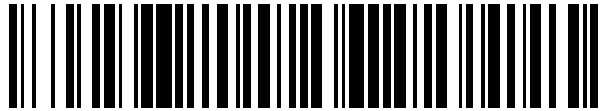


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 526 525**

51 Int. Cl.:

C08G 69/18 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **28.11.2011 E 11788161 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **19.11.2014 EP 2646492**

54 Título: **Procedimiento para la polimerización de lactama**

30 Prioridad:

03.12.2010 EP 10193593

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
13.01.2015

73 Titular/es:

**BASF SE (100.0%)
67056 Ludwigshafen, DE**

72 Inventor/es:

**BIEDASEK, SILKE;
DESBOIS, PHILIPPE;
ABBOUD, MOHAMMED y
WOLLNY, ANDREAS**

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 526 525 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 polimerización de lactama

La presente invención se refiere a un nuevo procedimiento para la polimerización aniónica de monómeros de lactama.

5 Es conocida la polimerización aniónica de monómeros de lactama para la producción de poliamidas.

Por el documento DE-A-14 20 241 se conoce, por ejemplo, un procedimiento para la producción de cadenas de poliamida lineales por adición de KOH como catalizador y 1,6-bis-(N,N-dibutilureido)hexano como activador mediante la llamada polimerización aniónica de lactamas.

10 Por Polyamide, Kunststoff Handbuch (Poliamidas, manual de plásticos) vol. 3/4, ISBN 3-446-16486-3, 1998, editorial Carl Hanser, 49-52 se conoce la polimerización de lactama aniónica activada. En él se describe el uso de N-caprolactamato como catalizador combinado con derivados de acilactamas para la producción de poliamidas lineales.

15 Por Macromolecules (Macromoléculas), vol. 32, n.º 23 (1999) página 7726 se conoce asimismo la polimerización de lactama aniónica activada. En él se describe el uso de caprolactamato de sodio como catalizador combinado con N,N'-hexametilén-bis-(2-oxo-1-azepanilcarboxamida) para la producción de poliamidas lineales.

20 El procedimiento de polimerización por pulverización se conoce y se ha descrito en múltiples ocasiones en el estado de la técnica. Así, los documentos WO 2005/111088 A1 como WO 2006/024368 A1 describen, por ejemplo, la polimerización por pulverización radicalaria de monómeros como ácido acrílico, a fin de producir partículas poliméricas que se hinchan en agua ("superabsorbentes" o polímeros superabsorbentes, SAP) o espesantes poliméricos. El documento DE 10 2005 048 698 A1 aborda la polimerización por pulverización de isobuteno para obtener poliisobuteno (PIB).

25 En el documento US3325455 "Method of producing nylon powders" (Procedimiento de producción de polvos de nailon) se describe un procedimiento para la producción de polvos de polilactama mediante la polimerización de gotas de monómero. En este sentido, se produce la mezcla reactiva en un depósito de agitación calentado mezclando monómero de lactama, activador y catalizador. Esta mezcla se transporta por medio de una bomba y se pulveriza por medio de un inyector en un recipiente de reacción que está alimentado con gas inerte. La temperatura del gas se selecciona de tal manera que la reacción de polimerización comience inmediatamente.

30 Según el documento US 3325455, inicialmente los componentes se mezclan por lotes en un depósito de agitación para atomizarse después de forma continua. La conducción del procedimiento solo parcialmente continua según la presente divulgación, sin embargo, tiene como consecuencia que bien actualmente solo puede disponerse una cantidad muy pequeña de la mezcla de reacción o que en preparaciones más grandes, como consecuencia de la distribución del tiempo de residencia en el recipiente, aumenta la conversión de la mezcla de reacción durante la atomización, no pudiendo generarse ningún estado estacionario en el procedimiento. Asimismo, comienza a polimerizarse la mezcla de reacción a las temperaturas usadas de 150 °C ya en el recipiente, al menos con concentraciones elevadas de catalizador. De esta manera, el peso molecular P_m y la distribución de pesos moleculares cambian con el tiempo, así como la viscosidad y, por lo tanto, el tamaño de partícula. De este modo, con el tiempo el polvo de poliamida obtenido cambia de forma y propiedades.

