

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 577 612**

51 Int. Cl.:

C08G 69/16

(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **08.06.2011** **E 11004672 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **20.04.2016** **EP 2532698**

54 Título: **Procedimiento y dispositivo para la modificación directa, continua de masas fundidas poliméricas**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
15.07.2016

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

SIEBECKE, EKKEHARD;
BÄR, MIRKO y
RAUE, EBERHARD

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 577 612 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento y dispositivo para la modificación directa, continua de masas fundidas poliméricas

La invención se refiere a un procedimiento para la modificación directa, continua de masas fundidas poliméricas con aditivos en el flujo lateral y se caracteriza por un grado de flexibilidad alto con cambios de producto.

5 Por distintos motivos deben modificarse las masas fundidas poliméricas con aditivos. Un motivo es que las masas fundidas poliméricas sean más o menos transparentes, ya que la estructura homogénea de los polímeros sintéticos no ofrecen a la luz ninguna posibilidad para la refracción o la reflexión. Por tanto, para las más diversas aplicaciones se mezclan masas fundidas poliméricas con pigmentos, tales como por ejemplo TiO_2 , ZnS o negro de carbono. Especialmente en el campo de las fibras sintéticas es deseable quitar a la masa fundida antes del hilado el brillo feo y mugriento, que actúa de manera perturbadora especialmente en caso del uso de fibras sintéticas en el campo de revestimientos. La refracción del brillo se realiza mediante adición de una cantidad proporcionalmente baja de un pigmento blanco, por regla general dióxido de titanio. Sin embargo también para otros fines, tales como por ejemplo para la preparación de fibras *antipilling* o para el blanqueamiento óptico de por ejemplo polímeros de tono amarillento, se conoce la modificación de masas fundidas poliméricas mediante adición de aditivos.

10 Son estado de la técnica procedimientos de modificación de masas fundidas usando masas fundidas de mezclas madre. Este principio se describe por ejemplo en el documento DE-OS 16 04 368. Una masa fundida de alto porcentaje en aditivo de granulado de mezcla madre se añade mediante mezclado aguas abajo en una proporción definida a la masa fundida polimérica que va a modificarse. Este procedimiento si bien ofrece con cambios de calidad una alta flexibilidad, sin embargo tiene los siguientes inconvenientes: en primer lugar debe secarse el granulado de mezcla madre antes de la fundición.

En segundo lugar experimenta éste durante la nueva fundición una carga adicional térmica y mecánica. El tercer inconveniente de este procedimiento son los costes de manipulación adicionales. Otro inconveniente es el riesgo de contaminación externa del granulado. En la preparación de mezclas madre interna se añade como inconveniente adicional que el granulado polimérico debe sacarse del proceso de producción. El inconveniente de granulados extraños de mezcla madre son diferencias entre los polímeros usados que influyen desventajosamente en las propiedades de uso del producto final.

Una variante de modificación se describe en la revista Chemical Engineering Progress 78(1982)¹, pág. 62-64. En lugar de la adición de aditivos aguas abajo en la masa fundida polimérica, se introducen en este caso tanto el granulado polimérico como también los aditivos preferentemente que pueden reaccionar en la primera zona de la prensa extrusora. El inconveniente de este procedimiento son por un lado el riesgo de compactación del aditivo entre los granulados y por otro lado las altas tensiones de cizallamiento necesarias para la homogeneización y dispersión, que conducen a una reducción de la viscosidad del polímero fuerte e incontrolable.

Otro procedimiento que pertenece al estado de la técnica se describe en la revista Chemiefasem und Textilindustrie 1 (1986), pág. 24-29. En este caso se desvía de un flujo de masa fundida principal que sale del reactor de policondensación un flujo parcial y se introduce un aditivo en la masa fundida aguas abajo. Esta masa fundida cargada con aditivo se reconduce de nuevo al flujo de masa fundida principal. Este procedimiento tiene también un alto grado de flexibilidad en cambios de aditivo, sin embargo varios inconvenientes esenciales. En primer lugar se escapan, a pesar de la aspiración, las partes constituyentes volátiles contenidas en la masa fundida polimérica, tales como por ejemplo vapores de glicol y agua u oligómeros, durante la adición de aditivos mediante la tolva. Esto conduce a una capacidad de flujo reducida del aditivo y a agregaciones. Los aglomerados de aditivos ya no pueden introducirse de manera homogénea en la masa fundida y originan durante el proceso de hilado obstrucciones del filtro así como deficiencias en los hilos. Además se ve alterada una dosificación de aditivos continua y uniforme mediante la térmica de la masa fundida, que mantiene en suspensión las partículas de aditivo alimentadas mayoritariamente en caída libre en el punto de adición. Otro inconveniente es que la abertura de la prensa extrusora para la adición de aditivos debe mantenerse pequeña para reducir el riesgo de salida de la masa fundida en este punto. Con ello se limita también la cantidad de aditivo.

