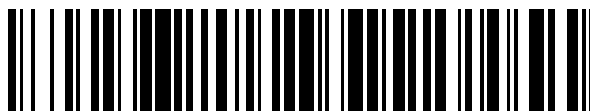


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 644 970**

51 Int. Cl.:

B29C 67/24 (2006.01)

C08G 69/16 (2006.01)

C08G 69/14 (2006.01)

C08G 69/18 (2006.01)

B29B 7/40 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **22.12.2009** **E 09382294 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **30.08.2017** **EP 2338665**

54 Título: **Procedimiento y dispositivo para polimerizar lactamas en moldes**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
01.12.2017

73 Titular/es:

FUNDACION INASMET (100.0%)
Parque Tecnológico Mikeletegi, Pasealekua 2
20009 San Sebastián (Gipuzkoa), ES

72 Inventor/es:

GARCÍA ARRIETA, SONIA y
PALENZUELA GUTIÉRREZ, LUIS

74 Agente/Representante:

VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro

ES 2 644 970 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

Procedimiento y dispositivo para polimerizar lactamas en moldes

5 Campo de la invención

La presente invención está relacionada con las técnicas empleadas en la industria química para la polimerización de monómeros y, más particularmente, está relacionada con un procedimiento y sistema para la polimerización de lactamas en moldes.

10

Antecedentes de la invención

La polimerización aniónica de lactamas en moldes ha sido empleada y estudiada durante varias décadas. En la reacción intervienen tres componentes esenciales, a saber, la lactama (o monómero de poliamida) a polimerizar, el catalizador y el iniciador o activador.

15

Hasta ahora, existen dos formas básicas de mezclar y alimentar la mezcla reactiva en un molde. En la primera opción se preparan dos premezclas independientes, la primera comprende una mezcla del catalizador y una fracción de la lactama; y la segunda consiste en el iniciador y la fracción restante de la lactama. Ambas premezclas posteriormente se juntan para llevar a cabo la polimerización. Un ejemplo de esta forma de polimerización se puede encontrar en las patentes norteamericanas US 3.505.448; US 4.182.843; US 4.233.433, y US 4.404.360.

20

En la segunda opción, se prepara una premezcla del sistema catalítico, es decir, una mezcla del catalizador y activador, para después mezclar el sistema catalítico con la lactama, y todos estos ingredientes ya mezclados se llevan al molde en el que polimerizan, los ejemplos de esta forma de polimerización de lactamas se encuentran en las patentes EP 0.872.508; US 5.747.634 y US 5.756.647.

25

De hecho, los últimos esfuerzos en mejorar la técnica de la polimerización de lactamas se han enfocado en modificar el sistema catalítico para llevar a cabo la polimerización de una manera controlada y selectiva. Sin embargo, la manera en la que los ingredientes básicos se mezclan y alimentan al molde no ha variado y sigue siendo básicamente alguna de las dos formas anteriormente explicadas, es decir, la técnica general es medir las cantidades de activador y catalizador por separado y después preparar las premezclas respectivas.

30

Ambas técnicas tradicionales tienen asociados elevados tiempos y temperaturas de residencia para las premezclas en los tanques. Obviamente, además de los tanques o depósitos necesarios para cada uno de los componentes para la polimerización, se necesitan tanques o depósitos que estén calentados, o mantenidos en condiciones especiales para preparar las premezclas y tenerlas a la temperatura adecuada antes de inyectarse a un cabezal de mezcla para que desde ahí pasen al molde. Por ejemplo, en la patente US 4.404.360, se utilizan un par de tanques para las premezclas.

35

40

Todas las técnicas anteriores permiten la producción de piezas en serie de una misma composición y propiedades, pero no son adecuadas en la fabricación en continuo de piezas no en serie, por ejemplo, con tamaños y/o geometrías individuales, composiciones o características diferentes.

45 Sumario de la invención

Un primer objetivo de la invención es un procedimiento para la polimerización de lactamas por moldeo que comprende las siguientes etapas:

50

a) alimentar en continuo, en un cabezal de mezcla, una lactama, un catalizador y un iniciador; en el que la lactama, el catalizador y el iniciador se encuentran cada uno de ellos a una temperatura predeterminada y se alimentan de manera independiente en el cabezal.

b) mezclar en continuo en el cabezal de mezcla, la lactama, el catalizador y el iniciador obteniendo una mezcla reactiva,

55

c) alimentar en continuo la mezcla reactiva a un molde (el molde puede ser un molde individual o parte de una línea de moldeo que comprende moldes consecutivos que se van desplazando a medida que se van llenando con la mezcla reactiva)

d) dejar polimerizar la mezcla reactiva en el molde

e) desmoldear el producto obtenido.

