.

50 Al mismo tiempo/en paralelo, los impulsores de jeringuillas dosifican el activador y el iniciador a través de tuberías de silicona hasta la cámara de mezcla 460, con un caudal continuo y constante de 0,75 g/s de iniciador y 1 g/s de activador.

55 Como en el ejemplo 1, los tres flujos de caprolactama, iniciador y activador entran en contacto entre ellos por primera vez al entrar en la pequeña cavidad de mezcla 460. Para obtener una mezcla homogénea y que se mantiene constante, la bomba de pistón 462 empuja la mezcla a través de la boquilla 461 a una velocidad de 17 empujes/s. La boquilla 461 se conecta al molde 470 calentado a 165 °C, que se llena de forma continua y en los mismos 4 segundos durante los cuales tiene lugar la dosificación de los tres componentes. Una vez dosificados los 205 g de mezcla en los 4 s programados, los medios de dosificación (extrusora 430 y dosificadores de jeringuillas 440, 450) se detienen. Cuando tiene lugar la reacción en el interior del molde, la mezcla se vuelve sólida y la pieza de poliamida se extrae del molde.

60

REIVINDICACIONES

1. Un dispositivo (100, 400) para polimerizar lactamas en moldes, que comprende:

- 5 una tolva (110, 410) para almacenar lactama sólida (120, 420);
 un medio de suministro de lactama (130, 430) para recibir la lactama sólida (120, 420) desde la tolva (110, 410),
 en donde dicho medio de suministro comprende un husillo plastificador (131, 431) para fundir la lactama y
 simultáneamente conducir la lactama fundida de forma dosificada hacia una cámara de mezcla (160, 460);
 10 estando el dispositivo caracterizado por que al usar el dispositivo (100, 400), dicho husillo plastificador (131,
 431), bien por medio de un sistema de extrusión o bien por medio de un sistema de inyección, funde una fracción
 de la lactama sólida colocada en la tolva, en el extremo del husillo plastificador, y dosifica de forma continua la
 lactama fundida hacia la cámara de mezcla (160, 460),
 comprendiendo además el dispositivo:
- 15 un primer medio de dosificación (140, 440) para introducir un iniciador líquido, siendo dicho iniciador líquido y
 estable a temperatura ambiente; un segundo medio de dosificación (150, 450) para introducir un activador
 líquido, siendo dicho activador líquido y estable a temperatura ambiente;
 en donde dicha cámara de mezcla (160, 460) está configurada para recibir de forma dosificada la lactama, el
 iniciador y el activador desde, respectivamente, dicho medio de suministro de lactama (130, 430), dicho
 20 primer medio de dosificación (140, 440) y dicho segundo medio de dosificación (150, 450), presentando dicha
 cámara de mezcla (160,460) tres entradas independientes para recibir, de manera independiente, la lactama,
 el iniciador y el activador, para así permitir que dichos lactama, iniciador y activador fluyan respectivamente al
 interior de la cámara de mezcla (160, 460) poniéndose en contacto entre sí por primera vez en el instante
 inmediatamente anterior a que entre un molde (170, 470) situado junto a la cámara y dispuesto para que se
 25 produzca en el interior del molde la reacción de polimerización.
2. El dispositivo (100, 400) de acuerdo con la reivindicación 1, en donde el primer medio de dosificación (140, 440)
 para introducir el iniciador comprende un impulsor de jeringuilla unido a la primera entrada de la cámara de mezcla
 (160, 460) y el segundo medio de dosificación (150, 450) para introducir el activador comprende un impulsor de
 30 jeringuilla unido a la segunda entrada de la cámara de mezcla (160, 460).
3. El dispositivo (100, 400) de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 o 2, en donde dicho medio de
 suministro de lactama (130, 430) comprende medios para controlar la dosificación de lactama que accede a la
 cámara de mezcla (160, 460) mediante el control del giro del husillo plastificador (131, 431).
 35
4. El dispositivo (100, 400) de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde dicho husillo
 plastificador (131, 431) está rodeado de medios de calentamiento (132, 432).
5. El dispositivo (100, 400) de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el medio de
 40 suministro de lactama es una extrusora (130, 430) configurada para fundir la lactama en dicho husillo plastificador
 (131, 431) y conducirla hacia dicha cámara de mezcla (160, 460).
6. El dispositivo (100, 400) de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que comprende además
 una boquilla (161, 461) dispuesta entre la cámara de mezcla (160, 460) y el molde (170, 470), estando dicha boquilla
 45 configurada para recibir de forma dosificada la mezcla formada por la lactama, el iniciador y el activador y para hacer
 llegar dicha mezcla al molde (170, 470).
7. El dispositivo (400) de la reivindicación 5, en donde dicha extrusora (430) está inclinada con respecto a la
 horizontal un ángulo que varía entre 10 y 35 grados.
 50
8. El dispositivo (400) de cualquiera de las reivindicaciones 5 a 7, en donde la cámara de mezcla (460) comprende
 un sistema de bombeo (462) configurado para bombear de una forma sustancialmente continua la dosis de mezcla
 de lactama, iniciador y activador.
- 55 9. El dispositivo (400) de la reivindicación 8, en donde dicho sistema de bombeo (462) es una bomba de pistón.
10. El dispositivo (100) de acuerdo con la reivindicación 6, en donde la cámara de mezcla (160) está configurada de
 forma que a su salida, el iniciador y el activador salen por la parte central de la sección de dicha cámara mientras
 que el flujo de lactama lo hace a través de la parte del perímetro, de forma que es en la boquilla (161) donde los tres
 60 componentes entran en contacto por primera vez.

