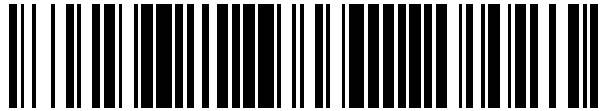


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 398 377**

51 Int. Cl.:

C08G 69/16

(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **17.04.2001 E 01923993 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **31.10.2012 EP 1274767**

54 Título: **Procedimiento para la preparación simultánea de poliamidas con al menos dos viscosidades diferentes**

30 Prioridad:

21.04.2000 EP 00201422

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

15.03.2013

73 Titular/es:

**DSM IP ASSETS B.V. (100.0%)
HET OVERLOON 1
6411 TE HEERLEN, NL**

72 Inventor/es:

BUIJS, WIM

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 398 377 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 para la preparación simultánea de poliamidas con al menos dos viscosidades diferentes

La invención se refiere a un procedimiento para la preparación simultánea de poliamida-6 con al menos dos viscosidades diferentes, que comprende la prepolimerización de ϵ -caprolactama y/u otros precursores de poliamida-6 en presencia de agua.

El documento JP-A-57053532 describe un dispositivo para producir simultáneamente poliamida-6 con diferentes viscosidades. El dispositivo consiste en una torre de prepolimerización en la que la ϵ -caprolactama se convierte con agua a una temperatura de 200-300°C en un prepolímero, y el prepolímero se alimenta a al menos dos torres de condensación, colocadas en paralelo, en las que el prepolímero se polimeriza posteriormente a una temperatura de 230-300°C y la viscosidad del polímero obtenido se varía variando la cantidad de estabilizante de la viscosidad añadido y/o variando la cantidad de agua eliminada.

Una desventaja de producir poliamida-6 con diferentes viscosidades en tal dispositivo es que se requieren tiempos de permanencia globales prolongados debido a que se necesita para cada viscosidad deseada de poliamida-6 una torre de condensación distinta. La necesidad de torres de condensación distintas, es decir, equipo extra del procedimiento, y de este modo inversiones extra, hace a este procedimiento no atractivo cuando se lleva a cabo a una escala grande y comercial.

El objeto de la invención es un procedimiento para preparar simultáneamente poliamida-6 con diferentes viscosidades para el cual se necesitan tiempos de residencia globales más cortos. Este objeto se logra porque al menos parte del agua necesaria se suministra a la prepolimerización vía la fase gaseosa, y el prepolímero obtenido se mueve progresivamente y se trata con un gas inerte en al menos dos zonas de reacción o reactores de condensación, colocados en serie, y la prepolimerización y la condensación se llevan a cabo en un reactor o reactores o zonas de reacción que tienen una interfaz que se autorrenueva entre la fase fundida y la fase gaseosa con una gran relación superficie/volumen de la fase fundida, y la fase fundida se mezcla relativamente fuerte.

Se ha encontrado que, con el procedimiento según la invención, se puede preparar simultáneamente poliamida-6 con diferentes viscosidades con un tiempo de residencia total en el reactor o zonas de reacción que es significativamente menor que en el procedimiento como se describe en el documento JP-A-57053532. Esto es ventajoso porque es necesario menos equipo de procedimiento para obtener cantidades comparables de poliamida-6. Otra ventaja del procedimiento según la invención es que hay una gran flexibilidad en la producción de poliamida-6 con grados diferentes. Todavía otra ventaja del procedimiento según la invención es que no es necesaria la post-condensación en fase sólida para obtener poliamida-6 de peso molecular elevado que tiene una viscosidad relativa, medida en ácido fórmico, mayor que la viscosidad relativa de poliamida-6 obtenida según el método VK convencional (VK = Vereinfacht Kontinuerlich). En general, la poliamida-6 obtenida con el método VK tiene una viscosidad relativa η_{rel} , medida en ácido fórmico, de entre 2,0-2,8 después de un tiempo de residencia de entre 10-20 horas. La viscosidad relativa es una indicación del grado de polimerización. Si se requiere poliamida-6 que tiene un grado de polimerización mayor que poliamida-6 obtenida con el método VK, se emplea después una post-condensación en fase sólida. Este proceso de post-condensación en fase sólida requiere generalmente al menos 12 horas.