40 El documento WO 2010/031705 divulga un procedimiento para la producción de partículas poliméricas mediante polimerización por emulsión radicalaria. El documento WO 2010/086433 A describe un procedimiento de polimerización aniónica en una fase oleosa; sin embargo, a este respecto el producto contiene una cierta fracción de aceite.

Asimismo, los procedimientos que se describen en el estado de la técnica en muchos casos suponen pérdidas relativamente altas de monómeros y, por lo tanto, un rendimiento relativamente pequeño de polímero.

45 Por tanto, se planteó el objetivo de proporcionar un procedimiento para la polimerización aniónica de monómeros de lactama que evitara las desventajas mencionadas. De este modo, se debería proporcionar un procedimiento que suministrara partículas de poliamida con propiedades de producto (como viscosidad y grado de reticulación) constantes; adicionalmente, el procedimiento debería proporcionar un rendimiento de producto lo más alto posible y proporcionar un tamaño de partícula y distribución de tamaño de partículas definidos. Además, las partículas de poliamida obtenidas deberían presentar las menos impurezas posibles.

50 El objetivo mencionado pudo conseguirse mediante el procedimiento de acuerdo con la invención, como se define en las reivindicaciones.

El objeto de la presente invención es, por tanto, un procedimiento para la producción de partículas de poliamida mediante polimerización aniónica de al menos una lactama usando al menos un catalizador y al menos un activador,

en el que se dosifican gotas discretas de la mezcla de reacción en una fase gaseosa circundante y se hacen reaccionar, en el que la dosificación de la lactama, del catalizador y del activador, así como la mezcla de los componentes se realiza de forma continua.

5 En el ámbito de la presente invención, el término "partícula de poliamida" se refiere a partículas aproximadamente esféricas con un diámetro medio de entre 1 y 2000 μm . Las partículas pueden ser porosas y/o estar rellenas con líquido.

En una forma de realización del procedimiento de acuerdo con la invención, se usa precisamente un monómero de lactama.

En una forma de realización del procedimiento de acuerdo con la invención, se usa precisamente un catalizador.

10 En una forma de realización especialmente preferente, se usa precisamente un activador.

A diferencia de procedimientos convencionales, en el procedimiento de acuerdo con la invención, la dosificación y mezclado de los componentes individuales y, por tanto, la producción de la mezcla reactiva, se realiza de forma continua. Esto conduce a condiciones de procedimiento estacionarias con propiedades de producto constantes y un tiempo de funcionamiento del procedimiento significativamente más alto.

15 El procedimiento de acuerdo con la invención se diferencia, por lo tanto, del documento US 3325455, al menos en la técnica de producción de la mezcla reactiva.

De acuerdo con la invención, el monómero de lactama (p. ej. ϵ -caprolactama), al menos un catalizador y al menos un activador, preferentemente separados uno del otro, se proporcionan como masa fundida. Todos los componentes se distribuyen y mezclan de forma continua.

20 El catalizador y el activador también pueden presentarse respectivamente en forma de solución en el monómero de lactama; no obstante, también es importante que el catalizador y el activador se dispongan separados entre sí.

25 En una forma de realización de la invención, inicialmente el activador se añade mezclándose en la corriente de lactama y el catalizador se introduce posteriormente en esta mezcla. Al añadir el catalizador se forma una mezcla reactiva. Esta puede transformarse, por ejemplo, en gotas discretas en un reactor alimentado con gas inerte caliente (p. ej. una torre de pulverización) mediante atomización vía un inyector o vía un nebulizador. Mientras las gotas descienden en el reactor, tiene lugar la polimerización aniónica de la lactama, y, por tanto, la producción de poliamida. Las partículas de poliamida se obtienen en la descarga.

El orden de introducción del activador y del catalizador puede invertirse en una forma de realización adicional de la invención.

30 Generalmente los recipientes y conductos de dosificación están regulados a una temperatura de entre el punto de fusión del monómero usado y la temperatura de reacción que prevalece en el interior del reactor, como, por ejemplo, un reactor de columna. No obstante, antes de la producción de la mezcla reactiva, la alimentación de monómeros también se puede ajustar a temperaturas de hasta 50 K por encima de la temperatura del gas en el interior del reactor.

