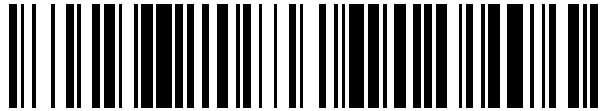


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 535 741**

51 Int. Cl.:

C08G 69/14 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **23.10.2012 E 12189540 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **11.03.2015 EP 2725051**

54 Título: **Procedimiento continuo para preparar poliamida 6 y dispositivos para ello**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
14.05.2015

73 Titular/es:

**UHDE INVENTA-FISCHER GMBH (100.0%)
Holzhauser Strasse 157-159
13509 Berlin, DE**

72 Inventor/es:

JANZI, VIKTOR

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 535 741 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 continuo para preparar poliamida 6 y dispositivos para ello

La invención se refiere a un procedimiento para preparar de manera continua poliamida 6 textil a partir de ϵ -caprolactama utilizando lactama recuperada que contiene oligómeros, procedente de las etapas de extracción.

5 En el procedimiento según la invención, el agua con extracto procedente de una etapa de evaporación continua es tratada de una manera específica a lo largo de varias etapas. Se realiza una concentración del agua con extracto por evaporación del agua en exceso, inicio de las reacciones de apertura de anillo y de poliadición, y degradación de los oligómeros, de modo que se consigue un proporción de oligómeros, tras la adición de lactama fresca y aditivos al final de la tercera etapa, de 0,7% en peso como máximo. Después de esto se conduce la mezcla de
10 polímero/caprolactama y aditivo al reactor de polimerización final (tubo VK). Es importante aquí que el contenido inicial de oligómeros a la entrada del tubo VK se sitúe claramente por debajo del valor de equilibrio de aproximadamente 0,85% en peso. Con ello, durante la reacción de policondensación predominante el contenido de oligómero en el tubo VK se reestructura a un valor de 0,65% en peso en el polímero final. La invención se refiere además a un dispositivo para llevar a cabo un procedimiento semejante y al uso de poliamida 6 preparada de esta
15 manera para filamentos POY.

Son conocidos en el estado de la técnica procedimientos para preparar poliamida 6 utilizando aguas con extracto procedentes de la preparación de PA6 y añadiendo lactama fresca. Así, en el documento EP 0 459 206 A1 se propone un procedimiento en el cual se somete el agua con extracto a una etapa hidrolítica de presión y temperatura antes de ser aportada a la polimerización. En el procedimiento según esta publicación (Ejemplo 1) se procede de
20 manera que se concentra en un primer paso el agua con extracto y después se lleva a cabo en una etapa adicional en un autoclave, durante un período de cuatro horas, un tratamiento que conduce a que se obtenga una mezcla con 1,3% de dímero cíclico. El procedimiento según el documento EP 0 459 206 A1 es, por lo tanto, costoso en cuanto a la técnica de procedimiento complejo, ya que se debe trabajar con un autoclave y por otra parte, la proporción de dímero cíclico obtenida en el agua con extracto es demasiado grande para la preparación de productos de poliamida de alto valor, por ejemplo hilos de poliamida. Además, el procedimiento según el documento EP 0 459 206 A1 es costoso.
25

En el documento EP 0 847 414 B1 se publica otro procedimiento para preparar poliamida 6 en el cual se utiliza el agua con extracto procedente de la producción de PA6. El documento EP 0 847 414 B1 describe un procedimiento en dos etapas, estando configuradas tanto la primera como la segunda etapas como etapas a presión. En este
30 procedimiento se aporta ya en la primera etapa lactama fresca (véase el Ejemplo 1 y la Figura) a la mezcla de lactama/oligómeros. Así pues, no sólo es necesario un dispendio en costosos aparatos para llevar a cabo tal procedimiento, sino que tampoco puede reducirse el contenido de oligómeros de la lactama recuperada en un grado tal que sea posible la preparación de hilos POY.

Basándose en ello, la misión de la presente invención es por tanto poner a disposición un procedimiento y un dispositivo con los cuales sea posible una preparación de poliamida 6 utilizando lactama recuperada, debiendo presentar el producto del procedimiento, a pesar del reciclaje del agua con extracto, una calidad tan buena que pueda ser utilizado para filamentos POY. Además, el procedimiento no debe ser muy costoso en cuanto a aparatos y desde el punto de vista energético la ejecución del procedimiento debe estar establecida de modo que se logre el mayor ahorro de energía posible en comparación con el procedimiento del estado de la técnica.
35

40 La invención se resuelve en lo referente al procedimiento por las características de la reivindicación 1, y en lo referente al dispositivo por las características de la reivindicación 14. Las reivindicaciones subordinadas exponen ventajosos desarrollos adicionales. La reivindicación 13 indica un uso según la invención.