Por precursores de poliamida-6 se quiere decir ácido 6-aminocaproico, amida 6-aminocaproica, éster de 6-aminocaproato, oligómeros de estos compuestos, y/o polímeros de estos compuestos.

El ácido 6-aminocaproico, el éster de 6-aminocaproato, la 6-aminocaproamida, los oligómeros de estos compuestos, y/o los polímeros de estos compuestos se pueden obtener mediante diversos procedimientos. Por ejemplo, en el documento US-A-4730040 se describe un procedimiento en el que se obtiene una mezcla acuosa que contiene ácido 6-aminocaproico y algo de ϵ -caprolactama partiendo de éster de 5-formilvalerato.

Además, en el documento EP-A-729943 se describe un procedimiento en el que se obtiene una mezcla acuosa que contiene ácido 6-aminocaproico, 6-aminocaproamida y ϵ -caprolactama partiendo también de un éster de 5-formilvalerato. El documento US-A-5068398 describe un procedimiento en el que se obtiene una mezcla acuosa que contiene éster de 6-aminocaproato y algo de ϵ -caprolactama partiendo de un éster de 5-formilvalerato.

Otros ejemplos de precursores de poliamida-6, que se pueden usar en el procedimiento según la invención, son desecho de procesamiento de poliamida-6, desecho de alfombra de poliamida-6 y/o agua de lavado de extracción de poliamida-6.

La ϵ -caprolactama y/o los precursores de poliamida-6, que se pueden obtener mediante los procedimientos descritos anteriormente, se llevan preferiblemente al reactor o zona de reacción de prepolimerización como un líquido, por ejemplo como una masa fundida.

Como se usa aquí, el término agua en la fase gaseosa es preferiblemente vapor de agua sobrecalentado. Si no se señala lo contrario, todas las referencias en la descripción a vapor de agua significarán vapor de agua sobrecalentado.

Con prepolimerización se quiere decir apertura de anillo de al menos una parte de la ϵ -caprolactama, bajo la influencia de agua, hasta el ácido 6-aminocaproico correspondiente, y la polimerización subsiguiente de ácido 6-aminocaproico a un prepolímero de ϵ -caprolactama. Este prepolímero consiste esencialmente en poliamida-6 de bajo peso molecular que tiene una viscosidad relativa η_{rel} de alrededor de 1,2-1,6 según se mide en ácido fórmico.

5 En el caso de que el procedimiento de la invención se lleve a cabo partiendo de ácido 6-aminocaproico o mezclas de ácido 6-aminocaproico y otros precursores de poliamida-6, la prepolimerización se puede llevar a cabo en ausencia de cualquier agua.

10 En la etapa de condensación, el prepolímero se polimeriza adicionalmente mediante policondensación y poliadición a una poliamida-6 que tiene una viscosidad relativa de entre 1,6 y 6,0 según se mide en ácido fórmico. La poliamida-6 con una viscosidad relativa de entre 1,6 y 6,0 según se mide en ácido fórmico se puede usar para la producción de filamentos, fibras y plásticos diseñados.

15 El procedimiento de la invención se lleva a cabo en un reactor o en varios reactores en serie. Según una realización, la prepolimerización se lleva a cabo en un reactor, la condensación se lleva a cabo en un reactor distinto, colocado en serie con el reactor previo. La condensación se lleva a cabo preferiblemente en diferentes zonas de reacción, cuyo número corresponde al número de polímeros con diferentes viscosidades. En otra realización preferida, todas las reacciones se llevan a cabo en un reactor con diferentes zonas de reacción para la prepolimerización y la condensación. Se ha encontrado que todas las etapas del procedimiento de la invención se pueden llevar a cabo ventajosamente a temperatura y presión constantes. Esto es ventajoso debido a que, por el hecho de que la temperatura y la presión se pueden mantener constantes en todas las etapas de la polimerización, el procedimiento de la invención se puede llevar a cabo en un reactor. En esta realización preferida, la condensación se lleva a cabo preferiblemente en diferentes zonas de reacción, cuyo número corresponde al número de polímeros con diferentes viscosidades.

