(19) OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 392 572**

(51) Int. Cl.:

C08G 69/26 (2006.01)
C08G 69/28 (2006.01)
C08L 77/06 (2006.01)

(12) TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA T3

(96) Número de solicitud europea: **08760905 .3**
(96) Fecha de presentación: **12.06.2008**
(97) Número de publicación de la solicitud: **2160432**
(97) Fecha de publicación de la solicitud: **10.03.2010**

(54) Título: **Procedimiento para la obtención de poliamidas**

(30) Prioridad:

20.06.2007 EP 07110656

(45) Fecha de publicación de la mención BOPI:

11.12.2012

(45) Fecha de la publicación del folleto de la patente:

11.12.2012

(73) Titular/es:

BASF SE (100.0%)
67056 Ludwigshafen , DE

(72) Inventor/es:

DESBOIS, PHILIPPE;
STAWITZKI, HAGEN;
NEUHAUS, RALF;
WEIS, HANS-JOACHIM;
WEICHMANN, JÜRGEN;
FERNANDEZ RODILES, RAQUEL y
VOGEL, GUNTER

(74) Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 392 572 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).

DESCRIPCION

Procedimiento para la obtención de poliamidas

La invención se refiere a procedimientos para la obtención de una poliamida a base de ácidos dicarboxílicos y diaminas. La invención se refiere en especial a tal procedimiento para la obtención de poliamidas parcialmente aromáticas semicristalinas.

En especial la obtención de poliamidas con índice de viscosidad elevado requiere típicamente la aplicación de temperaturas de reacción elevadas. Estas conducen a su vez al desarrollo acrecentado de reacciones secundarias. La alta viscosidad conduce además a una formación de depósito intensificada en el reactor, y en el peor de los casos a una obturación del reactor. Las consecuencias son tiempos de inactividad y una costosa limpieza del reactor.

La EP-A-0 129 105 se refiere a un procedimiento para la obtención continua de poliamidas, en el que se calienta una disolución acuosa de sales de ácidos dicarboxílicos y diaminas bajo presión elevada, bajo evaporación simultánea de agua y formación de un prepolímero, en una zona del evaporador. Prepolímeros y vapor se separan continuamente, rectificándose los vapores, y recirculándose diaminas arrastradas concomitantemente. El prepolímero se conduce a una zona de policondensación.

Para el aumento del peso molecular, según la DE-A-1 720 349 se puede condensar adicionalmente poliamida 6.6 en un reactor helicoidal provisto de orificios de desgasificación, autolimpiador, de engranaje exacto.

Según la DE-A-195 14 145 es posible además la obtención de un polímero a base de un ácido dicarboxílico y una diamina mediante policondensación en un reactor. En este caso se hace reaccionar una mezcla sólida de monómeros, en primer lugar en una extrusora de doble husillo asincrónica, y a continuación en una extrusora de doble husillo sincrónica.

Habitualmente se obtienen poliamidas termoplásticas parcialmente cristalinas en un proceso discontinuo. Tal procedimiento se describe, a modo de ejemplo, en la EP-A-0 667 367.

La US 5 728 800 se refiere a masas de moldeo de poliamida termoplásticas. Según el ejemplo en el párrafo 12 se hace reaccionar una mezcla de ácido tereftálico, ácido isoftálico, hexametilendiamina y bis(4-aminociclohexil)metano en agua, en primer lugar en un evaporador tubular, que está dispuesto parcialmente en horizontal y parcialmente en vertical. Se une un separador del que se descarga a través de un husillo de salida en forma de productos de extrusión, presentando el husillo de salida una zona de desgasificación.

La US 5 079 307 se refiere a la obtención de poliamida con peso molecular elevado a partir de prepolímero de poliamida terminado en dicarboxi. El prepolímero de poliamida terminado en dicarboxi se hace reaccionar adicionalmente en una extrusora en presencia de un aditivo que contiene una diamina. Para la obtención del prepolímero se indica un procedimiento discontinuo o un procedimiento continuo, efectuándose el procedimiento continuo partiendo de una torta seca de una sal de nylon en una extrusora de doble husillo co-rotativa.