El procedimiento según la invención para preparar poliamida 6 a partir de ϵ -caprolactama utilizando lactama recuperada que contiene oligómeros se caracteriza porque en un proceso multietapa se reduce la proporción de oligómeros en el agua con extracto en un grado tal que antes del tubo VK está presente como máximo una proporción de oligómeros de 0,7% en peso.
45

Salvo que se indique otra cosa, en lo que sigue todos los datos están referidos a % en peso respecto al agua total con extracto.

Se entienden por oligómeros en el sentido de la invención oligómeros que pueden ser extraídos del granulado de PA6 en la extracción mediante el proceso de lavado, es decir, tanto dímeros ($n = 2$) como trímeros ($n = 3$) y tetrámeros ($n = 4$) y notablemente oligómeros hasta $n = 9$. El análisis puede realizarse mediante el método de HPLC (cromatografía líquida de alta presión, por sus siglas en inglés).
50

En el procedimiento según la invención, en la última etapa el prepolímero de baja viscosidad, que ya ha sido reducido a una proporción de oligómeros de 1,5% en peso, se mezcla enérgicamente con lactama fresca y aditivos en la etapa de homogeneización, justo antes de la policondensación. La mezcladura con la lactama fresca y los aditivos se lleva a cabo, por medio de un control de la relación, con una relación cuantitativa constante de modo que la proporción de oligómeros se sitúa después en un 0,7% en peso como máximo. Tal mezcla se aporta luego a un
55

proceso de policondensación. Los inventores han podido demostrar en este caso que se obtiene luego una poliamida 6 que presenta como máximo una proporción de oligómeros de 0,8% en peso. Por lo tanto, este polímero de poliamida 6 es sumamente adecuado para la preparación de filamentos textiles, en especial filamentos POY de altas prestaciones.

- 5 Un elemento esencial de la invención reside en que, por la adición de la lactama fresca sólo justo antes de la policondensación, se origina un polímero cuyo contenido de CD se sitúa sólo ligeramente por encima del contenido de CD de un polímero que ha sido producido a partir de lactama fresca (VLP®). A ello van asociados significativos beneficios en costes cuando se compara con procedimientos de la competencia.

- 10 El procedimiento según la invención se distingue por el hecho de que para el tratamiento del agua con extracto se lleva a cabo - como se describe con mayor detalle a continuación - un tratamiento secuencial multietapa en la dirección de proceso.

- 15 El agua con extracto que es aportada a la primera etapa, por lo general una planta de evaporación de 4 etapas con evaporadores de película descendente modernos, puede contener en este caso hasta 92% en peso de agua, preferiblemente 88% en peso. Durante la primera etapa se reduce en este caso la proporción de agua a un máximo de 35% en peso, de modo que el agua con extracto que sale de la etapa de evaporación contenga 65% en peso de lactama y oligómeros. Preferiblemente, la proporción de agua asciende a 25 a 30% en peso. A la salida de la evaporación se ajusta un contenido de oligómero de 4,9% en peso en el agua con extracto concentrada o, respectivamente, 7,0% en peso en la sustancia orgánica. En la evaporación de la primera etapa sólo se reduce el contenido de agua en el agua con extracto, ya que a las bajas temperaturas de 110 a 130°C aplicadas no se produce ninguna reacción química relevante.

- 20 El agua con extracto procedente de la primera etapa, que tiene la composición antes indicada, es conducida después, preferiblemente a través de un regulador de flujo, a una segunda etapa de tratamiento, el concentrador.

- 25 La segunda etapa de tratamiento está configurada como etapa de presión, y se lleva a cabo a presiones de 3 a 8 bares, preferiblemente de 4 a 6 bares. Las temperaturas, que se contuvieron en la primera etapa de presión, se sitúan en el intervalo de 225 a 255°C, preferiblemente en el intervalo de 230 a 240°C. La duración del tratamiento en la segunda etapa se sitúa preferiblemente en el orden de 3 a 6 horas, preferiblemente de 4 a 5 horas. Esto conduce entonces a una primera degradación de oligómeros. Resulta ventajoso que en esta etapa se agite (CSTR) la mezcla y se efectúe el calentamiento con una calefacción tubular situada en el interior.