25 En el procedimiento según la invención, la prepolimerización y la condensación se llevan a cabo en un reactor o reactores o zonas de reacción provistas con medios mediante los cuales se efectúa una interfaz que se autorrenueva entre la fase fundida y la fase gaseosa con una gran relación superficie/volumen de la fase fundida, y mediante los cuales la fase fundida se mezcla relativamente fuerte. Por ejemplo, la relación superficie/volumen de la fase fundida es 5 m^{-1} , preferiblemente mayor que 10 m^{-1} , más preferiblemente 40 m^{-1} , lo más preferible mayor que 100 m^{-1} . La relación en volumen de fase fundida/fase gaseosa es generalmente menor que 1, preferiblemente menor que 0,5, más preferiblemente menor que 0,2.

30 Los reactores que tienen medios mediante los cuales se efectúa una interfaz que se autorrenueva entre la fase fundida y la fase gaseosa, y en los que se puede lograr un mezclamiento relativamente fuerte de la fase fundida, son conocidos per se y comprenden, entre otros, reactores horizontales de superficies raspadas. Por mezclamiento relativamente fuerte se quiere decir mezclamiento de manera que la fase fundida se amasa intensamente y está presente un gran volumen de gas que tiene una presión parcial relativamente elevada del vapor de agua. Además, se ha encontrado que es muy preferida una capa delgada, cuya composición se renueva constantemente mediante fuerzas de cizallamiento, como es el caso en reactores de superficies raspadas. Los ejemplos de tales reactores de superficies raspadas se describen en, entre otros, los documentos DE-A-4126425 y BE-A-649023. Se encontró que era particularmente adecuado un reactor del tipo mezclador turbulento, en el que se promueve la transferencia másica axial y radial mediante paletas de agitación que al mismo tiempo están provistas de raspadores por medio de los cuales el producto es embadurnado sobre toda la superficie interna de la vasija del reactor horizontal. Tal tipo de reactor está comercialmente disponible hasta una capacidad total de 50.000 litros, por ejemplo de Drais, Mannheim, DE.

45 Al menos una parte, pero preferible todo, el agua necesaria para la prepolimerización se suministra vía la fase gaseosa a la masa del reactor. Preferiblemente, la mezcla de partida se calienta en primer lugar hasta la temperatura de la prepolimerización, y subsiguientemente se suministra el agua a la masa del reactor. El calentamiento de la mezcla de partida hasta la temperatura de la prepolimerización se puede llevar a cabo en una vasija distinta o en el reactor en el que se lleva a cabo la prepolimerización. La cantidad de vapor de agua que está presente y/o se introduce en el reactor/zona de reacción de prepolimerización en la fase gaseosa está preferiblemente entre 50 y 100% en peso. Esto produce una cantidad de agua en la masa fundida de entre 0,1 y 5,0% en peso.

50 La prepolimerización se lleva a cabo preferiblemente a una temperatura de entre alrededor de 220 y 290°C, más preferiblemente a una temperatura de entre alrededor de 260 y 280°C.

55 La presión de la prepolimerización está generalmente entre 0 y 5 MPa, preferiblemente entre 0 y 2 MPa, y más preferiblemente entre 0,1 y 1 MPa. La atmósfera por encima de la masa fundida es generalmente una mezcla de un gas inerte y vapor de agua. Se debe excluir el oxígeno tanto como sea posible para evitar la decoloración de la poliamida.

El tiempo de residencia en el reactor o zona de reacción de la prepolimerización puede variar entre 0 y 60 minutos, y depende esencialmente de la temperatura y presión aplicadas. Preferiblemente, el tiempo de residencia está entre 10 y 45 minutos.

5 El agua en la atmósfera gaseosa se puede suplementar, por ejemplo, mediante recirculación de la fase gaseosa, suplementándose el agua consumida fuera del reactor (zona), o mediante inyección de vapor de agua sobrecalentado al reactor (zona). Es preferible el primer método. El segundo método tiene el inconveniente adicional de que se debe suministrar la energía requerida para la evaporación del agua por medio de instalaciones relativamente costosas en el reactor (zona).

10 El prepolímero obtenido en el reactor o zona de reacción de prepolimerización se polimeriza adicionalmente en al menos dos zonas de reacción o reactores colocados en serie.