La US 4 963 646 se refiere a la obtención de poliamidas amorfas basadas en ácidos dicarboxílicos aromáticos y diaminas alifáticas. La obtención se efectúa en primer lugar mediante obtención de dos prepolímeros no equilibrados, que presentan en cada caso un defecto de diamina, o bien ácido dicarboxílico. Acto seguido se mezclan de manera homogénea ambos prepolímeros no equilibrados y se condensan adicionalmente en una extrusora de desgasificación. La obtención del prepolímero se efectúa discontinuamente en autoclaves, impidiéndose los problemas de fluidez en el vaciado de autoclaves.

Los anteriores procedimientos son muy costosos parcialmente, a modo de ejemplo en el caso de empleo de dos extrusoras, o no permiten el control apropiado del índice de viscosidad en la obtención de poliamidas parcialmente aromáticas semicristalinas, de modo que se pueden impedir un aumento de temperatura y reacciones secundarias, así como formaciones de sedimento.

Típicamente, un aumento de presión en la policondensación conduce a una reducción del índice de viscosidad. No obstante, para poliamidas altamente viscosas, la presión no se puede aumentar con tal intensidad, de modo que el índice de viscosidad de la poliamida se puede reducir a voluntad.

Por lo tanto, es tarea de la presente invención la puesta a disposición de un procedimiento para la obtención de poliamidas a base de ácidos dicarboxílicos y diaminas, que impide los inconvenientes de los procedimientos conocidos, y permite en especial la obtención de poliamidas parcialmente aromáticas semicristalinas con índice de viscosidad elevado, sin llegar a formaciones de depósito en el reactor o a reacciones secundarias dignas de mención.

La tarea se soluciona según la invención mediante un procedimiento para la obtención de una poliamida a base de ácidos dicarboxílicos y diaminas con las siguientes etapas:

1) puesta a disposición de una mezcla de monómeros acuosa que está constituida por una mezcla de ácidos dicarboxílicos formada por un 60 a un 88 % en peso de ácido tereftálico y un 12 a un 40 % en peso de ácido isoftálico, en el que se puede substituir también hasta un 20 % en peso de mezcla de ácidos dicarboxílicos por otros ácidos dicarboxílicos, y hexametilendiamina, que puede estar substituida hasta en un 20 % en peso por otras diaminas con 2 a 30 átomos de carbono, presentándose en la mezcla de monómeros cantidades equimolares de ácidos dicarboxílicos y diaminas,

2) traslado de la mezcla acuosa de la etapa 1) a un reactor de evaporación accionado de manera continua, en cuyo caso se trata de un reactor tubular vertical, de circulación descendente, en el que se hacen reaccionar diaminas y ácidos dicarboxílicos a una temperatura en el intervalo de 100 a 370ºC y una presión en el intervalo de 1 a 50 bar,

3) traslado de la mezcla de la etapa 2) a un separador, que se acciona a una temperatura en el intervalo de 100 a 370ºC, bajo separación de componentes gaseosos, separándose en forma gaseosa un 0,5 a un 15 % en peso de hexametilendiamina empleada en la etapa 1), y presentándose a la salida de la etapa 3) un defecto molar de diaminas de un 1 a un 10 % en moles, referido respectivamente al otro componente,

4) traslado de la mezcla de la etapa 3) junto con hexametilendiamina a una cantidad apropiada para la compensación del defecto molar y para el aumento del contenido en grupos amino terminales en al menos 20 mmoles/kg, en una extrusora que se acciona a una temperatura en el intervalo de 150 a 400ºC, durante un tiempo de residencia en el intervalo de 10 segundos a 30 minutos, bajo eliminación de componentes gaseosos mediante orificios de desgasificación, de modo que el contenido en grupos amino terminales aumenta en al menos 20 mmoles/kg, y en el extremo de la extrusora el contenido en grupos amino terminales en la poliamida obtenida asciende a 70 hasta 220 mmoles/kg.