60

La etapa de mezcla de la fase b) puede realizarse simultáneamente a la alimentación del monómero, catalizador e iniciador en el cabezal de mezcla, de la fase a). En concreto, la etapa de mezcla de la fase b) se inicia a medida que se van alimentando los citados tres componentes y continúa mientras sigue la alimentación de los mismos en el cabezal de mezcla, es decir, no es necesario completar la alimentación de los tres componentes de la fase a) para que comience la etapa de mezcla de la fase b).

65

La etapa de alimentación al molde de la fase c) puede realizarse simultáneamente a la etapa de mezcla b). Por tanto, la fase a) de alimentación al cabezal con el monómero, catalizador e iniciador, la fase b) de mezcla en el cabezal de mezcla y la fase c) de alimentación del molde pueden realizarse de manera continua, es decir, cuando se alimenta el cabezal, se alimenta el molde a través del cabezal de mezcla, de manera continua. Únicamente se interrumpe la alimentación de la fase a) cuando se cambia el molde.

La alimentación de la fase a) puede comprender una etapa de recirculación, en circuitos independientes, de la lactama, catalizador e iniciador.

En una realización de la invención, la lactama, el catalizador y el iniciador se alimentan mediante respectivos medios de alimentación independientes que pueden alimentar de manera continua el cabezal de mezcla. Los medios de alimentación pueden comprender depósitos termorregulados independientes que contienen respectivamente la lactama, el catalizador y el iniciador.

Los medios de alimentación independientes pueden comprender medios de interrupción de la alimentación al cabezal y medios de recirculación para homogenizar cada componente antes de la alimentación al cabezal, por ejemplo, durante el cambio de molde.

Se prefiere que la lactama se alimente a una temperatura de entre 70 a 160 °C. Por su parte, se prefiere alimentar el catalizador a una temperatura de entre 20 a 50 °C, y el iniciador se alimenta a una temperatura similar, es decir, de 20 a 50 °C.

La polimerización en el molde se realiza preferentemente a una presión de 0 a 0,3 MPa (0 a 3 bares) y a una temperatura de entre 150 a 180 °C.

Preferentemente, la lactama es ϵ -caprolactama o laurolactama.

El procedimiento comprende, opcionalmente, la limpieza del cabezal después de alimentar la mezcla al molde, la limpieza se realiza con un agente de limpieza, siendo dicho agente de limpieza preferentemente metilpirrolidona.

El procedimiento puede comprender la adición de productos de refuerzo y aditivos que se alimentan en continuo al cabezal de mezcla junto con la lactama en la fase a). Esto permite obtener una poliamida que está reforzada, nanorreforzada, o a la que se han añadido aditivos especiales.

El procedimiento puede comprender la incorporación de materiales al molde previamente a la alimentación con la mezcla reactiva de la fase c). Esto permite obtener una pieza de poliamida reforzada con refuerzos continuos o incorporar materiales embebidos.

Un segundo objetivo de la invención es un dispositivo para llevar a cabo el procedimiento de la presente invención. El dispositivo comprende medios de alimentación de una lactama que comprenden un depósito (que puede estar termorregulado) en el que la lactama se mantiene a una temperatura predeterminada; medios de alimentación de un catalizador que comprenden un depósito (que puede estar termorregulado) en el que el catalizador se mantiene a una temperatura predeterminada; asimismo, también existen medios de alimentación de un iniciador que comprenden un depósito (que puede estar termorregulado) en el que el iniciador se mantiene a una temperatura predeterminada.

Además de dichos depósitos (termorregulados), el sistema comprende un cabezal de mezcla en conexión de flujo con dichos depósitos. El cabezal tiene tres entradas independientes, la primera para recibir la lactama, la segunda para recibir el catalizador y la tercera para recibir el iniciador. El cabezal mezcla el monómero, el catalizador y el iniciador para formar una mezcla reactiva.