15 El prepolímero obtenido se mueve progresivamente y se trata con un gas inerte en al menos dos zonas de reacción o reactores, colocados en serie. El prepolímero con una viscosidad relativa baja se alimenta en el primer reactor o zona de reacción y se somete a mezclado mientras se extrae del reactor una corriente de gas inerte. De esta manera, se elimina continuamente agua de la masa de reacción muy rápidamente, de manera que se puede obtener muy rápidamente poliamida-6 con la primera viscosidad relativa deseada. La poliamida-6 restante con la primera viscosidad relativa deseada se mueve subsiguientemente al segundo reactor o zona de reacción y se somete a mezclado mientras se extrae del reactor una corriente de gas inerte. De esta manera, se elimina continuamente agua de la masa de reacción muy rápidamente, de manera que se puede obtener muy rápidamente poliamida-6 con la segunda viscosidad relativa deseada.

20 Se ha encontrado que con el procedimiento de la invención, se puede obtener de manera muy simple poliamida-6 con diferentes viscosidades relativas, variando principalmente la cantidad de vapor sobrecalentado en el gas inerte (% en peso) mientras se mantiene constante la presión total (presión de agua y de gas inerte). El tiempo de residencia codetermina la viscosidad relativa obtenida. La cantidad de vapor de agua sobrecalentado en el gas inerte (% en peso) en la condensación puede variar entre 0 y 10% en peso.

25 Se ha encontrado sorprendentemente que la poliamida-6 obtenible con el procedimiento según la invención tiene una concentración de dímero cíclico y/o una concentración de ϵ -caprolactama que es notablemente menor que con los procedimientos convencionales de la técnica anterior para preparar poliamida-6. Las poliamidas-6 obtenibles con el procedimiento según la invención contienen menos de 11% en peso, preferiblemente menos de 7% en peso de ϵ -caprolactama, y/o contienen menos de 0,6% en peso, preferiblemente menos de 0,2% en peso de dímero cíclico. Un nivel bajo de ϵ -caprolactama y/o dímero cíclico en la poliamida-6 es ventajoso debido a que es suficiente una capacidad de extracción reducida para eliminarlos de la poliamida-6.

30 En una realización de la invención, un prepolímero que tiene una viscosidad relativa de entre 1,2 y 1,6 (según se mide en ácido fórmico) se alimenta a un primer reactor o zona de reacción de condensación en la que se suministra gas inerte en una cantidad de manera que la cantidad de vapor de agua en el gas inerte (% en peso) está entre 0 y 10% en peso. La poliamida-6 obtenida al final de esta primera zona de reacción o reactor de condensación, colocado en serie, tiene una viscosidad relativa de entre 1,6 y 6,0 según se mide en ácido fórmico.

35 Una parte de la poliamida-6 obtenida al final del primer reactor o zona de reacción de condensación se alimenta subsiguientemente a un segundo reactor o zona de reacción de condensación, colocado en serie, en la que la cantidad de vapor de agua en el gas inerte (% en peso) está entre 0 y 10% en peso. La poliamida-6 obtenida al final de este segundo reactor o zona de reacción de condensación tiene una viscosidad relativa de entre 1,6 y 6,0 según se mide en ácido fórmico.

Los ejemplos del gas inerte son N_2 y CO_2 . Un gas inerte preferido es N_2 gaseoso.

La temperatura en la condensación está generalmente entre 220 y 290°C, preferiblemente entre 260 y 280°C.

40 La presión de la condensación está generalmente entre 0 y 5 MPa, preferiblemente entre 0 y 2 MPa, y más preferiblemente entre 0,1 y 1 MPa.

El tiempo de residencia en el reactor o reactores o zona o zonas de reacción de condensación, colocados en serie, se puede variar entre 0 y 360 minutos. A una cierta cantidad de vapor de agua sobrecalentado en gas inerte y a una cierta presión y temperatura, el tiempo de residencia determina la viscosidad relativa de la poliamida-6.

45 La invención también se refiere a un procedimiento para la preparación simultánea de ϵ -caprolactama y al menos una poliamida-6 de cierta viscosidad, que comprende la prepolimerización de ϵ -caprolactama y/u otros precursores de poliamida-6 en presencia de agua, en el que al menos parte del agua necesaria se suministra a la prepolimerización vía la fase gaseosa, el prepolímero obtenido se mueve progresivamente y se trata con un gas inerte en al menos una zona de reacción o reactor de condensación. La poliamida-6 obtenida o una parte de la poliamida-6 obtenida se mueve progresivamente y se trata con vapor de agua sobrecalentado en un reactor o zona de reacción de despolimerización, y la prepolimerización, la condensación y la despolimerización se llevan a cabo en

zonas de reacción o en un reactor o reactores, colocados en serie, que tienen una interfaz que se autorrenueva entre la fase fundida y la fase gaseosa con una gran relación superficie/volumen de la fase fundida, y la fase fundida se mezcla relativamente fuerte.