Con capacidad de producción creciente de las instalaciones de policondensación continuas son rentables sólo líneas de producción con un alto grado de flexibilidad. Con frecuencia debe ser posible en una única línea de producción al mismo tiempo la preparación paralela de distintos tipos de productos, tales como por ejemplo fibras y granulado. El cambio de calidades de producto distintas, tales como por ejemplo no mateado, mateado o pigmentado, debe garantizarse en este caso dentro del tiempo más corto y a ser posible sin pérdidas. Estos requerimientos se cumplen sólo de manera insuficiente con los procedimientos que están a disposición por el estado de la técnica.

Por tanto, el objetivo de la presente invención era desarrollar un procedimiento y un dispositivo para la modificación directa, continua de masas fundidas poliméricas sin los inconvenientes descritos en el estado de la técnica.

55 Este objetivo se soluciona mediante el procedimiento de modificación de masas fundidas de acuerdo con la invención en el flujo lateral con las características representativas de la reivindicación 1, así como el dispositivo para la realización del procedimiento de acuerdo con la invención con las características representativas de la reivindicación 12.

De acuerdo con la presente invención se proporciona por consiguiente un procedimiento para la preparación continua de poliamida 6 o copoliamidas que están constituidas por al menos el 70 % en peso de unidades de repetición que se derivan de ϵ -caprolactama, con las siguientes etapas:

- 5 a) proporcionar los productos de partida,
- b) formar un prepolímero y policondensar el prepolímero con generación de un flujo de masa fundida principal,
- c) granular la masa fundida polimérica,
- d) extraer el granulado de poliamida así como
- e) secar,

10 en el que se saca del flujo de masa fundida principal (b) una cantidad parcial y se mezcla la cantidad parcial en un flujo lateral en una prensa extrusora con una cantidad definida de un aditivo y se reconduce el flujo lateral modificado al flujo de masa fundida principal (b) aguas abajo antes de la granulación (c) y se concentra la solución acuosa de extracto formada durante la extracción (d), que contiene productos de partida tal como por ejemplo ϵ -caprolactama, y se reconduce al proceso de partida (a).

15 La propiedad especial del procedimiento de acuerdo con la invención es por consiguiente la combinación del objetivo de un aditivo en un flujo lateral de un prepolímero preparado mediante policondensación, que se saca de un flujo de masa fundida principal, con una extracción que se realiza al mismo tiempo del granulado de poliamida generado tras la combinación del flujo de masa fundida principal con el flujo de masa fundida parcial. Mediante la combinación de la adición del aditivo en un flujo parcial así como de la extracción posterior del granulado se obtiene una

20 homogeneización muy precisa del aditivo que va a añadirse en el granulado polimérico; al mismo tiempo pueden separarse casi completamente de los productos también los productos de partida no policondensados, tales como por ejemplo caprolactama o condensados de cadena corta, que son indeseados en los productos, tales como por ejemplo dímeros y/u oligómeros de la caprolactama. El procedimiento de acuerdo con la invención permite por tanto la preparación de granulados de poliamida de muy alta calidad, en los que los aditivos se encuentran de manera

25 extremadamente homogénea en el producto y que simultáneamente están libres de productos de partida, tal como por ejemplo caprolactama, que empeorarían de manera persistente las propiedades. Otra ventaja del procedimiento de acuerdo con la invención es el alto grado de flexibilidad.