Finalmente, existen medios de moldeo que comprenden al menos un molde en conexión de flujo con el cabezal para recibir la mezcla reactiva. En este molde, se lleva a cabo la polimerización de la mezcla reactiva, pudiendo realizarse este procedimiento fuera del dispositivo. Estos medios de moldeo comprenden al menos un molde, es decir, los medios de moldeo puede ser un molde individual que se cambia por un molde diferente tras el moldeo o una línea de moldeo que comprende moldes consecutivos que se van desplazando a medida que se van llenando con la mezcla reactiva. En este último caso, el molde lleno de mezcla reactiva se retira del dispositivo para la polimerización de la mezcla en el molde, pero fuera del dispositivo, lo que permite que simultáneamente otro molde colocado en comunicación de flujo con el cabezal se llene con mezcla reactiva.

El cabezal puede ser un cabezal de mezcla dinámico para mezclar el monómero, el catalizador y el iniciador de manera simultánea a la entrada de los mismos al cabezal. Los medios de alimentación del monómero, el catalizador y el iniciador comprenden adicionalmente respectivos conductos de dosificación que comunican los depósitos termorregulados y el cabezal. La temperatura de los conductos de dosificación también se controla.

Los medios de alimentación de monómero, catalizador e iniciador pueden comprender los respectivos conductos de

recirculación dispuestos entre unas válvulas anteriores a las entradas independientes del cabezal y cada uno de los depósitos para el monómero, el catalizador y el iniciador, en el que la temperatura de los conductos de recirculación también se controla. De esta manera, el flujo de alimentación del monómero, el catalizador y el iniciador puede ser continuo, incluso cuando no hay molde. En este caso, el monómero, el catalizador y el iniciador en lugar de alimentarse al cabezal de mezcla, circulan por los conductos de recirculación. Mediante las válvulas anteriores a las entradas independientes al cabezal, se puede hacer que el monómero, el catalizador y el iniciador se alimenten al cabezal de mezcla o pasen a los conductos de recirculación.

Adicionalmente, el dispositivo comprende medios de dosificación que permiten dosificar de manera exacta y continua la cantidad de monómero, iniciador y catalizador al cabezal.

El procedimiento y dispositivo de la presente invención han sido desarrollados y adaptados para que, en conjunto, sea posible fabricar piezas de poliamida mediante un procedimiento industrial de media-alta velocidad de producción. Esta combinación de factores técnicos permite que las piezas fabricadas puedan ser de tamaño y complejidad geométrica variada y adaptable a un amplio intervalo de requisitos mecánicos, en palabras concretas, el sistema es versátil.

Breve descripción de las figuras

Para complementar la descripción que se está realizando y con el fin de ayudar a una mejor comprensión de las características de la invención, según una realización práctica de la misma, se adjunta como parte integrante de la presente descripción un dibujo, en el que, con carácter ilustrativo y no limitativo, se ha representado lo siguiente:

La Figura 1 es un diagrama que muestra de manera esquemática un dispositivo en el que puede llevarse a cabo el procedimiento de la invención.

Descripción detallada de la invención

El procedimiento para la polimerización de lactamas de la presente invención comprende: alimentar, en un cabezal de mezcla, una lactama, un catalizador y un iniciador; en el que la lactama, el catalizador y el activador se encuentran cada uno de ellos a una temperatura predeterminada y se alimentan de manera independiente en el cabezal, lo cual marca la diferencia principal con la técnica anterior.

A medida que el monómero, catalizador e iniciador van entrando en el cabezal de mezcla, se inicia la mezcla de estos tres componentes para obtener una mezcla reactiva, que se alimenta al molde. Posteriormente, se deja polimerizar la mezcla reactiva en el molde; y se obtiene el producto moldeado. El monómero, catalizador e iniciador se van mezclando a medida que van entrando en el cabezal de mezcla, de manera que la alimentación de los mismos al cabezal es simultánea a su mezcla en el cabezal de mezcla.

El procedimiento de moldeo se realiza a baja presión (0 a 0,3 MPa (0 a 3 bares)) en función del volumen, geometría de la pieza a obtener y tiempo de llenado previsto, la temperatura para el moldeo es de 150 a 180 °C en función de la velocidad de reacción prevista y del porcentaje de catalizador e iniciador utilizados.

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

Por su parte, los iniciadores o activadores pueden ser isocianatos y sus derivados, así como acil-lactamas, ureas y carboimidias.

Mientras que el catalizador puede ser lactamatos de metales alcalinos, tales como sales metálicas de sodio o magnesio, hidratos, hidróxidos y aminas metálicas u otros compuestos organometálicos.