35 Como "reactiva" se designa continuación a una mezcla que contiene respectivamente un monómero de lactama, al menos un catalizador y al menos un activador.

La conversión de reacción antes de la transformación en forma de gotas se puede ajustar entre el 0 y 50 %, preferentemente el 0 y 30 %, por medio del tiempo de residencia entre el punto de mezclado desde el que está presente la mezcla y el inyector, así como del control de temperatura en el periodo de tiempo de residencia,

40 Tras finalizar el procedimiento de acuerdo con la invención, la conversión no tiene por qué ser completa. Preferentemente la conversión al final del procedimiento según la invención se encuentra en el intervalo del 50 al 100 %, con especial preferencia del 90 al 100 %.

45 Como lactamas son adecuadas, por ejemplo, caprolactama, piperidona, pirrolidona, laurilactama o sus mezclas, preferentemente caprolactama, laurilactama o sus mezclas, con especial preferencia caprolactama o laurilactama. Además, también es posible usar una mezcla de monómero(s) de lactama con uno o más lactonas cíclicas, como, por ejemplo, caprolactona.

En una forma de realización preferente del procedimiento de acuerdo con la invención al menos una lactama se selecciona del grupo que comprende caprolactama, laurilactama y sus mezclas.

50 Como activador son adecuados, entre otros, diisocianatos alifáticos, como butilendiisocianato, hexametilendiisocianato (HDI), octametilendiisocianato, decametildiisocianato, undecametilendiisocianato, dodecametilendiisocianato, isoforondiisocianato, 4,4'-metilen-bis(ciclohexil)isocianato), así como diisocianatos

aromáticos, como toluilendiisocianato, 4,4'-metilenbis(fenilisocianato), o poliisocianatos como isocianuratos de hexametilendiisocianato, Basonat® HI 100 de BASF SE, alofanatos como alofanato de etilo o sus mezclas, preferentemente hexametilendiisocianato, isoforondiisocianato, con especial preferencia hexametilendiisocianato. Los diisocianatos pueden sustituirse por monoisocianatos.

- 5 De forma alternativa, como activador también son adecuados haluros de diácidos como cloruro del ácido butenodioico, bromuro del ácido butenodioico, cloruro del ácido hexametilendioico, bromuro del ácido hexametilendioico, cloruro del ácido octametilenodioico, bromuro del ácido octametilendioico, cloruro del ácido decametilendioico, bromuro del ácido decametilendioico, cloruro del ácido dodecimetilendioico, bromuro del ácido dodecimetilendioico, cloruro del ácido isoforondioico, bromuro del ácido isoforondioico, cloruro del ácido 4,4'-metilen-bis(ciclohexil)oico, bromuro del ácido 4,4'-metilenbis(ciclohexil)oico, como también, haluros de diácidos aromáticos, como cloruro del ácido toluilmetilendioico, bromuro del ácido toluilmetilendioico, cloruro del ácido 4,4'-metilenbis(fenil)oico, bromuro del ácido 4,4'-metilenbis(fenil)oico, o sus mezclas, preferentemente cloruro del ácido hexametilendioico, bromuro del ácido hexametilendioico o sus mezclas, con especial preferencia cloruro del ácido hexametilendioico. Los haluros diácidos pueden sustituirse por haluros monoácidos. Un activador preferente es Brüggen® C20 (una solución de HDI en caprolactama).

En una forma de realización preferente del procedimiento de acuerdo con la invención al menos un activador se selecciona del grupo que comprende hexametilendiisocianato (HDI) e isoforondiisocianato.

En una forma de realización preferente adicional del procedimiento de acuerdo con la invención, el activador es HDI protegido con lactama.