El procedimiento según la invención permite la reducción de la viscosidad de la poliamida antes de la policondensación en fase sólida, y permite una reducción del tiempo de residencia a temperatura elevada, mediante lo cual se presentan reacciones secundarias, como formación de triamina, y con ello se mejora la calidad del producto. Según la invención se descubrió que este modo de proceder, en el que la diamina se presenta en defecto en primer lugar, y este defecto se compensa sólo con la entrada en una extrusora para la condensación subsiguiente, permite la obtención de poliamidas parcialmente aromáticas semicristalinas. El procedimiento presenta ventajas si la mezcla de monómeros en la etapa 1) está constituida por una mezcla de ácidos dicarboxílicos constituidas por un 60 a un 88 % en peso de ácido tereftálico y un 12 a un 40 % en peso de ácido isoftálico, en el que también hasta un 20 % en peso de mezcla de ácido dicarboxílico puede estar substituido por otros ácidos dicarboxílicos, y hexametilendiamina, que puede estar substituida hasta en un 20 % en peso por otras diaminas con 2 a 30 átomos de carbono.

El procedimiento según la invención presenta la secuencia reactor evaporador-separador-extrusora, conduciéndose al reactor evaporador una mezcla de monómeros acuosa constituida por ácidos dicarboxílicos y diaminas. En este caso, la proporción molar de ácidos dicarboxílicos respecto a diaminas se ajusta de modo que en la entrada de la siguiente etapa de separación se presenta un defecto molar de diaminas de un 1 a un 10 % en moles, referido respectivamente al otro componente.

En el caso de empleo de la mezcla de monómeros preferente citada anteriormente se descarga hexametilendiamina parcialmente en forma gaseosa tras el reactor evaporador. Se comienza con cantidades equimolares de hexametilendiamina y ácidos dicarboxílicos, mediante lo cual en el extremo del separador se presenta un defecto de hexametilendiamina en el (pre)polímero.

En la etapa 1) se emplea típicamente una disolución salina acuosa de monómeros de partida, ya que diaminas y ácidos dicarboxílicos forman sales.

La mezcla de monómeros está constituida por un 50 % en moles de mezcla de ácidos dicarboxílicos y un 50 % en moles de diamina o mezcla de diaminas. La mezcla de ácidos dicarboxílicos está constituida por un 60 a un 88 % en peso de ácido tereftálico y un 12 a un 40 % en peso de ácido isoftálico. Preferentemente se presenta un 64 a un 80 % en peso, en especial un 64 a un 76 % en peso de ácido tereftálico, y de modo correspondiente preferentemente un 20 a un 36 % en peso, y en especial un 24 a un 36 % en peso de ácido isoftálico. Además, también puede estar substituido hasta un 20 % en peso de mezcla de ácidos dicarboxílicos por otros ácidos dicarboxílicos. Esto es preferentemente un 0 a un 10 % en peso, en especial un 0 a un 5 % en peso. En tanto una parte de mezcla de ácidos dicarboxílicos esté substituida por otros ácidos dicarboxílicos, el límite inferior de los otros componentes se sitúa preferentemente en un 0,5 % en peso, en especial en un 1 % en peso. Otros ácidos dicarboxílicos apropiados

son, a modo de ejemplo, ácido adípico, ácido pimélico, ácido subérico, ácido acelaico y ácido sebácico, así como ácido 7-sulfoisoftálico.

Como componente de diamina se emplea hexametilendiamina, que puede estar substituida hasta en un 20 % en peso por otras diaminas con 2 a 30 átomos de carbono. Preferentemente, un 0 a un 10 % en peso, en especial un 0 a un 5 % en peso de hexametilendiamina, puede estar substituido por otras diaminas con 2 a 30 átomos de carbono. En tanto se presenten otras diaminas con 2 a 30 átomos de carbono, su cantidad mínima asciende preferentemente a un 0,5 % en peso, en especial al menos un 1 % en peso. Otras diaminas apropiadas son, a modo de ejemplo, tetrametilendiamina, octametilendiamina, decametilendiamina y dodecametilendiamina, así como m-xililendiamina, bis-(4-aminofenil)metano, bis-(4-aminofenil)-2,2-propano y bis-(4-aminociclohexil)metano, o mezclas de los mismos.

Como diamina adicional se emplea preferentemente bis(4-aminociclohexil)metano, que es obtenible bajo la denominación Dicycan de BASF AG.