5 En esta realización de la invención, la prepolimerización se puede llevar a cabo como se describe anteriormente. La condensación se puede llevar a cabo en una o más zonas de reacción o reactores, colocados en serie. En el caso de que se desee preparar poliamida-6 con diferentes viscosidades, la condensación se lleva a cabo preferiblemente en más de una zona de reacción o reactores, colocados en serie, y la cantidad de vapor de agua sobrecalentado en el gas inerte difiere en los diferentes reactores/zonas de reacción mientras que se puede mantener constante la presión total (presión de agua y de gas inerte).

10 Esta realización de la invención se lleva a cabo en un reactor o en varios reactores en serie. Preferiblemente, la prepolimerización, la condensación y la despolimerización se llevan a cabo en un reactor con diferentes zonas de reacción para la prepolimerización, la condensación y la despolimerización.

15 La despolimerización se lleva a cabo en presencia de vapor de agua sobrecalentado. Al menos una parte del agua necesaria para la despolimerización se suministra vía la fase gaseosa a la masa del reactor. La cantidad de agua, que está presente y/o se introduce en el reactor/zona de reacción de despolimerización, es generalmente tal que la relación vapor de agua sobrecalentado/mezcla de reacción (en peso) está preferiblemente entre 1 y 20. La mezcla de reacción es el peso total de la mezcla que se alimenta en el reactor (zona) de despolimerización. Se ha encontrado que con el procedimiento según la invención la cantidad de ϵ -caprolactama obtenida en el reactor o zona de reacción de despolimerización se puede variar variando principalmente la cantidad de vapor de agua sobrecalentado. Parte del vapor de agua sobrecalentado se puede sustituir por un gas inerte, por ejemplo nitrógeno. La cantidad de vapor de agua sobrecalentado en el gas inerte es preferiblemente mayor que 50% en peso.

20 La temperatura en la despolimerización está generalmente entre 250 y 400°C, y preferiblemente entre 270 y 350°C. La despolimerización se lleva a cabo preferiblemente a una temperatura mayor que la prepolimerización y la condensación.

25 La presión de la despolimerización está generalmente entre 0,1 y 10 MPa, preferiblemente entre 0,1 y 2 MPa. La despolimerización se lleva a cabo preferiblemente a una presión igual a la presión de la prepolimerización y la condensación.

30 En esta realización de la invención, la fase gaseosa obtenida en la despolimerización comprenderá vapor de agua y ϵ -caprolactama. La ϵ -caprolactama se puede aislar de esta corriente gaseosa obtenida en esta realización de la invención mediante métodos normales conocidos por el experto en la técnica, por ejemplo como se describe en el documento US-A-3658810. Preferiblemente, la ϵ -caprolactama se aísla mediante condensación parcial, en la que se obtiene una fase acuosa líquida que contiene ϵ -caprolactama y agua y una fase gaseosa que contiene vapor de agua. El vapor de agua se puede reusar en el procedimiento según la invención, por ejemplo haciendo pasar en primer lugar vapor de agua vía un intercambiador de calor.

35 El procedimiento de la presente invención se lleva a cabo preferiblemente como un procedimiento continuo en el que se alimentan continuamente vapor de agua sobrecalentado, gas inerte y los compuestos de partida, y el producto se descarga continuamente de, por ejemplo, un reactor de tipo Drais. El procedimiento operado de forma continua según la invención se puede poner en práctica en un aparato reactor que está provisto de una entrada para el material de partida, medios para suministrar vapor de agua y gas inerte de manera que el vapor de agua y el gas inerte estén en contacto con la masa de reacción, y una salida para el vapor de agua, el gas inerte, la poliamida-6 y opcionalmente ϵ -caprolactama.