- 20 Como catalizadores, son adecuados caprolactamato de sodio, caprolactamato de potasio, caprolactamato de bromuro de magnesio, caprolactamato de cloruro de magnesio, biscalcaprolactamato de magnesio, hidruro de sodio, sodio metal, hidróxido de sodio, metóxido de sodio, etóxido de sodio, propóxido de sodio, butóxido de sodio, hidruro de potasio, potasio metal, hidróxido de potasio, metóxido de potasio, propóxido de potasio, butóxido de potasio, preferentemente hidruro de sodio, sodio metal, caprolactamato de sodio, con especial preferencia caprolactamato de sodio, entre otros. (Brüggen® C 10, una solución del 18 % en peso de caprolactamato de sodio en caprolactama).

En una forma de realización preferente del procedimiento de acuerdo con la invención al menos un catalizador se selecciona del grupo que comprende hidruro de sodio, sodio metal y caprolactamato de sodio.

La relación molar de lactama frente a catalizador puede variar entre límites amplios; generalmente es de 1:1 a 10.000:1, preferentemente de 10:1 a 1.000:1, con especial preferencia de 50:1 a 300:1.

- 30 La relación molar de activador frente a catalizador puede variar entre límites amplios; generalmente es de 100:1 a 1:10.000, preferentemente de 10:1 a 1:100, con especial preferencia de 1:1 a 1:10.

La polimerización también puede llevarse a cabo en presencia de agua.

- 35 La polimerización también puede llevarse a cabo en presencia de aditivos adicionales, como cargas (preferentemente cargas inorgánicas) o polímeros (por ejemplo, polímeros solubles que actúan como espesantes), con un diámetro medio de partícula de menos de 50 µm. También pueden utilizarse agentes de propulsión, como agentes de propulsión químicos o físicos; en este sentido, pueden utilizarse agentes de propulsión que presenten una temperatura de evaporación por debajo de la temperatura de la reacción, así como agentes de propulsión que presenten una temperatura de evaporación por encima de la temperatura de la reacción.

- 40 La reacción se lleva a cabo preferentemente en aparatos que también son adecuados para el secado por pulverización. Los aparatos de este tipo se describen, por ejemplo, en K. Masters, Spray Drying Handbook (Manual de secado por pulverización), 5.ª edición, Longman, 1991, págs. 23-66.

- 45 En el procedimiento de acuerdo con la invención se pueden utilizar una o varias boquillas de pulverización. Las boquillas de pulverización que pueden utilizarse no están sujetas a ninguna limitación. El líquido que se va a atomizar puede suministrarse bajo presión a las boquillas de este tipo. La división del líquido que se va a atomizar puede realizarse, por tanto, despresurizándolo después de alcanzar una velocidad mínima determinada en el orificio del inyector. Asimismo, para conseguir el fin de acuerdo con la invención, también pueden usarse boquillas de material único, como, por ejemplo, boquillas de ranura o cámaras de turbulencia (boquilla de cono lleno) (por ejemplo, de Düsen-Schlick GmbH, DE, o de Spraying Systems Deutschland GmbH, DE).

El caudal por boquilla de pulverización es apropiadamente de 0,1 a 10 m³/h, frecuentemente de 0,5 a 5 m³/h.

- 50 La reacción también puede llevarse a cabo en aparatos en los que la solución de monómeros en forma de gotas monodispersas pueda descender libremente. Por tanto, son adecuados equipos como los que se describen, por ejemplo, en el documento US 5,269,980.

También es posible una producción de gotas mediante fragmentación con chorro laminar, como se describe en Rev.

Sci. Instr. 38 (1966) 502.

Pero las gotas también pueden producirse por medio de inyectores de embutición neumáticos, rotación, división de un chorro o inyectores con microválvulas que se pueden controlar rápidamente.

5 En una hilera, un chorro de líquido se acelera junto con la corriente gaseosa a través de un diafragma. El diámetro del chorro de líquido y, por tanto, el diámetro de las gotas, puede modificarse mediante la cantidad de gas.

En el caso de la producción de gotas por rotación, el líquido pasa por las aberturas de un disco rotativo. Mediante la fuerza centrífuga que actúa sobre el líquido, se separan gotas de tamaño definido. Se describen, por ejemplo, dispositivos preferentes para la nebulización por rotación en el documento DE 43 08 842 A1.