- 30 La mezcla obtenida en esta segunda etapa es conducida después directamente, con preferencia a través de un regulador de flujo, a la tercera etapa (prepolimerizador), que también está configurada como etapa de presión. En la tercera etapa la mezcla obtenida en la segunda etapa se trata a una temperatura de 240 a 265°C, preferiblemente 250 a 260°C, y una presión de 3 a 8 bares, preferiblemente 4 a 6 bares, durante un período de 8 a 14 horas, preferiblemente 10-12 horas. Esto conduce a que la proporción de oligómeros descienda a un máximo de 1,5% en peso.

- 35 La siguiente etapa del procedimiento prevé a continuación que el re-polímero de baja viscosidad para aplicaciones textiles obtenido en la tercera etapa, se someta en el paso d) a una entremezcladura intensiva (homogeneización) con aditivos de altas prestaciones y dióxido de titanio y la lactama fresca. Para aplicaciones especiales se pueden añadir también estabilizadores frente a la elaboración y el calor, coadyuvantes de proceso, modificadores y fotoestabilizadores, así como catalizadores. En esta homogeneización se mezcla con lactama fresca la mezcla obtenida en la tercera etapa, concretamente en una proporción que conduce a que la proporción de oligómeros descienda a un máximo de 0,5% en peso. En consecuencia, cuando la proporción de oligómeros en la tercera etapa se sitúa en 1,5% en peso, se añade una cantidad triple de lactama fresca, de modo que finalmente resulta una mezcla que contiene como máximo 0,5% en peso de oligómeros.

- 45 En el procedimiento según la invención se ha de resaltar particularmente que mediante el modo de proceder descrito es posible precalentar previamente a una temperatura de 220 a 230°C la lactama fresca que se aporta en la etapa de homogeneización (etapa d). De este modo no es grande la diferencia de temperaturas de los componentes individuales que se mezclan entre sí en la homogeneización, con lo cual se eliminan por completo los riesgos de evaporación súbita del agua residual (en inglés "flashing") y de solidificación de la corriente de producto por enfriamiento. En esta etapa aún se pueden añadir en la homogeneización los aditivos antes mencionados, que son conocidos para el experto en la química de PA.

- 50 Esta mezcla, que ha sido tratada como se ha descrito en lo que antecede, se aporta después, en un paso final, a un tubo VK. Se ha puesto de manifiesto en este caso que un polímero de poliamida 6 que se prepara por un procedimiento semejante tiene sólo una proporción de oligómeros de 0,65% en peso, como máximo. Así, el procedimiento descrito se puede utilizar en todas las aplicaciones de poliamida 6, especialmente para la industria textil (polímero de altas prestaciones), hilos técnicos, hilos para alfombras, plásticos de ingeniería y también películas.

- 55 En lo referente a las condiciones de procedimiento en el reactor de polimerización se puede remitir al estado de la técnica. En el procedimiento según la invención, para la polimerización se trabaja preferiblemente con un tubo

cilíndrico que se denomina tubo VK. En la policondensación se mantiene preferiblemente una temperatura de 230 a 280°C, preferiblemente 240 a 260°C, y un período de 16 a 22 horas, preferiblemente 18 a 20 horas.

5 El tubo VK está configurado preferiblemente en una etapa. El tubo VK de una etapa tiene un perfil de temperaturas especial, que conduce a un bajo contenido de CD y contenido de extracto en el polímero. Puede estar configurado sin presión o también como una etapa a presión.

10 Se prefiere además que el método según la invención comprenda además una etapa de purificación, en la que se separan sustancias inorgánicas. Se trata en este caso, en particular, de Si, Mn, P, Al u otros elementos, que son introducidos al proceso principalmente a través del agente de mateado dióxido de titanio (TiO₂). La etapa de purificación presenta para ello preferiblemente intercambiadores de iones, que liberan el agua con extracto de las mencionadas sustancias inorgánicas. Este paso también se denomina frecuentemente desmineralización.