40 La invención se elucidará con los siguientes ejemplos no limitantes.

Ejemplo I

45 Un reactor de ensayo de 100 l de tipo DRAIS TR 100 (un reactor tubular horizontal equipado con un eje de giro en el que se montan dispositivos de mezclamiento y de raspado), conectado con una entrada y una salida de gas y un controlador de presión, se llenó con 25 kg de ϵ -caprolactama, y se fundió bajo una corriente de gas nitrógeno. El reactor se calentó hasta 275°C a una presión de 0,5 MPa. Subsiguientemente, se suministraron 10 kg/h de vapor de agua sobrecalentado (temperatura de 275°C) al reactor durante 30 minutos, manteniendo una presión de 0,5 MPa. El gas de escape resultante se condujo a una vasija que contiene alrededor de 500 l de agua. Después de 30 minutos, el caudal de vapor de agua se sustituyó por un caudal de nitrógeno de alrededor de 20 kg/h durante 70 minutos. Se tomó una muestra de poliamida descargando parcialmente el reactor en agua fría. La muestra de poliamida obtenida después de un tiempo de residencia total en el reactor de 100 minutos (Σ tiempo) se evaluó en términos de viscosidad relativa (según se determina en ácido fórmico), y el nivel de ϵ -caprolactama (CL) y dímero cíclico (CD); véase la Tabla. El caudal de nitrógeno de alrededor de 20 kg/h se suministró al reactor durante otros 55 100 minutos. Se tomó una segunda muestra (Σ tiempo = 200 minutos) y se evaluó (véase la Tabla).

Ejemplo II

Un reactor de ensayo de 100 l de tipo DRAIS TR 100 como se describe en el Ejemplo I se llenó con 30 kg de ácido 6-aminocaproico, y se fundió bajo una corriente de gas nitrógeno. El reactor se calentó hasta 275°C a una presión de 0,5 MPa. Después, se suministraron 20 kg/h de un caudal de vapor de agua/nitrógeno, que contiene 0,3% en peso de vapor de agua (temperatura de 275°C), al reactor durante 60 minutos, manteniendo una presión de 0,5 MPa. Las muestras de poliamida se tomaron y evaluaron como se describe en el Ejemplo I. Se tomó una primera muestra de poliamida después de un tiempo de residencia total de 60 minutos (Σ tiempo = 60 minutos). Después, las condiciones de reacción en el reactor se cambiaron suministrando un caudal de vapor de agua/nitrógeno de alrededor de 20 kg/h que contiene 1,8% en peso de vapor de agua durante 30 minutos (tiempo). Se tomó una segunda muestra (Σ tiempo = 90 minutos) y se evaluó (véase la Tabla). Se tomó una tercera muestra y se evaluó después de otros 30 minutos de tiempo de reacción, durante los cuales se suministró un caudal de vapor de agua/nitrógeno de alrededor de 20 kg/h que contiene 0,3% en peso de vapor de agua (Σ tiempo = 120 minutos) (véase la Tabla).

Ejemplo III

Se repitió el Ejemplo I con la excepción de que la temperatura se elevó hasta 300°C después de 210 min. Después, el gas de escape se condujo a un enfriador, que funcionó con agua de alrededor de 65°C. Una muestra del condensado resultante contenía 12,1% en peso de ϵ -caprolactama. Se tomaron muestras del reactor y se evaluaron como se describe anteriormente después de tiempos de residencia totales de 90, 210 y 270 minutos (véase la Tabla).

En todos los experimentos, se usó el agitador del reactor, que consiste en un eje central con 4 brazos a distancias fijas a un ángulo de 90°, a una velocidad constante de 20 revoluciones por minuto.

Cada brazo del agitador se proporcionó con una paleta especialmente conformada que permite el mezclado de la mezcla de reacción mediante cizallamiento con la pared del reactor. Embadurnando la mezcla de reacción sobre la superficie de la pared, se obtuvo una renovación elevada de la superficie.