Los cambios de aditivo pueden realizarse de inmediato y prácticamente sin pérdidas sin operaciones de purificación costosas y sin calidades reducidas del producto fuera de la especificación. Los polímeros portadores de aditivos no son necesarios, de modo que no resulta ninguna influencia desventajosa de las propiedades de uso del producto

30 final. En el caso del procedimiento de acuerdo con la invención se trata de un proceso cerrado: debido a ello no son necesarias intervenciones costosas de ningún tipo en el proceso de producción, tal como por ejemplo la preparación de mezclas madre internas. No tiene lugar ningún escape de masa fundida polimérica y/o de proporciones volátiles durante la adición de aditivos. La modificación libre de aglomerado de la masa fundida y con ello los tiempos de permanencia de filtro prolongados son posibles y son necesarios números de revoluciones del husillo más bajos que

35 en el estado de la técnica. No se realiza ningún secado del aditivo y a pesar de ello al mismo tiempo sólo una reducción de la viscosidad mínima y constante de la masa fundida polimérica. Además resulta la posibilidad de dimensionar la abertura de la prensa extrusora para la adición de aditivos tan grande como toda la sección transversal del husillo. Una limitación de la cantidad de adición de aditivos o de la producción de masa fundida no es necesaria. Una dosificación continua y uniforme del aditivo en la primera zona de la prensa extrusora sin problemas

40 térmicos puede realizarse sin posibilidad de enfriamiento adicional de la primera zona de la prensa extrusora con el uso de aditivos sensibles a la temperatura. Un uso de coadyuvantes de procesamiento que corresponden al estado de la técnica no es necesario.

Una forma de realización preferente del procedimiento de acuerdo con la invención prevé que se divida el flujo de masa fundida principal (b) tras la desviación del flujo lateral aguas abajo en al menos dos flujos parciales y se reconduzca el flujo lateral modificado a al menos un flujo parcial en una proporción definida, realizándose a continuación en cada caso en los flujos parciales una granulación (c), extracción (d) y secado (e).

45

Una forma de realización alternativa más preferente del procedimiento de acuerdo con la invención prevé que se divida el flujo de masa fundida principal (b) en tres flujos parciales y se reconduzca el flujo lateral modificado a dos flujos parciales en proporciones definidas.

50 También es posible sin embargo una división del flujo de masa fundida principal en más de tres flujos parciales. De acuerdo con las formas de realización preferentes descritas anteriormente del procedimiento de acuerdo con la invención es posible modificar dos o tres o más flujos parciales por ejemplo con distintas cantidades del aditivo. A este respecto puede preverse que en un primer flujo parcial no se alimente absolutamente ningún aditivo, de modo que en esta línea de flujo parcial tras realizar la granulación, extracción y secado se obtenga una poliamida libre de

55 aditivos.

También es preferentemente dotar los dos o todos los flujos parciales con distintas cantidades de aditivo, de modo que pueden prepararse en una línea de instalación al mismo tiempo tres poliamidas con distinta adición de aditivos.

En cada flujo parcial se realiza finalmente una extracción preferentemente acuosa del granulado polimérico preparado, extrayéndose productos de partida que no han reaccionado o condensados de cadena corta del granulado de poliamida. A este respecto se prefiere especialmente cuando las aguas de extracto obtenidas de la extracción acuosa se reúnen, se condensan y los productos de partida así recuperados, tal como por ejemplo ϵ -caprolactama o dímeros y/u oligómeros de la misma se alimentan de nuevo a la etapa de policondensación b). Esta forma de realización permite hacer reaccionar de manera económica y ecológicamente eficaz, de manera respetuosa con los recursos una proporción a ser posible alta de los productos de partida para dar los productos correspondientemente de alta calidad. Debido al hecho de que las aguas de extracto procedentes de los distintos flujos parciales pueden reunirse y condensarse allí conjuntamente, resultan ventajas económicas, dado que es posible una preparación simultánea de varias líneas de producto de granulados de poliamida, sin embargo se requiere sólo un dispositivo de condensación de agua de extracto individual. Los productos de partida así recuperados pueden alimentarse de nuevo a la policondensación conjunta.