10 Sin embargo, el chorro de líquido saliente también puede dividirse en segmentos definidos por medio de una cuchilla rotativa. A continuación, cada segmento forma una gota.

En el caso de usar boquillas con microválvulas, directamente se producen gotas con volumen de líquido definido.

Las gotas discretas producidas, en general, presentan un diámetro medio de 1 a 2000 μm , preferentemente de 10 a 1.000 μm , con especial preferencia de 10 a 500 μm , con muy especial preferencia de 100 a 200 μm , en las que el diámetro de gota se determina mediante la dispersión de la luz y es el diámetro medio promedio en volumen.

15 El reactor de polimerización puede ser atravesado por un gas. A este respecto el gas portador puede conducirse en la dirección de la corriente o a contracorriente de las gotas de la solución de monómero que caen libremente a través del espacio de reacción, preferentemente en la dirección de la corriente, es decir, de arriba hacia abajo. Preferentemente el gas se reconduce después de un ciclo, al menos parcialmente, preferentemente al menos hasta un 50 %, con especial preferencia hasta al menos un 75 %, como gas de circuito al espacio de reacción.

20 Habitualmente, una cantidad parcial del gas portador se descarga después de cada ciclo, preferentemente de hasta el 10 %, con especial preferencia de hasta el 3 %, con muy especial preferencia de hasta el 1 %.

El contenido de oxígeno del gas portador es preferentemente como máximo del 15 % en volumen, con especial preferencia como máximo del 5 % en volumen, con muy especial preferencia como máximo del 0,1 % en volumen.

25 El gas portador contiene, además de oxígeno, preferentemente un gas inerte, con especial preferencia nitrógeno. El contenido de gas inerte del gas portador es preferentemente al menos del 80 % en volumen, con especial preferencia al menos del 90 % en volumen, con muy especial preferencia al menos del 95 % en volumen.

En una forma de realización adicional, el gas portador se carga con el monómero de lactama.

30 El contenido de lactama en la fase gaseosa del reactor es entonces preferentemente del 50 %, con especial preferencia al menos del 75 % y con muy especial preferencia al menos del 90 % de la concentración de saturación a la temperatura de reacción reinante en el reactor de columna.

En una forma de realización adicional del procedimiento de acuerdo con la invención, la concentración relativa de monómeros de lactama en la fase gaseosa del reactor está entre el 50 % y 100 %, preferentemente entre el 60 % y 100 %, con especial preferencia del 80 % al 100 %, de la concentración de saturación correspondiente a la temperatura del gas presente.

35 La velocidad del gas se ajusta preferentemente de tal manera que la corriente en el reactor de polimerización esté dirigida, por ejemplo, no se presenten remolinos de convección en contra de la dirección de la corriente general, y, por ejemplo, es de 0,01 a 5 m/s, preferentemente de 0,02 a 4 m/s, con especial preferencia de 0,05 a 3 m/s, con muy especial preferencia de 0,1 a 2 m/s.

El gas que atraviesa el reactor se precalienta apropiadamente hasta la temperatura de la reacción antes del reactor.

40 La temperatura de entrada del gas, es decir, la temperatura con la que el gas penetra en el espacio de reacción, es preferentemente de 120 a 250 $^{\circ}\text{C}$, con especial preferencia de 140 a 200 $^{\circ}\text{C}$, con muy especial preferencia de 150 a 170 $^{\circ}\text{C}$.

En una forma de realización preferente del procedimiento de acuerdo con la invención, la temperatura interna del reactor es de 130-170 $^{\circ}\text{C}$.

45 La reacción puede llevarse a cabo a sobrepresión o a presión reducida, siendo preferente una sobrepresión de 0,01 MPa (100 hPa) respecto a la presión ambiental.

Los reactores pueden calentarse de forma auxiliar. El calentamiento auxiliar se ajusta en el interior de tal forma que la temperatura de las paredes se encuentre al menos 5 $^{\circ}\text{C}$ por encima de la temperatura interna del reactor y se evita de manera eficaz la condensación en las paredes del reactor.

También puede realizarse un tratamiento posterior, por ejemplo, en un lecho turbulento o fluidizado. De esta manera, en el reactor resulta un tiempo de residencia mayor para la mezcla de reacción; de esta manera, generalmente, se puede aumentar la conversión.