El control de las propiedades mecánicas finales del material moldeado se consigue actuando sobre la concentración de sistema catalítico (catalizador e iniciador), y/o combinación de varios monómeros. Finalmente, las condiciones de procedimiento y postprocedimiento influyen en el grado de polimerización, cristalinidad y contenido de humedad.

Por su parte, con relación al dispositivo para realizar el procedimiento de la presente invención, tal dispositivo se puede explicar a partir de la Figura 1, que muestra una realización preferida de la presente invención, en el que el sistema 10 comprende un depósito de monómero 20, un depósito de catalizador 30 y un depósito de iniciador 40, cada uno de ellos siendo termorregulado y estando preferentemente en una atmósfera inerte tal como, por ejemplo, atmósfera de nitrógeno que se alimenta por la parte superior de los recipientes. La regulación de temperatura de cada uno de dichos depósitos se realiza mediante un encamisado 21, 31 y 41 con fluido térmico para cada depósito, respectivamente.

Cada depósito 20, 30 y 40, cuenta con un agitador 22, 32 o 42 que puede ser activado o desactivado mediante un temporizador programable. La velocidad de agitación puede ser controlada mediante variadores independientes con

un intervalo de velocidades de entre 90 y 360 rpm en los depósitos del sistema catalítico (catalizador e iniciador) y entre 15 y 60 rpm para la lactama.

5 Desde cada uno de dichos depósitos 20, 30 y 40, se dosifica el componente requerido a un cabezal de mezcla 50 dinámico. Los medios para la dosificación son las respectivas bombas 23, 33 y 43, cuya temperatura es controlada. El cabezal de mezcla 50 cuenta con las respectivas entradas 51, 52 y 53, la entrada 51 sirve para permitir el acceso del monómero al cabezal, la entrada 52 se utiliza para el acceso del catalizador y la entrada 53 sirve para permitir el acceso del iniciador, preferentemente dichas entradas comprenden válvulas de tres vías (61, 62, 63).

10 Para la correcta dosificación de cada uno de los componentes provenientes de cada depósito, es necesario realizar una calibración de los caudales de las tuberías de dosificación 24, 34 y 44, así como las tuberías de recirculación, 25, 35 y 45, con el fin de ajustar el porcentaje de cada componente empleado en la polimerización. Esta calibración se logra mediante la apertura de las válvulas de las entradas 51, 52 y 53 de manera independiente para cada circuito.

15 Para determinar el volumen de cada colado en el molde 60 (es decir, tamaño de pieza) se dispone de un temporizador automático y programable que permite ajustar la apertura de las válvulas de las entradas 51, 52 y 53 durante un tiempo que corresponde al volumen total de la mezcla de polimerización que sale a través de la boquilla 55. Este tiempo es diferente para volúmenes diferentes.

20 El cabezal de mezcla 50 cuenta con un motor 54 para realizar la mezcla que se alimenta al molde 60. El flujo de la mezcla de polimerización hacia el molde puede ser laminar para evitar la generación de burbujas y estancamiento de aire.

25 Para cumplir los requisitos del producto, el molde 60 varía en función de la complejidad geométrica, dimensiones de la pieza y tamaño de serie. El molde 60 puede mecanizarse a partir de acero o aluminio con doble serpentín (calentamiento y enfriamiento con fluido de transferencia térmico) o puede ser un molde no calentado en sí mismo e introducido en una estufa u horno durante el procedimiento de polimerización del material.

30 En el molde 60, el frente de flujo de la mezcla de polimerización avanza en dirección vertical, es decir, entrada de material por el punto más bajo y salida por el punto más alto. El molde 60 cuenta con ventilación en todas las zonas en las que se produzcan estancamiento de aire y que no dificulten el desmoldeo de la pieza o provoquen marcas en zonas visibles o costes excesivos de eliminación de recortes. El sistema de sellado se realiza mediante una junta perimetral de material elastomérico, asimismo, antes de la inyección se puede aplicar un desmoldeante de alta temperatura.

35 Una vez dentro del molde 60, el control de la polimerización se puede realizar por medio del seguimiento térmico del material debido a que la reacción de polimerización es exotérmica.