Además de ácido tereftálico, ácido isoftálico y hexametilendiamina, preferentemente no se emplea ningún otro ácido dicarboxílico o diamina.

En la etapa 2) se traslada la mezcla acuosa de la etapa 1) a un reactor evaporador accionado de manera continua, en el que se hacen reaccionar diaminas y ácidos dicarboxílicos a una temperatura en el intervalo de 100 a 370ºC, preferentemente 200 a 340ºC, y a una presión en el intervalo de 1 a 50 bar, preferentemente 5 a 30 bar. El reactor evaporador puede presentar cualquier configuración apropiada en este caso. A modo de ejemplo, se puede tratar de reactores de haz de tubos, como se describen en la EP-A-0 129 195. Preferentemente se trata de un reactor tubular vertical, de circulación descendente.

El tiempo de residencia en la etapa 2) asciende preferentemente a 0,2 hasta 10 minutos, de modo especialmente preferente 1 a 5 minutos.

Al reactor evaporador se une un separador, que se acciona a una temperatura de 100 a 370ºC, preferentemente 200 a 340ºC. La presión en el separador asciende preferentemente a 1 hasta 50 bar, de modo especialmente preferente 5 a 30 bar. El tiempo de residencia en la etapa 3) asciende preferentemente a 1 hasta 45 minutos, de modo especialmente preferente 2 a 15 minutos. En el separador se separan componentes gaseosos, en especial agua y monómeros volátiles. A modo de ejemplo, en el caso de empleo de la mezcla de monómeros preferente descrita anteriormente se separa aproximadamente un 0,5 a un 15 % de la diamina empleada originalmente hexametilendiamina, junto con vapor de agua. Esta mezcla gaseosa se puede someter acto seguido a una destilación, o bien rectificación, extrayéndose vapor de agua a través de la cabeza y obteniéndose una mezcla de diamina/agua en la cola. Esta mezcla se puede devolver a las etapas 1) o 2) o a ambas etapas.

Al separador de la etapa 3) se une una extrusora en la etapa 4), en la que se conduce la mezcla de la etapa 3) junto con hexametilendiamina en una cantidad apropiada para la compensación del defecto molar. La extrusora se acciona a una temperatura en el intervalo de 150 a 400ºC, preferentemente 200 a 370ºC, y se ajusta a un tiempo de residencia en el intervalo de 10 segundos a 30 minutos, preferentemente 2 segundos a 2 minutos. En la extrusora se eliminan igualmente componentes gaseosos mediante orificios de desgasificación.

Extrusoras apropiadas con etapas de desgasificación son conocidas por el especialista. En este caso, según la invención se pueden emplear preferentemente extrusoras de doble husillo, en cuyo caso se puede tratar de extrusoras de doble husillo sincrónicas o asincrónicas. Para una descripción de extrusoras se puede remitir a la EP-A-0 129 195 y la DE-A-195 14 145.

En la etapa 4 se añade hexametilendiamina con dosificación. La cantidad apropiada para la compensación del defecto molar se puede determinar mediante ensayos sencillos, pudiéndose determinar el contenido en grupos carboxilo terminales y el contenido en grupos amino terminales en la poliamida obtenida tras la extrusora. En la etapa 4) se añade con dosificación preferentemente una cantidad tal de hexametilendiamina, que el contenido en grupos amino terminales aumenta al menos en 20 mmoles/kg. El contenido en grupos amino terminales al final de la etapa 4) asciende a 70 hasta 220 mmoles/kg.

A la extrusión pueden seguir además una condensación adicional en fase sólida y un paso de granulado.

Fibras, cargas, colorantes, substancias auxiliares, o sus mezclas, se pueden alimentar directamente a la extrusora para el mezclado.

Las poliamidas obtenidas en la etapa 4) presentan preferentemente un índice de viscosidad en el intervalo de 20 a 200, de modo especialmente preferente de 40 a 80, en especial en el caso de empleo de la mezcla de monómeros descrita anteriormente. Además, según la invención es posible añadir otros aditivos, como oxazolinas, polímeros hiperramificados con grupos amino o carboxilo, y otros aditivos, en diferentes puntos del procedimiento. Los aditivos

se pueden añadir al separador, a modo de ejemplo antes o después de una bomba de descarga a continuación del reactor evaporador, como alimentación fría o alimentación caliente.