En una forma de realización más preferente está previsto que el aditivo se dosifique en una prensa extrusora de doble husillo, con distintas zonas de tratamiento. Una prensa extrusora de este tipo se ha descrito por ejemplo en el documento DE 40 39 857 A1. Con respecto a las configuraciones especialmente preferentes de las correspondientes prensas extrusoras con distintas zonas de tratamiento se remite de manera correspondiente a este documento de solicitud de patente, en particular a las figuras 1 y 2 de este documento de solicitud de patente así como la correspondiente descripción. El contenido de divulgación del documento DE 40 39 857 A1 se convierte en su totalidad también en objeto de la presente solicitud, en cuanto a la prensa extrusora de doble husillo usada preferentemente, mediante referencia a los puntos de divulgación correspondientes.

Se prefiere especialmente cuando como aditivo se usa un pigmento soluble o insoluble, mineral u orgánico, preferentemente dióxido de titanio.

También se prefieren cuando el aditivo se dosifica con gas protector, preferentemente N_2 , a la prensa extrusora.

En una forma de realización más preferente se hace funcionar la prensa extrusora con gas protector, preferentemente N_2 .

Las cantidades preferentes del aditivo que va a añadirse en el flujo de masa fundida principal b) que va a modificarse se encuentran a este respecto entre el 0,01 % y el 16 % en peso, preferentemente entre el 0,03 % y el 0,6 % en peso. La cantidad de aditivo se refiere a este respecto al peso total del flujo de masa fundida principal.

Una variante más preferente del procedimiento de acuerdo con la invención prevé que la solución acuosa de extracto formada durante la extracción (d) contenga hasta el 15 % en peso de ϵ -caprolactama y oligómeros/dímeros y tras la concentración ascienda la concentración de extracto a del 70 % al 95 % en peso.

También es ventajoso cuando se añade durante o tras la concentración de la solución de extracto lactama fresca.

En una forma de realización especialmente preferente se concentran conjuntamente las soluciones acuosas de extracto que se producen en los respectivos flujos parciales.

De acuerdo con la invención se indica igualmente un dispositivo para la realización del procedimiento descrito anteriormente, que comprende al menos una unidad de dosificación, al menos un dispositivo de condensación, al menos un dispositivo de granulación, al menos un dispositivo de extracción y al menos una unidad de secado, que están dispuestos consecutivamente aguas abajo, estando dispuesta entre el al menos un dispositivo de condensación y el al menos un dispositivo de granulación una prensa extrusora en una derivación, y estando unido el al menos un dispositivo de extracción con al menos una instalación de evaporación.

Una forma de realización preferente del dispositivo de acuerdo con la invención prevé que la prensa extrusora de doble husillo tenga una zona de dosificación, una zona de entrada de masa fundida, una zona de humectación, una zona de desgasificación y una zona de dispersión.

En particular, en la zona de dosificación de la prensa extrusora de doble husillo está reducido el diámetro del husillo en de 0,2 a 4 mm.

Una prensa extrusora especialmente preferente, que puede usarse para el procedimiento de acuerdo con la invención, es una prensa extrusora de doble husillo de giro en la misma dirección.

Con respecto a estas formas de realización se remite al documento DE 40 39 857 A1.

Se prefiere más cuando el dispositivo de condensación está conectado previamente a un dispositivo para la formación de un prepolímero.

Con la unidad de dosificación del dispositivo de acuerdo con la invención pueden dosificarse de manera exacta los productos de partida que se alimentan al dispositivo de condensación. Al mismo tiempo es posible a través de la unidad de dosificación por ejemplo también la adición de catalizadores, etc.

Con el al menos un dispositivo de condensación puede generarse a continuación a partir de los productos de partida usados una poliamida. El dispositivo de condensación puede estar configurado a este respecto también dividido en dos y puede estar constituido por ejemplo por un dispositivo para la formación de un prepolímero así como un dispositivo de policondensación.

- 5 Con el dispositivo de granulación puede prepararse un granulado a partir de la masa fundida de poliamida. El dispositivo de granulación o dispositivo de peletización puede estar configurado a este respecto de cualquier manera. Son posibles a este respecto por ejemplo dispositivos de granulación de extrusión, dispositivos de granulación de corte en caliente o dispositivos de granulación subacuáticos.

- 10 Igualmente pueden usarse como dispositivo de extracción o como unidad de secado todos los dispositivos conocidos por el estado de la técnica.

La prensa extrusora dispuesta entre el dispositivo de condensación y el dispositivo de granulación en una derivación sirve a este respecto para la adición del aditivo. El aditivo puede aprovisionarse a este respecto por ejemplo en un almacenamiento y puede alimentarse de manera dirigida a través de la prensa extrusora que está dispuesta en la derivación.