15 Preferiblemente, la poliamida 6 producida en la etapa e) se granula en un granulador, se aporta a una columna de extracción (torre de extracción) y se extrae el extracto del granulado por lavado con agua desmineralizada caliente, siendo aportada a continuación a la etapa a) el agua con extracto originada en este proceso de extracción. El propio granulado extraído se seca después en un secador (torre de secado) hasta la humedad residual deseada y el "granulado de PA6 listo" (granos de PA6 finales) puede ser almacenado entonces con carácter intermedio en silos para granulado o bien ser aportado directamente a la hilandería (hilatura a alta velocidad) para hilar filamentos POY (hilo pre-orientado, por sus siglas en inglés) de PA6.

20 La invención se refiere además a un dispositivo para llevar a cabo un procedimiento como se ha descrito en lo que antecede. El dispositivo según la invención se caracteriza porque está acoplada previamente una etapa de repolimerización multietapa a un tubo VK como reactor de polimerización. La etapa de repolimerización presenta sucesivamente, en la dirección de proceso, al menos un dispositivo evaporador, al menos un primer reactor a presión (CSTR), al menos un segundo reactor a presión (de flujo de pistón) y un dispositivo mezclador dispuesto entre el segundo reactor a presión y el tubo VK.

25 Como dispositivo de evaporación en el sentido de la invención se pueden emplear todos los dispositivos conocidos para ello en el estado de la técnica. Preferiblemente, el dispositivo de evaporación según la invención está configurado como dispositivo de evaporación de película descendente de varias etapas, preferiblemente 4 etapas, con o sin compresión de vapores.

30 El primer reactor a presión, que actúa como concentrador, está configurado preferiblemente como recipiente a presión cilíndrico. El recipiente a presión está configurado externamente con serpentines calefactores de media caña, y presenta serpentines calefactores internos y un elemento agitador.

35 En el dispositivo según la invención el primer reactor a presión - como se ha descrito más arriba - está directamente conectado, con preferencia a través de un regulador de flujo, con el segundo reactor a presión. El segundo reactor a presión está configurado también como recipiente a presión cilíndrico. Preferiblemente, el recipiente a presión cilíndrico está rematado en forma cónica en la zona del fondo, de modo que se puede conseguir un transporte ulterior más óptimo de la mezcla a la siguiente etapa. El segundo reactor de presión también puede estar provisto preferiblemente con deflectores de flujo. Tales deflectores de flujo sirven para conseguir una uniformización de la mezcla y una distribución uniforme del tiempo de residencia.

40 Dado que en el primer reactor a presión el agua en exceso debe evaporarse desde un máximo inicial de 35% en peso hasta el valor de equilibrio de aproximadamente 2% en peso y también se debe eliminar agua del prepolymerizador, estos vapores se deben evacuar de los reactores a presión. Para ello, ambos reactores de presión están conectados preferiblemente a una columna de rectificación. Según la presente invención es posible, por consiguiente, que tanto el primero como el segundo reactor a presión posean cada uno una columna separada, así como que ambos reactores a presión estén conectados a una única columna. La segunda variante es preferible debido a las ventajas de costes.

45 En el dispositivo según la invención, el dispositivo mezclador empleado para la homogeneización está conectado preferiblemente al fondo del segundo reactor a presión. El reactor de homogeneización puede estar configurado como tanque mezclador o como sistema mezclador estático con al menos un mezclador. Preferiblemente, el dispositivo mezclador está calentado y su configuración - como se ha descrito antes - conduce a una completa mezcla y homogeneización con tiempos de residencia cortos. El dispositivo mezclador también puede estar conectado a una entrada adicional para la adición de aditivos.

Según la presente invención, el dispositivo mezclador está conectado preferiblemente con la parte superior del reactor de polimerización, es decir, el tubo VK. La mezcla homogénea se deja salir a través de un regulador al tubo VK y la presión en el dispositivo mezclador se regula descargando la sobrepresión en la columna del tubo VK.

55 El reactor de polimerización está configurado como tubo cilíndrico. Tales reactores cilíndricos en forma de tubo se denominan también tubos VK. Este tubo VK puede estar configurado en este caso sin presión, pero también como etapa a presión. Preferiblemente, el tubo VK también se puede calentar y presenta preferiblemente un elemento agitador en la zona superior. Preferiblemente, el tubo VK está configurado en una etapa.