Poliamidas preferentes, adquiribles según la invención, poseen una temperatura de transición vítrea en el intervalo de 110 a 150ºC, y un punto de fusión en el intervalo de 280 a 320ºC. Presentan preferentemente una cristalinidad de más de un 20 %, y por lo tanto no son transparentes.

La invención se explica más detalladamente por medio de los siguiente ejemplos.

Ejemplos

La instalación para la obtención continua de poliamidas estables a altas temperaturas, constituidas por diaminas (hexametilendiamina, HMD) y ácidos dicarboxílicos, está constituida por los siguientes grupos funcionales:

preparación de carga

dosificación y calefacción

condensación previa

condensación final

rectificación de HMD

desgasificación y granulación

Descripción del procedimiento

A partir de las diaminas, ácidos dicarboxílicos, reguladores y agua, en la preparación de carga se obtiene la disolución de reacción en la caldera de agitación, y se traslada la misma al depósito de alimentación. A partir del depósito, por medio de bomba de alimentación, a través de la calefacción se dosifica la disolución de reacción en la cabeza del reactor evaporador vertical. En la instalación cargada con cuerpos de relleno y calentada con aceite reaccionan bajo presión y temperatura los monómeros bajo eliminación de agua (policondensación) para dar el producto previo de bajo peso molecular. La mezcla saliente, constituida por producto previo, agua de disolución y reacción en forma de vapor, así como parte de HMD no transformado, se conduce al separador conectado. En este se separa la fusión de polímero de las fracciones en forma de vapor. Las corrientes de vapor descargadas se conducen a la columna de rectificación y se riegan con agua fría. De este modo se separan los monómeros evaporados y las partículas de polímero arrastradas del vapor de agua. El HMD, que se produce en la cola en forma de disolución acuosa, se trasiega y se recircula a la disolución de reacción antes del reactor evaporador tras separación de partículas de polímero solidificadas entre tanto a través del filtro. La fusión de polímero del separador se enriquece con amina antes de la subsiguiente bomba de rueda dentada. A través de la bomba se dosifica la fusión a la extrusora, y el agua residual se desgasifica. El polímero descargado en hebras se enfría con agua y se granula.

Preparación de carga

Se disuelven todos los componentes de la carga (aproximadamente 360 kg) en la caldera de agitación a 95ºC. Tras 60 minutos de tiempo de dosificación se extrae una muestra para la determinación del valor de pH. El valor de pH se ajusta a un valor de 6,95-7,05 mediante adición de HMD o de una mezcla de ácido tereftálico/ácido isoftálico, para ajustar la estequiometría de la carga. A continuación se añade la cantidad de regulador requerida.

Si la carga se obtiene como se ha descrito, ésta se puede trasladar a la caldera de alimentación a través de un conducto oscilante.

Dosificación y calefacción

Condensación previa

Desde el depósito de alimentación se bombea la disolución de carga a través de una bomba de alimentación, temperada a 95ºC, al reactor evaporador. Simultáneamente se alimenta aún con agua que contiene oligómeros antes de la bomba de recirculación.

En este reactor calentado con aceite (Lauda Thermostat W 3151) reaccionan los monómeros bajo eliminación de agua para dar poliamida de bajo peso molecular, es decir, de cadena corta. Simultáneamente se evapora casi el agua de disolución y reacción total.

El reactor evaporador está constituido por 2 tubos con un diámetro de 33,6 mm y 1000 mm de longitud, así como por 2 tubos con un diámetro de 53 mm y 1000 mm de longitud, que están dispuestos de manera alternante. La carga está constituida por anillos Raschig de 6 mm con nervio central. De ello resulta un volumen de carga de 6,3 l con una cavidad de 1,1 l.

El reactor tubular está protegido del lado de entrada con una válvula de seguridad.

Condensación subsiguiente

El separador post-conectado sirve para la separación de fases de mezcla de prepolímero y vapor de agua, que afluye en la instalación a través de un tubo de entrada. El separador tiene una longitud constructiva de 1200 mm y un diámetro interno de 102 mm, afluyendo en forma cónica los últimos 5 cm. El tubo de presenta disposición excéntrica lateralmente. Con ayuda de este tubo de 8 mm abierto hacia abajo, la mezcla de fases se introduce en la mitad del separador cerca de la pared.