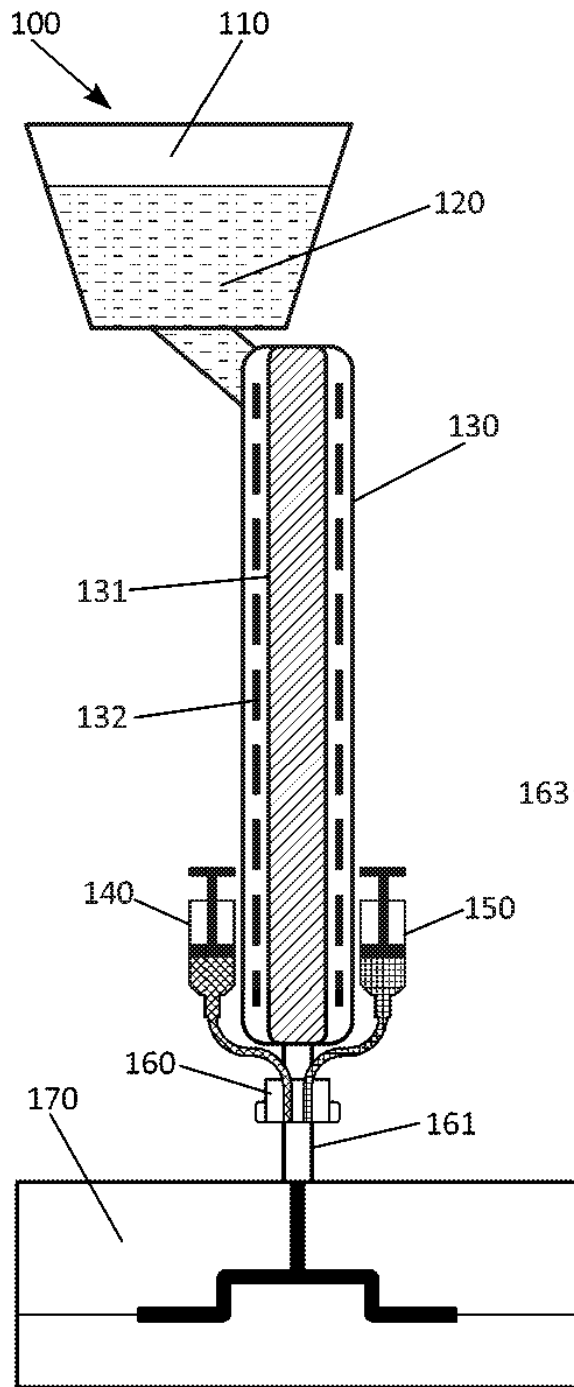


FIG. 1

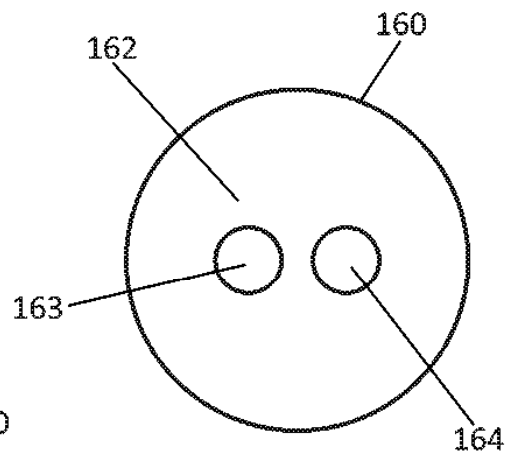


FIG. 2