- 15 Una forma de realización preferente prevé que el flujo de masa fundida principal conducido fuera del dispositivo de condensación se divide a continuación en dos o más flujos parciales. Antes de la ramificación del flujo de masa fundida principal en los dos flujos parciales en cuestión se aparta sin embargo del flujo de masa fundida principal que sale del dispositivo de condensación la derivación, que desvía el flujo lateral en la prensa extrusora. La derivación termina a este respecto preferentemente en al menos uno de los flujos parciales así generados,
20 preferentemente en varios de los flujos parciales. Por consiguiente pueden generarse con el dispositivo líneas de poliamida con distinta adición de aditivo.

- Más preferentemente, el dispositivo de acuerdo con la invención comprende una instalación de evaporación para la recuperación del extracto. Para el caso de que se preparen, tal como se ha descrito anteriormente, varios flujos parciales de masas fundidas de poliamida con distinta adición de aditivos, dispone cada uno de los flujos parciales de un dispositivo de granulación, dispositivo de extracción y dispositivo de secado separados. Para este caso se
25 prefiere que los extractos obtenidos de los respectivos dispositivos de extracción, en particular las aguas de extracto que contienen monómero, se alimenten a una instalación de evaporación conectada posteriormente a los respectivos dispositivos de extracción para la evaporación de las aguas de extracto obtenidas. En una instalación de evaporación de este tipo se separa agua al menos parcialmente. Los productos de partida, u oligómeros de estos
30 producto de partida, en particular ϵ -caprolactama o dímeros y/u oligómeros de la misma, obtenidos concentrados pueden alimentarse de nuevo al dispositivo de dosificación y por consiguiente pueden alimentarse de nuevo a la policondensación.

La presente invención se realiza en más detalle por medio de las siguientes figuras, sin limitar la invención a las formas de realización especiales allí representadas.

- 35 A este respecto muestra

Figura 1 un dispositivo para la realización del procedimiento de acuerdo con la invención que comprende tres flujos parciales;

Figura 2 una sección del dispositivo de policondensación representado en la figura 1; así como

- Figura 3 un husillo a modo de ejemplo que puede usarse en una prensa extrusora en el dispositivo de acuerdo con la invención.
40

- La figura 1 muestra un dispositivo para la preparación de distintas líneas de granulado de poliéster de acuerdo con la presente invención. Un flujo de ϵ -caprolactama 90 se alimenta a este respecto a un dispositivo de dosificación 100b. El dispositivo de dosificación puede alimentar al producto de partida usado, es decir al flujo de ϵ -caprolactama 90, por ejemplo aditivos, en particular catalizadores, etc., que pueden estar aprovisionados por ejemplo en un dispositivo
45 100a. Al mismo tiempo puede dosificarse de manera dirigida la cantidad de ϵ -caprolactama. La mezcla de productos de partida generada se alimenta a continuación a un dispositivo de condensación que está configurado en el ejemplo de acuerdo con la figura 1 dividido en dos partes en forma de un reactor de prepolimerización o precondensación 109 así como de un reactor de post-condensación 110. Una parte del flujo de masa fundida principal que sale del dispositivo de policondensación se alimenta a este respecto en una derivación 160 a una prensa extrusora 150
50 adecuada. Por medio de esta prensa extrusora pueden alimentarse aditivos, que pueden estar aprovisionados por ejemplo en un dispositivo 151, al flujo lateral en la derivación 160. Tras la desviación de este flujo lateral se divide el flujo principal en tres líneas 115a, 115b y 115c y se alimenta en cada caso a dispositivos de granulación 120a, 120b y 120c. En estas líneas distintas 115a, 115b o 115c se alimenta en cada caso una parte del flujo lateral desviado en la derivación 160 y modificado por medio de la prensa extrusora 150. A este respecto se divide el flujo lateral 160 por
55 medio de un desviador 161 en varios flujos parciales 160b y 160c, que desembocan en cada caso en las líneas laterales 115b o 115c. De acuerdo con el ejemplo en la figura 1 se realiza con el dispositivo únicamente una modificación de los flujos laterales 115b y 115c, mientras que la línea lateral 115a permanece no modificada, es