Tabla 1. Condiciones del procedimiento y resultados analíticos de los ejemplos I-III

Ejemplo	H ₂ O en el caudal de vapor de agua/nitrógeno (% en peso)	tiempo (min.)	Σ tiempo (min.)	Visc. Rel.	CL (% en peso)	CD (% en peso)
I	100,0	30	30	-	-	-
	0,0	70	100	2,67	6,31	0,32
	0,0	200	300	4,02	2,62	0,46
II	0,3	60	60	2,64	8,14	0,22
	1,8	30	90	2,64	6,39	0,23
	0,3	30	120	3,03	5,71	0,30
III	100,0	60	60	-	-	-
	0,0	60	90	2,57	8,14	0,16
	0,0	120	210	3,52	2,81	0,58
	100,0	60	270	1,52	10,68	0,22

Estos ejemplos muestran que el método según la invención produce poliamidas de diferentes viscosidades como una función de las condiciones del procedimiento en tiempos de residencia muy cortos. El Ejemplo II muestra además que alternativamente la viscosidad se puede mantener fácilmente en cierto nivel deseado ajustando la relación de vapor de agua/nitrógeno. Esto es una estrategia de control del procedimiento importante. Además, el ejemplo III muestra que, si se desea, la poliamida obtenida también se puede despolimerizar nuevamente a ϵ -caprolactama en un tiempo corto.

Será evidente para los expertos en la técnica que estos experimentos por lotes se pueden transformar fácilmente en un procedimiento continuo, que consiste en un único reactor con diferentes zonas. Es suficiente separar las diferentes fases gaseosas de las zonas por medio de simples placas, puesto que todo el procedimiento funciona a presión constante.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Un procedimiento para la preparación simultánea de poliamida-6 con al menos dos viscosidades diferentes, que comprende la prepolimerización de ϵ -caprolactama y/u otros precursores de poliamida-6 en presencia de agua, en el que al menos parte del agua necesaria es suministrada a la prepolimerización vía la fase gaseosa, y el prepolímero obtenido se mueve progresivamente y se trata con un gas inerte en al menos dos zonas de reacción o reactores de condensación, colocados en serie, y la prepolimerización y la condensación se llevan a cabo en un reactor o reactores o zonas de reacción que tienen una interfaz que se autorrenueva entre la fase fundida y la fase gaseosa con una gran relación superficie/volumen de la fase fundida, y la fase fundida se mezcla relativamente fuerte.
- 10 2. Un procedimiento según la reivindicación 1, en el que la prepolimerización y la condensación se llevan a cabo en un reactor que tiene diferentes zonas de reacción.
3. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1-2, en el que la prepolimerización se lleva a cabo en presencia de vapor de agua sobrecalentado que produce 0,1 a 5,0% en peso de agua en el fundido.
4. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1-3, en el que la prepolimerización se lleva a cabo a una temperatura de alrededor de 260 y 280°C.
- 15 5. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1-4, en el que la cantidad de vapor de agua sobrecalentado en gas inerte (% en peso) y/o el tiempo de residencia en la condensación se varían.
6. Procedimiento según la reivindicación 5, en el que la cantidad de vapor de agua sobrecalentado en gas inerte (% en peso) en la condensación varía entre 0 y 10% en peso.
- 20 7. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1-6, en el que la condensación se lleva a cabo en dos zonas de reacción o reactores colocados en serie.
- 25 8. Un procedimiento para la preparación simultánea de ϵ -caprolactama y al menos una poliamida-6 de cierta viscosidad, que comprende la prepolimerización de ϵ -caprolactama y/u otros precursores de poliamida-6 en presencia de agua, en el que al menos parte del agua necesaria se suministra a la prepolimerización vía la fase gaseosa, el prepolímero obtenido se mueve progresivamente y se trata con un gas inerte en al menos una zona de reacción o reactor de condensación, la poliamida-6 obtenida o una parte de la poliamida-6 obtenida se mueve progresivamente y se trata con vapor de agua sobrecalentado en un reactor o zona de reacción de despolimerización, y la prepolimerización, la condensación y la despolimerización se llevan a cabo en zonas de reacción o en un reactor o reactores, colocados en serie, que tienen una interfaz que se autorrenueva entre la fase fundida y la fase gaseosa con una gran relación superficie/volumen de la fase fundida, y la fase fundida se mezcla relativamente fuerte.
- 30 9. Procedimiento según la reivindicación 8, en el que la cantidad de vapor de agua sobrecalentado en gas inerte es mayor que 50% en peso.
10. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1-9, en el que la relación superficie/volumen de la fase fundida es mayor que 10 m^{-1} .
- 35 11. Procedimiento según la reivindicación 10, en el que la relación superficie/volumen de la fase fundida es mayor que 40 m^{-1} .
12. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1-11, en el que el reactor es un reactor horizontal de superficie raspada.