40 Una vez que la polimerización ha terminado y se ha desmoldeado la pieza y para realizar el siguiente colado en este molde, el molde debe enfriarse, lo cual puede realizarse por medio de enfriamiento forzado, en función de la cristalinidad que se quiera obtener. Finalmente, el molde se abre y se desmoldea la pieza conformada. Cuando, para aumentar la productividad, los medios de moldeo no estén constituidos por un solo molde sino por una línea de moldeo que comprende un conjunto de moldes, el procedimiento es similar, pero la polimerización tiene lugar en el molde fuera del dispositivo, mientras se puede estar realizando otro colado en otro molde. Tal como se ha mencionado, un punto importante en el sistema es que cada uno de los componentes implicados en la reacción de polimerización (caprolactama, iniciador y catalizador) sea dosificado desde sus depósitos correspondientes 20, 30 y 40 mediante las tuberías de dosificación independientes. Para cada componente se ha proporcionado un sistema de alimentación independiente que comprende un depósito 20, 30, 40, una tubería de dosificación 24, 34, 44, una tubería de recirculación 25, 35, 45, un sistema de dosificación 23, 33, 43 y una válvula de entrada 51, 52, 53 de alimentación. De esta forma se evitan problemas de estabilidad térmica asociados a los elevados tiempos y temperaturas de residencia de las premezclas de la técnica anterior.

55 Adicionalmente, el sistema comprende tuberías de recirculación 25, 35 y 45, para el monómero, catalizador e iniciador, con el fin de lograr la homogenización de los mismos en sus tanques respectivos y, por ende, en todo el sistema. El monómero, catalizador e iniciador circulan entre su depósito correspondiente 21, 31, 41, por las tuberías 25, 35 y 45, hasta que las válvulas de entrada 51, 52 y 53 cierran el circuito de recirculación y permiten la entrada de los tres componentes al cabezal de mezcla 50 dinámico. La temperatura de dichas tuberías de recirculación 25, 35 y 45 también se controla.

60 Para facilitar la dosificación independiente de cada componente, se prefieren sistemas catalíticos (activador y catalizador) no diluidos en la lactama u otros líquidos a temperatura ambiente. Igualmente, para asegurar la robustez del procedimiento de fabricación, se prefiere utilizar sistemas catalíticos poco sensibles a la humedad.

65 Cuando la poliamida que se va a obtener deba estar reforzada, nanorreforza o deban añadirse aditivos especiales a la misma, estos productos se incorporarán en el depósito de la lactama. Cuando la pieza de poliamida que se va

obtener deba estar reforzada con refuerzos continuos o incorporar materiales embebidos, estos se colocarán en el molde previamente a la introducción del material en el mismo.

Los equipos del sistema y su interconexión tienen la función de fundir, termorregular, homogenizar, inertizar, dosificar, mezclar e inyectar los diferentes componentes para que puedan polimerizarse debidamente en el molde. Como se ha dicho, las líneas de alimentación del monómero, catalizador e iniciador son totalmente independientes porque cada una requiere ser regulada a una temperatura diferente que puede variar entre temperatura ambiente y 160 °C. Desde otro punto de vista, existe un circuito termorregulado para cada componente de la polimerización que lo lleva desde su depósito a la válvula correspondiente y de ahí lo retorna para homogenizarse.

Todas las zonas de contacto con los componentes deben ser termorregulables porque las temperaturas de procedimiento son un parámetro decisivo en la velocidad de polimerización y calidad final del material. Además, durante el procedimiento de homogenización y recirculación del material, no deben producirse enfriamientos ya que ello podría producir solidificaciones, como en el caso de la caprolactama que solidifica a menos de 70 °C. El sistema de mezcla es dinámico y termorregulado. Las bombas 23, 33 y 43 son de engranajes y están calentadas.

La termorregulación de los depósitos 20, 30 y 40 se realiza mediante encamisado y fluido de transferencia térmico, puesto que este sistema es mucho más preciso que un calentamiento eléctrico directo, al igual que el calentamiento del cabezal de mezcla 50, aunque podrían calentarse de forma eléctrica. Por lo que respecta a las tuberías y medios de dosificación, se calientan preferentemente de forma eléctrica.

Después de cada ciclo, se puede limpiar opcionalmente el cabezal, mediante un agente de limpieza como la metilpirrolidona, para ello se puede incluir un depósito para este componente en el sistema. Sin embargo, en función del tiempo de ciclo definido en cada caso, es posible evitar la limpieza del cabezal reduciendo el tiempo entre varios colados. En caso de limpieza, el cabezal se seca tras cada limpieza con aire caliente.