Para mantener fundido el prepolímero se tempera el separador con aceite de calefacción a través de una camisa doble. Los vapores abandonan la instalación a través del conducto de vapores en la tapa en el sentido de la columna de rectificación HMD.

Ya que este sistema está bajo presión (16 bar), en la fusión de poliamida queda disuelta una fracción de agua reducida.

Esta fracción de agua limita el aumento de peso molecular y conduce a una depresión de punto de fusión.

La fusión de poliamida se alimenta a la extrusora de desgasificado a través de una bomba de descarga.

Recirculación HMD

Los vapores se introducen en una columna de rectificación no calentada. En esta se lavan éstos con agua en contracorriente. En este caso se descargan de la columna oligómeros hidrosolubles con el agua de lavado. El control de la presión en la columna se efectúa a través de una válvula de regulación calentada con vapor en la cabeza de la columna. Esta está constituida por un tubo de 1200 mm de longitud con un diámetro interno de 81 mm y una parte de cabeza y una parte de fondo. En la parte inferior del tubo se encuentran 1,8 l de anillos Pall de 10 mm. En este apilado termina un tubo curvado 180º (vara acodada) como alimentación de la cola bombeada. El resto del tubo está cargado con 4,85 l de anillos Raschig de 10 mm sin nervio. Los cuerpos de relleno están fijados entre las bridas mediante 2 redes. A través de la caperuza se riega por aspersión la columna. Por debajo de la columna se encuentra una medida de nivel a través de diferencia de presión. En la columna se lavan las fracciones orgánicas a partir de los vapores por medio de riego por aspersión. A partir del circuito de recirculación de la cola de la columna (aproximadamente 150 l/h) se devuelve la fracción precipitada en la corriente de producto antes del reactor evaporador. La cantidad de recirculación asciende aproximadamente a 1 l/h. La corriente de cabeza de la columna se descarga. Esta corriente de cabeza (aproximadamente 15 kg/h) contiene el agua total y una fracción reducida de HMD (0,3-0,5 %). El HMD se considerará como pérdida, ya que se extrae de la reacción.

Desgasificación y granulación

Una bomba de descarga (bomba de rueda dentada) regula la corriente de producto constante a la extrusora. En el caso de la extrusora se trata de una ZDSK 30. El hermetizado del husillo hacia abajo se efectúa por medio de una dosificación de alimentación en frío de 0,2 kg de granulado. En la extrusora se elimina el agua contenida en la fusión de polímero a través de una desgasificación de avance y una desgasificación de retroceso. La fusión de polímero se descarga con una placa de toberas de 3 mm como hebra, y se enfría en el baño de agua, y a continuación se granula con una granulación de entrada. El granulado obtenido se reúne sin secar.

Parámetros

A 170,8 kg de agua se añadieron 91,5 kg de disolución de hexametilendiamina (al 69,47 % en agua, BASF) x 4 kg de Dicycan (BASF) o metaxilendiamina (MXD) x 5 kg de ácido tereftálico, x 6 kg de ácido isoftálico (Lonza) en un depósito de empleo a 90ºC.

Se bombearon 22,2 kg/h de disolución salina en la instalación 39 a x 8ºC de temperatura externa (evaporador) y x 9ºC de temperatura externa (separador) y 17 bar. La columna se accionó con un riego por aspersión de 1 kg/h y x 12 kg/h de recirculación, x 13 % en moles de HMD/HMD se recicló al inicio). X 14 % en peso/ se añadieron agentes de copulado a los monómeros (posición 1-2-3-4) X 15 HMD pérdida en % en moles/HMD inicial.

La fusión de polímero se extrusionó a 310ºC y se granuló, y después se temperó a 200ºC x17 horas.

X 18: VZ antes de temperado, x 19: AEG antes de temperado

X 20: VZ tras 20 horas de temperado

X 21: AEG tras 20 horas de temperado

Los resultados se reúnen en la siguiente tabla.