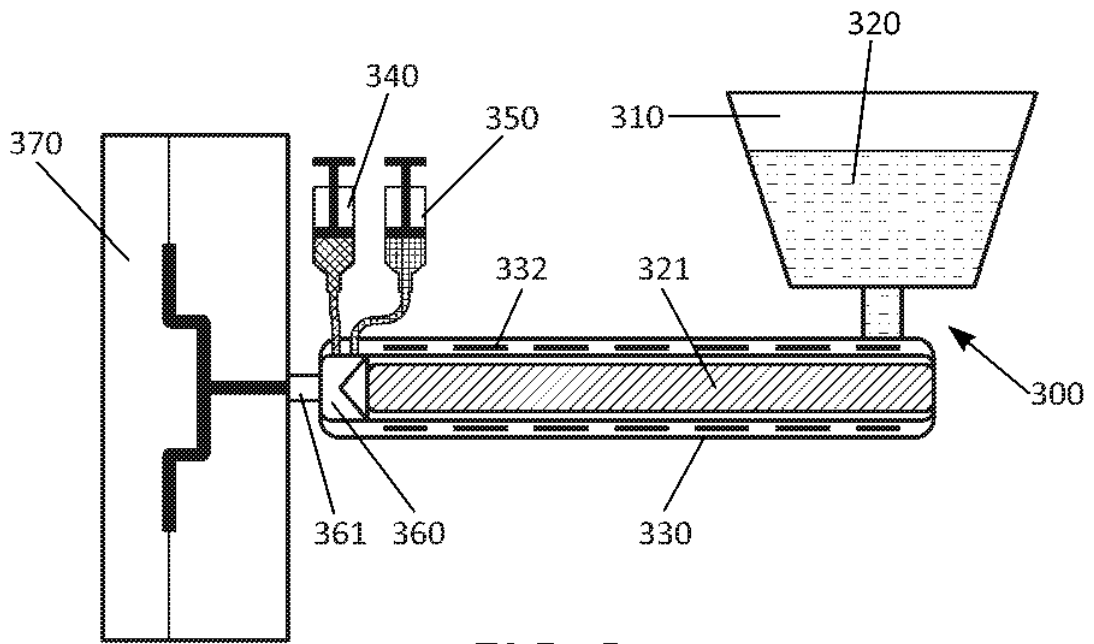


FIG. 3

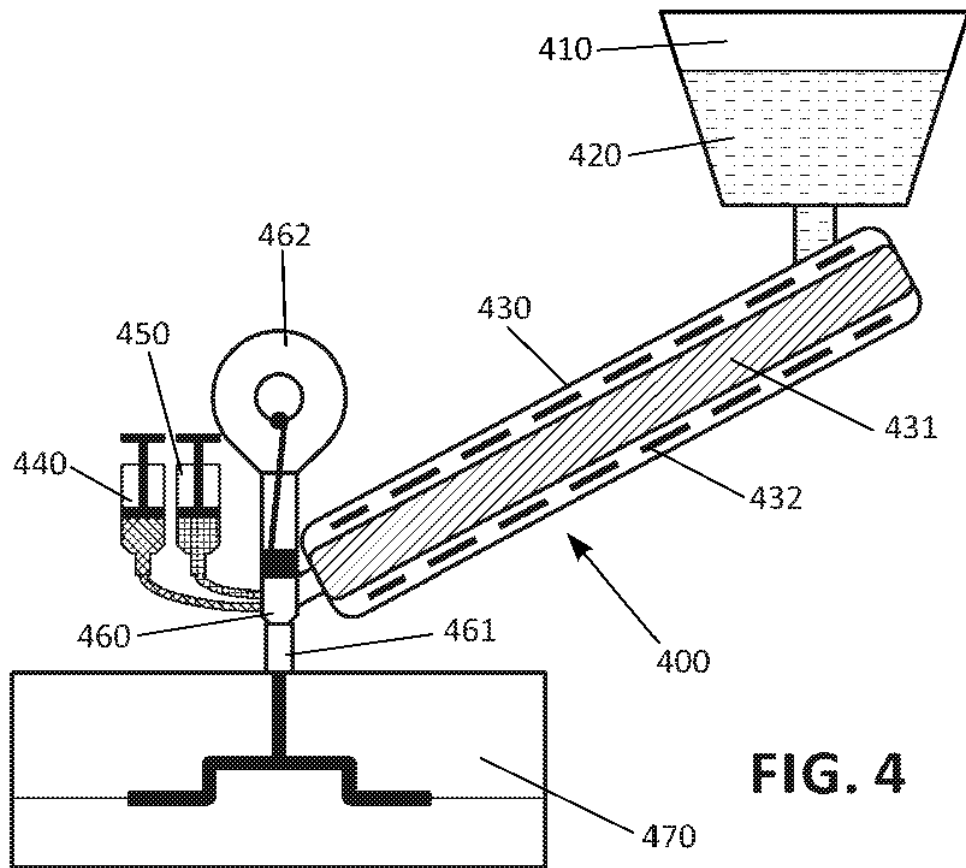


FIG. 4