EJEMPLOS:

Ejemplo 1

Fabricación de muestras de ensayo en poliamida-6 mediante el procedimiento de la presente invención

Se fabricó una pieza compuesta por una serie de muestras de ensayo en poliamida 6 que contiene: 3 muestras de ensayo de hueso para ensayos de tracción, 4 muestras de ensayo para el ensayo de flexión y 6 muestras de ensayo para el ensayo de impacto. La pieza final fabricada pesó 120 gramos con un espesor de 4 mm.

El molde utilizado para la fabricación de esta pieza fue un molde de acero termorregulado con doble circuito de aceite/agua, una entrada inferior, una salida superior, dos termopares de control y un cierre mediante prensa manual.

El molde se preparó limpiando su cavidad con un paño y posteriormente se secó, posteriormente se revisó la junta perimetral del molde, después se aplicó un desmoldeante de alta temperatura (Marbocote GRP ECO), el molde se cerró mediante una prensa manual y en el mismo se colocaron termopares, se colocaron tuberías de entrada inferior y de salida superior del material. El molde se calentó entre 165-180 °C mediante la recirculación de aceite térmico de alta temperatura a través de los circuitos interiores del molde.

Por su parte, los componentes para la polimerización se mantuvieron preservados de la humedad. El monómero utilizado fue ϵ -caprolactama, y el sistema catalítico consistió en una sal de sodio (dilactamato) y prepolímero de isocianato. El porcentaje utilizado en la mezcla fue del 0,88 % molar en dilactamato y el 0,7 % molar en isocianato, con el fin de obtener una polimerización rápida.

Cada uno de los componentes se cargó en su depósito respectivo. Los depósitos trabajaron en atmósfera inerte de nitrógeno de entre 0,04 MPa (0,4 bares) y de 0,12 MPa (1,2 bares) en el depósito de metilpirrolidona. Las temperaturas empleadas en el sistema fueron las siguientes:

- T de depósito y tuberías de caprolactama: 125-140 °C
- T de depósito y circuitos de dilactamato: 30-50 °C
- T de depósito y circuitos de isocianato: 20-30 °C
- T de cabezal: 125-140 °C
- Se programaron los siguientes parámetros de procedimiento:
- Velocidad del cabezal de mezcla dinámico: 2.400 rpm
- Tiempo de colado: 1 segundo

Se realizó una recirculación de los componentes para la homogenización de los materiales. Para ello se pusieron en funcionamiento las bombas de los circuitos seleccionados.

Posteriormente, se calibraron los circuitos con los siguientes flujos para obtener los porcentajes del sistema catalítico requerido:

- Calibrado del circuito de caprolactama: 120 g/s
- Calibrado del circuito de dilactamato: 4,02 g/s
- Calibrado del circuito de isocianato: 1,98 g/s

Después, se conectó el molde a la boquilla de colado del cabezal de mezcla dinámico, se coló el material en el molde, se desconectó la manguera de entrada y se limpió el cabezal.

Polimerización

La polimerización se controló mediante seguimiento térmico del molde. Cuando la temperatura del material superó la temperatura inicial del molde, se pudo asegurar que el material se había polimerizado.

Posteriormente, se enfrió el molde mediante el circuito de enfriamiento de agua. Finalmente, se abrió el molde y se desmoldeó la pieza.

Ejemplo 2

Fabricación de una pieza másica de puesta a punto en poliamida-6

Se fabricó una pieza másica de puesta a punto con un peso total final de 6.200 g, un diámetro de 326 mm y un espesor de 80 mm.

El molde utilizado para la fabricación de esta pieza fue un molde de aluminio no termorregulado compuesto por tres piezas, dos laterales y una corona perimetral selladas entre sí mediante dos juntas perimetrales y una central interior. El molde tiene dos entradas opuestas, dos termopares de control y cierre mecánico mediante cierres rápidos.

Inicialmente, se limpió la cavidad del molde con un paño y se secó. Se revisaron las juntas perimetrales e interior del molde. Se aplicó un desmoldeante de alta temperatura (Marbocote GRP ECO). El molde se cerró mediante cierres rápidos y se colocaron los termopares de molde, así como las tuberías de entrada inferior y salida superior del material. El molde se calentó entre 165 y 180 °C introduciéndolo en el interior de un horno.

Cada uno de los componentes se pesó en función de la capacidad de los depósitos del sistema y para el llenado de los depósitos y los circuitos.

Por su parte, los componentes para la reacción se prepararon de la siguiente manera, se almacenaron las materias primas preservadas de la humedad. El monómero utilizado fue ϵ -caprolactama, el sistema catalítico consistió en sal de sodio (dilactamato) y prepolímero de isocianato. El porcentaje utilizado fue del 0,24 % molar en dilactamato y el 0,18 % molar en isocianato, con el fin de obtener un material de alto rendimiento y alto alargamiento.