5 El tratamiento posterior citado se lleva a cabo preferentemente con lavado mediante gas inerte, con especial preferencia nitrógeno, a temperaturas de 120-170 °C.

Las partículas de poliamida obtenidas también pueden extraerse, por ejemplo, mediante extracción acuosa. Las propiedades de las partículas de poliamida pueden mejorarse mediante contacto con agua.

10 Las poliamidas obtenidas según el procedimiento de acuerdo con la invención, en general, presentan un índice de viscosidad (IV) de 20 a 1000, preferentemente de 50 a 800, con especial preferencia de 80-500. En una forma de realización preferente adicional del procedimiento de acuerdo con la invención, se obtienen partículas de poliamida reticuladas.

Un objeto adicional de la presente invención también son, por tanto, partículas de poliamida que pueden obtenerse según el procedimiento de acuerdo con la invención.

15 Según el procedimiento de acuerdo con la invención, pueden producirse, entre otras, poliamidas reticuladas de cualesquiera poliamidas, por ejemplo, poliamida-3, poliamida-4, poliamida-5, poliamida-6, poliamida-7, poliamida-8, poliamida-9, poliamida-10, poliamida-11, poliamida-12, poliamida-13, poliamida-14, poliamida-15, poliamida-16, poliamida-17 y poliamida-18 o copoliamidas como poliamida 4/6, poliamida-5/6, poliamida-4/5, poliamida-6/7, poliamida-6/8, poliamida-6/9, poliamida-6/10, poliamida-6/12, poliamida-4/12, poliamida-4/10, poliamida-5/10, poliamida-5/12, preferentemente poliamida-6, poliamida-12, poliamida-4/6, poliamida-5/6, poliamida-4/12, poliamida-5/12, con especial preferencia poliamida-6 y poliamida-12, en particular, poliamida-6.

20

Las partículas de poliamida que se pueden producir según el procedimiento de acuerdo con la invención se pueden usar para películas de extrusión, filamentos, aplicaciones en moldeo por inyección convencional, sinterizado por láser, metalización con llama, recubrimiento en polvo, moldeo rotativo, chapas orgánicas y/o cosmética, entre otros.

25 Un objeto adicional de la presente invención es, por tanto, el uso de las partículas de poliamida que se pueden producir según el procedimiento de acuerdo con la invención en las aplicaciones mencionadas anteriormente.

Ejemplos

Los ejemplos siguientes sirven para ilustrar determinados aspectos de la presente invención. De ningún modo los ejemplos pretenden ser limitativos del alcance de la invención.

El índice de viscosidad (IV) se determinó de acuerdo con la norma ISO 307 (a C = 5 g/l en ácido sulfúrico al 96 %).

30 Ejemplo 1

En un mezclador estático se mezcló ϵ -caprolactama de forma continua a 85 °C con una velocidad de suministro de 8,44 kg/h con una solución compuesta de un 95,2 por ciento en peso de ϵ -caprolactama y de un 4,8 por ciento en peso de caprolactamato de sodio, que se añadió con una velocidad de suministro de 4,25 kg/h. Esta mezcla se recoció a 110 °C. Tras la adición de forma continua de 0,55 kg/h de una solución compuesta por un 80 por ciento en peso de N,N'-hexametileno-bis-(carbamoil- ϵ -caprolactama) y por un 20 por ciento en peso de caprolactama, la mezcla resultante se pulverizó en una torre de pulverización inertizada con nitrógeno por medio de una boquilla binaria. De esta manera, la fase gaseosa se saturó con ϵ -caprolactama. La temperatura de la fase gaseosa en la torre de pulverización fue de 180 °C. Se obtuvieron partículas de poliamida esféricas con un tamaño de partícula promedio de 160 μ m y un índice de viscosidad de 220 ml/g.