La etapa de repolimerización puede surgir tanto desde una línea de proceso que trabaje sólo con lactama fresca, como de una línea de proceso que trabaje con lactama fresca y lactama recuperada. Aquí se prefiere particularmente que el agua con extracto se reúna de un total de tres líneas de proceso del mismo tamaño, de las cuales dos trabajen con lactama fresca (VLP[®]) y la tercera con el agua con extracto de una línea de proceso que trabaje con lactama fresca y lactama recuperada (OPRP[®]).

Los parámetros de proceso y parámetros de equipo que se han expuesto con anterioridad en la presente descripción se basan en un máximo de 3 líneas en total con idéntica capacidad. Esta configuración de 3 líneas de igual tamaño, dos líneas con lactama fresca (el denominado Virgin Lactam Process (VLP[®])) y una línea con lactama fresca y lactama recuperada (el denominado Over Proportional Refeeding Process (OPRP[®])) forma el límite superior para la producción de POY textil. Resulta más favorable en el caso de un total de dos líneas de igual tamaño, una línea con lactama fresca (VLP[®]) y una línea con lactama fresca y lactama recuperada (OPRP[®]). El límite inferior es el denominado Direct Refeeding Process (DRP[®]) en el cual se añade de nuevo a la línea de producción su propia agua con extracto.

Las ventajas del procedimiento según la invención, y también del dispositivo, se pueden apreciar en que mediante la disposición específica de los aparatos individuales de la etapa de repolimerización es posible configurar toda la repolimerización con un tamaño muy pequeño, ya que la lactama fresca se aporta sólo después, lo que conduce a menores costes de inversión. El dispositivo y también el procedimiento según la invención se caracterizan por un elevado ahorro de energía en comparación con el estado de la técnica anterior, y proporcionan además, a pesar del reciclaje del agua con extracto, una alta calidad para filamentos POY de PA6. Debido a las temperaturas moderadas, el polímero no resulta apreciablemente perjudicado.

A continuación se describirá con mayor detalle la invención por medio de la Figura 1.

En la Figura 1 está representada una realización del dispositivo según la invención, en la cual la línea de recuperación está formada por un dispositivo evaporador 3, una etapa de repolimerización consistente en un reactor 4 a presión, un segundo reactor 5 a presión y un dispositivo mezclador 6, todos los cuales están conectados directamente uno detrás de otro. El agua con extracto que sale de un dispositivo extractor presenta, en el caso del Ejemplo, un contenido de agua de 90%. El dispositivo evaporador que, según la forma de realización de la Figura 1, está configurado como unidad de película descendente, evapora el agua con extracto hasta un contenido de 30% de agua y 70% de lactama y oligómeros. Conforme al balance de masas, cuando se aporta a una línea el agua con extracto de 3 líneas de proceso, resulta una proporción de oligómeros de 4,9% en el agua con extracto concentrada o, respectivamente, de 7,0% en la sustancia orgánica.

El agua con extracto que sale de esta primera etapa de evaporación tiene una temperatura de aproximadamente 120°C a 125°C a la salida del dispositivo de evaporación. El agua con extracto es aportada después al primer reactor 4 a presión a través de un regulador 15 de flujo. El reactor 4 a presión está configurado como recipiente a presión cilíndrico. En este caso, son condiciones de reacción favorables en el primer reactor a presión una temperatura de 225 a 245°C, una presión de 4,0 bares y una duración de tratamiento de 5 horas. La temperatura en el primer reactor 4 a presión se ajusta en este caso mediante una calefacción tubular 7 en el espacio interno. Para uniformizar la mezcladura (agua con extracto y prepolímero que se forma) e incorporar el calor de evaporación está previsto un elemento agitador 8. A través de un regulador 15' de flujo se conduce luego el prepolímero, una vez concluida la duración de tratamiento en la segunda etapa, es decir, en el reactor 4 a presión, a la parte superior del segundo reactor 5 a presión. Ventajosamente, en el segundo reactor 5 a presión se ajustan de nuevo 4,0 bares.

La temperatura se sitúa entre 250°C en la parte superior del reactor y 260°C a la salida, y la duración del tratamiento en 11 horas. La duración del tratamiento se lleva a cabo de manera tal que el prepolímero a la salida del reactor a presión 5 presenta una proporción de oligómeros de 1,5% en peso como máximo. Para un funcionamiento seguro de los dos reactores 4, 5, a presión se prevé una columna 10 de rectificación. La columna 10 está dispuesta preferiblemente de manera que está conectada al mismo tiempo a los dos reactores 4, 5, a presión, con lo cual se originan menores costes de inversión. Para lograr una uniformización del tratamiento está previsto también, ventajosamente, que el segundo reactor a presión tenga en su parte superior un intercambiador 9 de calor de collarín y varios deflectores de flujo situados más abajo.