Los depósitos trabajaron en las siguientes condiciones, presión de nitrógeno: 0,04 MPa (0,4 bar) en los depósitos de los componentes (monómero, catalizador, iniciador), mientras que se utilizó una presión de 0,12 MPa (1,2 bares) en el depósito de metilpirrolidona. En el sistema se manejaron las siguientes temperaturas:

- T de depósito y tuberías de caprolactama: 125-140 °C
- T de depósito y tuberías de dilactamato: 30-50 °C
- T de depósito y tuberías de U7: 20-30 °C
- T de cabezal: 125-140 °C
- Se programaron los siguientes parámetros de procedimiento:
- Velocidad del cabezal de mezcla: 2.400 rpm
- Tiempos de colado: 20 segundos

Asimismo, se realizó una recirculación de las materias primas para la homogenización de los materiales. Para ello se pusieron en funcionamiento las bombas de los circuitos seleccionados. Adicionalmente, se calibraron los circuitos con los siguientes flujos:

- Calibrado del circuito de caprolactama: 310 g/s
- Calibrado del circuito de dilactamato: 2.8 g/s
- Calibrado del circuito de isocianato: 1,3 g/s

Posteriormente, se conectó el molde a la boquilla de colado del cabezal, se coló el material en el molde, la manguera de entrada fue desconectada del cabezal de mezcla y este se limpió.

Polimerización

El control de la polimerización se realizó por medio del seguimiento térmico del material. Cuando la temperatura del material superó la temperatura inicial del molde, se pudo asegurar que el material se había polimerizado.

5 El molde posteriormente se enfrió sacándolo del horno hasta que alcanzó la temperatura ambiente. El molde se abrió y se desmoldeó la pieza.

Lista de referencias

10	10 Sistema de polimerización
	20 Depósito de monómero
	21 Encamisado térmico
15	22 Agitador
	23 Bomba dosificadora
	24 Tubería de dosificación
	25 Tubería de recirculación
20	30 Depósito de catalizador
	31 Encamisado térmico
	32 Agitador
	33 Bomba dosificadora
	34 Tubería de dosificación
25	35 Tubería de recirculación
	40 Depósito de Iniciador
	41 Encamisado térmico
	42 Agitador
30	43 Bomba dosificadora
	44 Tubería de dosificación
	45 Tubería de recirculación
	50 Cabezal de mezcla
35	51,52, 53 Entradas de componentes
	54 Motor
	60 Molde
40	61, 62, 63 válvulas de tres vías

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la polimerización de lactamas en moldes, **caracterizado por que** comprende:
 - 5 a) alimentar en continuo, en un cabezal de mezcla, una lactama, un catalizador y un iniciador; en donde la lactama, el catalizador y el iniciador se encuentran cada uno de ellos a una temperatura predeterminada comprendida entre 70-160 °C para la lactama y 20-50 °C para el catalizador y el iniciador, y se alimentan de manera independiente en el cabezal;
 - b) mezclar en continuo, en el cabezal, la lactama, el catalizador y el iniciador obteniendo una mezcla reactiva;
 - 10 c) alimentar en continuo la mezcla reactiva obtenida en la fase b) a un molde;
 - d) dejar polimerizar la mezcla reactiva en el molde; y,
 - e) desmoldear el producto moldeado.
2. Procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado por que** la etapa de mezcla de la fase b) se realiza simultáneamente a la alimentación del monómero, el catalizador y el iniciador en el cabezal de mezcla de la fase a).
3. Procedimiento según la reivindicación 2, **caracterizado por que** la etapa de alimentación al molde de la fase c) se realiza simultáneamente a la etapa de mezcla b).
- 20 4. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado por que** la alimentación de la fase a) puede comprender una etapa de recirculación, en circuitos independientes, de la lactama, el catalizador y el iniciador.
5. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado por que** la lactama se selecciona entre el grupo que comprende β -lactama, γ -lactama, δ -lactama, ϵ -caprolactama y lauro lactama.
- 25 6. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, **caracterizado por que** el catalizador se selecciona entre el grupo que comprende lactamatos de metales alcalinos, tales como sales metálicas de sodio o magnesio, hidratos, hidróxidos y aminas metálicas u otros compuestos organometálicos.
- 30 7. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, **caracterizado por que** el iniciador se selecciona entre el grupo que comprende isocianatos y sus derivados, acil-lactamas, ureas y carboimidias.
8. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, que comprende la adición de productos de refuerzo y aditivos que se alimentan en continuo al cabezal de mezcla junto con la lactama en la fase a).
- 35 9. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, que comprende la incorporación de materiales al molde antes de la alimentación con la mezcla reactiva de la fase c).