35

40 Ejemplo 2

En un mezclador estático se mezcló ϵ -caprolactama de forma continua a 85 °C con una velocidad de suministro de 8,68 kg/h con una solución compuesta de un 90,8 por ciento en peso de ϵ -caprolactama y de un 9,2 por ciento en peso de caprolactamato de sodio, que se añadió con una velocidad de suministro de 2,71 kg/h. Esta mezcla se recoció a 160 °C. Tras la adición de forma continua de 0,61 kg/h de una solución compuesta por un 80 por ciento en peso de N,N'-hexametileno-bis-(carbamoil- ϵ -caprolactama) y por un 20 por ciento en peso de caprolactama, la mezcla resultante se pulverizó en una torre de pulverización inertizada con nitrógeno por medio de una boquilla binaria. De esta manera, la fase gaseosa se saturó con ϵ -caprolactama. La temperatura de la fase gaseosa en la torre de pulverización fue de 140 °C. Se obtuvieron partículas de poliamida esféricas con un tamaño de partícula promedio de 160 μ m y un índice de viscosidad de 160 ml/g.

45

50 Las partículas de poliamida obtenidas a partir de ambos ejemplos eran perfectamente fluyentes.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Procedimiento para la producción de partículas de poliamida mediante polimerización aniónica de al menos una lactama usando al menos un catalizador y al menos un activador, en el que se dosifican gotas discretas de la mezcla de reacción en una fase gaseosa circundante y se hacen reaccionar, en el que la dosificación de la lactama, del catalizador y del activador, así como la mezcla de los componentes se realiza de forma continua.
2. Procedimiento para la producción de partículas de poliamida de acuerdo con la reivindicación 1, en el que al menos una lactama está seleccionada del grupo que comprende caprolactama, laurilactama y sus mezclas.
- 10 3. Procedimiento para la producción de partículas de poliamida de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, en el que al menos un catalizador está seleccionado del grupo que comprende hidruro de sodio, sodio metal y caprolactamato de sodio.
4. Procedimiento para la producción de partículas de poliamida de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 3, en el que al menos un activador está seleccionado del grupo que comprende hexametilendiisocianato e isoforondiisocianato.
- 15 5. Procedimiento para la producción de partículas de poliamida de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 4, en el que el activador es HDI protegido con lactama.
6. Procedimiento para la producción de partículas de poliamida de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 5, en el que la relación molar de lactama frente a catalizador es de 1:1 a 10.000:1.
- 20 7. Procedimiento para la producción de partículas de poliamida de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 6, en el que la relación molar de activador frente a catalizador es de 100:1 a 1:10.000.
8. Procedimiento para la producción de partículas de poliamida de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 7, en el que los recipientes que contienen los componentes de partida presentan respectivamente una temperatura que se encuentra entre el punto de fusión del monómero de lactama usado y la temperatura de reacción en el reactor.
- 25 9. Procedimiento para la producción de partículas de poliamida de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 8, en el que, antes de la producción de la mezcla reactiva, la alimentación de monómeros se ajusta a temperaturas de hasta 50 K por encima de la temperatura del gas en el reactor.
- 30 10. Procedimiento para la producción de partículas de poliamida de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 9, en el que la concentración relativa de monómeros de lactama en la fase gaseosa del reactor se encuentra entre el 50 % y 100 % de la concentración de saturación correspondiente a la temperatura del gas presente.
11. Procedimiento para la producción de partículas de poliamida de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 10, en el que la temperatura interna del reactor es de 130-170 °C.
12. Procedimiento para la producción de partículas de poliamida de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 11, en el que las partículas de poliamida obtenidas presentan un diámetro medio de entre 1 y 2000 µm.
- 35 13. Procedimiento para la producción de partículas de poliamida de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 12, en el que la conversión antes de la transformación en forma de gotas es del 0 al 50 %.
14. Procedimiento para la producción de partículas de poliamida de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 13, en el que además se usan aditivos.
- 40 15. Procedimiento para la producción de partículas de poliamida de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 14, en el que la conversión se incrementa adicionalmente mediante tratamiento posterior de las partículas obtenidas en un lecho turbulento o fluidizado.
16. Procedimiento para la producción de partículas de poliamida de acuerdo con la reivindicación 15, en el que el tratamiento posterior se lleva a cabo por lavado mediante gas inerte a temperaturas de 120-170 °C.