El prepolímero, que se toma del segundo reactor 5 a presión en el fondo rematado de forma cónica, se transfiere después al dispositivo mezclador 6. El dispositivo mezclador cuenta también con una aportación de lactama fresca, de modo que pueda mezclarse la lactama fresca con el agua con extracto. La proporción de mezcla se ajusta de manera que en el dispositivo mezclador 6 se origina un contenido residual de oligómeros de 0,45% como máximo, en particular de 0,40%. En el presente caso, se añade y mezcla sólo poco más de la cantidad triple de lactama fresca. El dispositivo mezclador puede estar configurado como tanque mezclador o como sistema mezclador estático con al menos un mezclador. El dispositivo mezclador está calentado y conduce a cortos tiempos de residencia, del orden de 20 a 40 minutos. Ventajosamente se precalienta la lactama fresca ("caprolactama virgen" en la Figura 1) a una temperatura de 220 a 230°C antes de que ser transferida al dispositivo mezclador 6. De esta manera no es tan grande la diferencia de temperaturas de los componentes individuales que se mezclan y combinan en el dispositivo mezclador. Concretamente, el prepolímero que sale del segundo reactor a presión 5 tiene por lo general una temperatura de 250 a 260°C. Debido a las escasas diferencias de temperatura, se eliminan en gran medida los

riesgos de evaporación súbita del agua residual ("flashing") y de solidificación de la corriente de producto por enfriamiento.

5 El fondo del dispositivo mezclador 6, que constituye la etapa final de la etapa de repolimerización, está ahora - para la regulación de la presión - conectado por la parte superior con el reactor 1 de polimerización. El reactor 1 de polimerización está configurado como lo que se denomina tubo VK. El tubo VK puede estar configurado en este caso sin presión o también como etapa a presión. La policondensación en la parte superior del tubo VK se lleva a cabo a una temperatura de 240 a 260°C y a una presión en la parte superior del tubo VK de 1,05 a 1,10 bares. El tiempo de reacción es de 18 a 20 horas.

10 La poliamida que sale del tubo VK 1 por su fondo cónico tiene una temperatura de 242 a 246°C y presenta sólo una proporción de oligómeros menor que o igual a 0,65%. Tales poliamidas son excelentemente adecuadas para preparar productos de alto valor tales como filamentos POY textiles.

Tal como se desprende de la Figura 1, el tubo VK 1 está provisto de un elemento agitador 14A y de una calefacción (evaporador Robert) 14B situada en el interior, así como de una refrigeración 13 para polímero, en la cual el polímero se enfría lentamente.