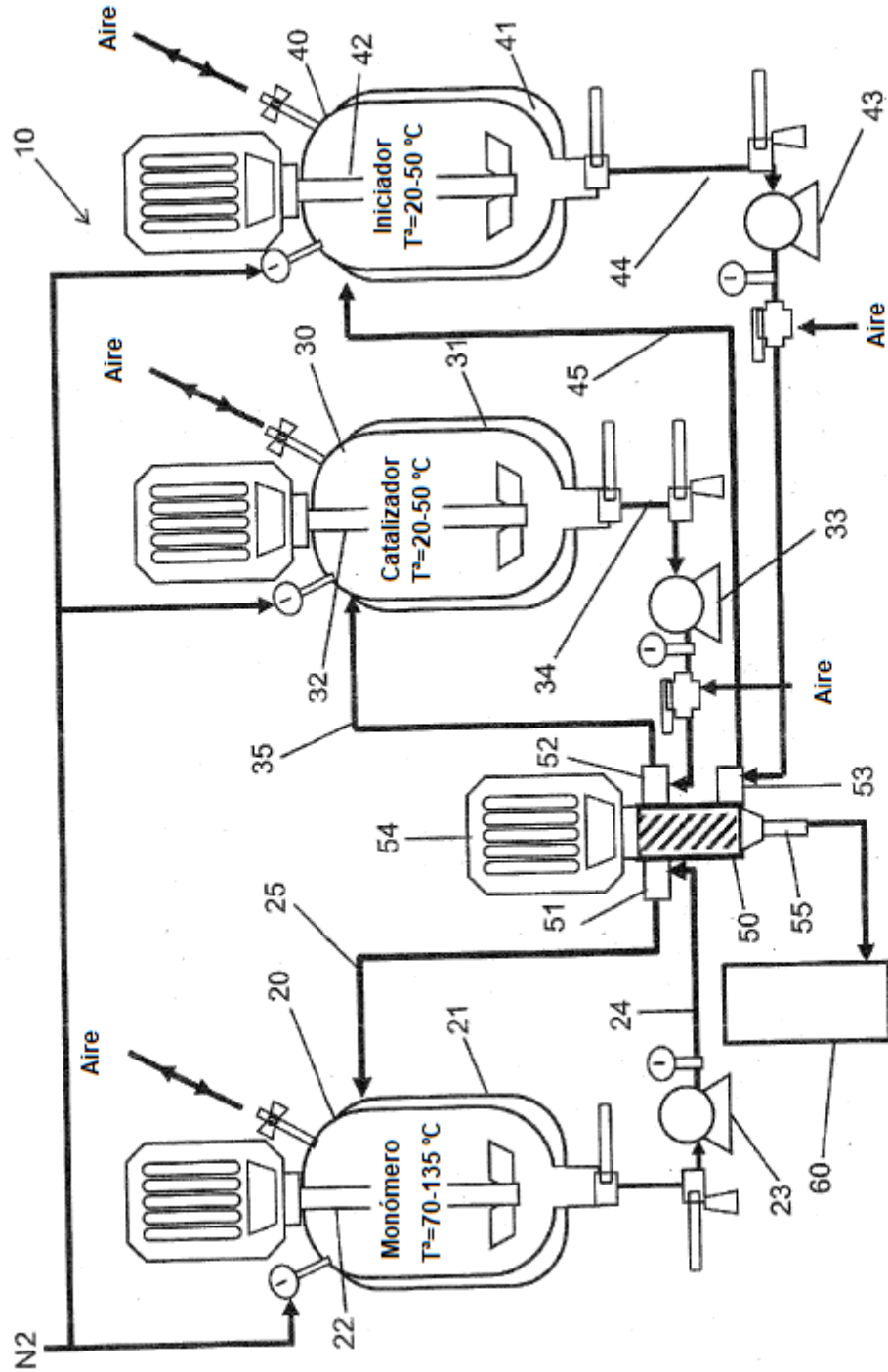


FIG. 1