	X4 Dicycan/MXD kg	X5 TPS kg	X6 IPS Kg	X8 IT Evap. ºC	X9 AT Sep ºC	X12 Recirc. Kg/h	X13 Refl. % en moles	X14 Ag. copulado Kg/h	X15 HMD Pér-dida % en moles	X17 Ag. copulado Dosifica-ción	X18 VZ	X19 AEG mmol/kg	X20 VZ 20 h.	X21 AEG mmol/kg
Ej. 1	D4,54	61	33,49	316	316	146	0,38	nulo	0,68	-	63	81	90	33
Ej. 2	D4,54	61	33,49	316	316	152	0,38	HMD 0,1	1,72	1	63	-	107	-
Ej. 3	D4,54	61	33,49	316	316	149	0,38	HMD 0,2	0,47	1	57	191	125	103
Ej. 4	D4,54	61	33,49	315	315	142	0,38	HMD 0,1	0,68	2	53	170	114	104
Ej. 5	D4,54	61	33,49	316	316	149	0,38	D 0,18	0,63	1	56	172	111	83
Ej. 6	D4,54	61	33,49	316	316	149	0,38	D 0,18	0,6	1	58	74	102	100
Ej. 7	D4,54	61	33,49	315	315	150	0,38	D 0,18	0,76	4	51	214	105	108
Ej. 8	MXD3,66	64,73	30,61	318	318	157	0,38	MXD 0,12	0,67	1	65	141	160	65
Ej. 9	MXD3,66	64,73	30,61	318	318	138	0,38	HMD 0,1	0,58	1	64	115	127	60
Ej. 10	MXD3,66	66,66	28,7	319	319	0	0,38	MXD 0,12	0,72	1	64	143	149	66

REIVINDICACIONES

1.- Procedimiento para la obtención de una poliamida a base de ácidos dicarboxílicos y diaminas con las siguientes etapas:

1) puesta a disposición de una mezcla de monómeros acuosa que está constituida por una mezcla de ácidos dicarboxílicos formada por un 60 a un 88 % en peso de ácido tereftálico y un 12 a un 40 % en peso de ácido isoftálico, en el que se puede substituir también hasta un 20 % en peso de mezcla de ácidos dicarboxílicos por otros ácidos dicarboxílicos, y hexametilendiamina, que puede estar substituida hasta en un 20 % en peso por otras diaminas con 2 a 30 átomos de carbono, presentándose en la mezcla de monómeros cantidades equimolares de ácidos dicarboxílicos y diaminas,

2) traslado de la mezcla acuosa de la etapa 1) a un reactor de evaporación accionado de manera continua, en cuyo caso se trata de un reactor tubular vertical, de circulación descendente, en el que se hacen reaccionar diaminas y ácidos dicarboxílicos a una temperatura en el intervalo de 100 a 370ºC y una presión en el intervalo de 1 a 50 bar,

3) traslado de la mezcla de la etapa 2) a un separador, que se acciona a una temperatura en el intervalo de 100 a 370ºC, bajo separación de componentes gaseosos, separándose en forma gaseosa un 0,5 a un 15 % en peso de hexametilendiamina empleada en la etapa 1), y presentándose a la salida de la etapa 3) un defecto molar de diaminas de un 1 a un 10 % en moles, referido respectivamente al otro componente,

4) traslado de la mezcla de la etapa 3) junto con hexametilendiamina a una cantidad apropiada para la compensación del defecto molar y para el aumento del contenido en grupos amino terminales en al menos 20 mmoles/kg, en una extrusora que se acciona a una temperatura en el intervalo de 150 a 400ºC, durante un tiempo de residencia en el intervalo de 10 segundos a 30 minutos, bajo eliminación de componentes gaseosos mediante orificios de desgasificación, de modo que el contenido en grupos amino terminales aumenta en al menos 20 mmoles/kg, y en el extremo de la extrusora el contenido en grupos amino terminales en la poliamida obtenida asciende a 70 hasta 220 mmoles/kg.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque a la extrusión sigue una condensación subsiguiente en fase sólida y un paso de granulación.

3.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 o 2, caracterizado porque se alimentan directamente a la extrusora fibras, cargas, colorantes, substancias auxiliares o sus mezclas para el mezclado.