15 En la parte superior del tubo VK 1 está dispuesta una columna 12 de rectificación. En esta columna se rectifican los vapores extraídos del tubo VK y después son aportados a las aguas residuales técnicas.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la preparación continua de poliamida 6 a partir de ϵ -caprolactama (lactama fresca) utilizando lactama recuperada que contiene oligómeros procedente de al menos una etapa de extracción, con los siguientes pasos:
- 5 a) que se concentra el agua con extracto en al menos una primera etapa hasta una proporción de agua de 35% en peso como máximo,
- b) que en al menos en una segunda etapa, se trata la mezcla de la primera etapa a) a una presión de 3 a 8 bares y una temperatura de 225 a 255°C durante un período de 3 a 6 horas,
- 10 c) que la mezcla obtenida de la al menos una segunda etapa b) se trata en al menos una tercera etapa a 240 a 265°C y una presión de 3 a 8 bares durante un período de 8 a 14 horas, hasta que una proporción de oligómeros de la mezcla se reduce a 1,8% en peso como máximo,
- d) que la mezcla obtenida de la al menos una tercera etapa c) se mezcla en al menos una etapa adicional con lactama fresca hasta que se alcanza una proporción de oligómeros de la mezcla de 0,7% en peso como máximo y
- e) que se aporta dicha mezcla a un tubo VK, para obtener poliamida 6 por policondensación.
- 15 2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque en la primera etapa a) se aporta un agua con extracto con una proporción de agua de 88 a 92% en peso.
3. Procedimiento según la reivindicación 1 ó 2, caracterizado porque en la primera etapa a) se concentra el agua con extracto hasta una proporción de agua de 25-30%, en particular a temperaturas de 110 a 130°C.
- 20 4. Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque en la segunda etapa b) se trabaja a una presión de 4 a 6 bares y una temperatura de 230 a 240°C y una duración de tratamiento de 4 a 5 horas.
5. Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque en la tercera etapa c) se trabaja a una temperatura de 250 a 260°C y una presión de 4 a 6 bares y una duración de 10 a 12 horas hasta que la proporción de oligómeros de la mezcla se reduce a 1,6% en peso como máximo, en particular 1,3% a 1,5% en peso.
- 25 6. Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque en la etapa d) se añade lactama fresca en cantidad hasta que se alcanza una proporción de oligómeros de la mezcla de 0,6% en peso como máximo, en particular 0,5% en peso como máximo.
7. Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque en la etapa d) se mantiene una temperatura de 225 a 235°C y una presión de 1,5 a 3,5 bares, así como una duración de tratamiento de 20 a 40 minutos.
- 30 8. Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado porque se precalienta a una temperatura de 220 a 230°C la lactama fresca aportada en la etapa d).
9. Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado porque la policondensación de la etapa e) se lleva a cabo a una temperatura de 230 a 280°C durante un período de 16 a 22 horas.
- 35 10. Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones 1 a 9, caracterizado porque en la etapa e) la policondensación se lleva a cabo en un tubo VK de una etapa.
11. Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones 1 a 10, caracterizado porque la poliamida 6 obtenida en la etapa e) después de la policondensación presenta una proporción de oligómeros de 0,8% en peso como máximo, en particular 0,65% en peso como máximo.
- 40 12. Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones 1 a 11, caracterizado porque se granula en un granulador la poliamida 6 producida en la etapa e), se aporta a una columna de extracción (torre de extracción) y se extrae el extracto del granulado por lavado con agua desmineralizada caliente, siendo aportada a continuación a la etapa a) el agua con extracto originada en este proceso de extracción.
- 45 13. Uso de una poliamida 6 que ha sido preparada según al menos una de las reivindicaciones 1 a 12, para filamentos POY estándar.
14. Dispositivo para llevar a cabo un procedimiento según al menos una de las reivindicaciones 1 a 12 que comprende un tubo VK (1) que está conectado en la dirección de proceso antes de una etapa (2) de repolimerización, caracterizado porque la etapa de repolimerización presenta sucesivamente en la dirección de proceso al menos un dispositivo evaporador (3), al menos un primer reactor (4) a presión y al menos un segundo reactor (5) a presión, así como un dispositivo mezclador (6) dispuesto entre el segundo reactor (5) a presión y el tubo VK.
- 50 15. Dispositivo según la reivindicación 14, caracterizado porque el primer reactor (4) a presión está configurado como recipiente a presión cilíndrico y presenta un elemento calefactor (7) situado en el interior así como un elemento

agitador (8).

16. Dispositivo según al menos una de las reivindicaciones 14 ó 15, caracterizado porque el segundo reactor (5) a presión está configurado como recipiente a presión cilíndrico y presenta deflectores (9) de flujo para una uniformización del tiempo de residencia.

5 17. Dispositivo según al menos una de las reivindicaciones 14 a 16, caracterizado porque el primer y/o el segundo reactores (4, 5) a presión están conectados a una columna (10) de rectificación.

18. Dispositivo según al menos una de las reivindicaciones 14 a 17, caracterizado porque el primer reactor (4) a presión está conectado directamente con el segundo reactor (5) a presión.

10 19. Dispositivo según al menos una de las reivindicaciones 14 a 18, caracterizado porque el dispositivo mezclador (6) presenta al menos un elemento mezclador (1) y se puede calentar.

20. Dispositivo según al menos una de las reivindicaciones 14 a 19, caracterizado porque el tubo VK está conectado por su parte superior a una columna (12) de rectificación.

21. Dispositivo según al menos una de las reivindicaciones 14 a 20, caracterizado porque el tubo VK (1) presenta elementos calefactores (14B) y elementos refrigeradores (13) y/o elementos agitadores (14) situados en el interior.

15