decir con adición de aditivos. Sin embargo es igualmente posible alimentar también una cantidad parcial del flujo lateral conducido en la derivación 160 en la línea lateral 115a. Por medio del desviador 161 pueden ajustarse por ejemplo distintos grados de adición de aditivos de las líneas laterales 115b y 115c. Tras realizar la granulación se realiza en cada caso una extracción del granulado generado por medio en cada caso de un dispositivo de extracción 130a, 130b y 130c, que están dispuestos en cada caso en las líneas laterales 115a, 115b y 115c y están conectados posteriormente al respectivo dispositivo de peletización 120a, 120b y 120c. El agua de extracto obtenida durante la extracción acuosa realizada, que contiene por ejemplo caprolactama como producto de partida o dímeros de la misma y/u oligómeros de cadena corta solubles en agua, se alimenta a través de conductos de agua de extracto 131a, 131b y 131c a una instalación de evaporación 170 y allí se acumula. Tiene lugar una evaporación conjunta de las aguas de extracto obtenidas de las líneas laterales 115a, 115b y 115c individuales. Dependiendo de la conducción del procedimiento puede ajustarse el grado de evaporación de estas aguas de extracto de manera dirigida. Los extractos concentrados obtenidos, que son por consiguiente ricos en caprolactama u oligómeros de cadena corta y aún reactivos, pueden alimentarse a través de una conducción colectora 171 al dispositivo de dosificación 100b y pueden alimentarse a flujo de lactama fresca 90. El granulado extraído se somete en las respectivas líneas laterales 115a, 115b y 115c a continuación a un secado por medio de correspondientes dispositivos de secado 140a, 140b y 140c. En cada caso el granulado con distinta adición de aditivos 141a, 141b y 141c se obtiene a continuación del procedimiento de secado. En el ejemplo del esquema representado en la figura 1, el granulado de poliamida 141a está libre de aditivos, el granulado de poliamida 141b está con semiadición de aditivos (por tanto presenta un grado de adición de aditivo más bajo, en comparación con el granulado de poliamida 141c) y el granulado de poliamida 141c está con adición de aditivos "completa".

La figura 2 representa una reproducción detallada de un detalle del dispositivo de acuerdo con la invención o del procedimiento de acuerdo con la invención. Está representada una conducción del procedimiento hasta la peletización, es decir las etapas de extracción y de secado mencionadas en la figura 1 no están representadas en la figura 2. La figura 2 sirve para la aclaración del principio de la adición de aditivos en el flujo lateral mediante una prensa extrusora especial.

En la figura 2 designa 1 el flujo de masa fundida principal, 2 el flujo de masa fundida parcial que va a modificarse opcionalmente, 3 el flujo de masa fundida lateral que va a modificarse, 4 la bomba de alimentación, 5 el dispositivo de adición de aditivos, 6 la prensa extrusora de doble husillo, 7 la zona de dosificación, 8 la zona de entrada de masa fundida, 9 la zona de humectación, 10 la zona de desgasificación y 11 la zona de dispersión, 12 el dispositivo de desgasificación, 13 la bomba de recirculación, 14 el flujo lateral modificado, 15 el elemento de mezcla estático, 16 el sitio de hilado, 17 el flujo de masa fundida parcial no modificado y 18 el granulador.

El flujo de masa fundida principal de polímero se divide en distintos flujos de masa fundida parciales, dependiendo del número de los distintos tipos de productos deseados: en el ejemplo de la figura 2 para la preparación de masa fundida opcionalmente mateada o no mateada para la hilatura directa 16 y para la generación de granulado bruto no modificado 17. Del flujo de masa fundida parcial 2 que va a modificarse opcionalmente se desvía a su vez un flujo de masa fundida lateral 3 y con una bomba de alimentación dosificadora 4 se alimenta a una prensa extrusora de doble husillo 6 dotada de elementos de husillo diseñados especialmente, con varias zonas de tratamiento 7 a 11. En la primera zona de la prensa extrusora (zona de dosificación 7) se alimenta el aditivo dosificado con un dispositivo de adición 5 como sólido y se transporta a la segunda zona, zona de entrada de masa fundida 8, en la que el flujo de masa fundida parcial se conduce sobre el aditivo y en una tercera zona de la prensa extrusora (zona de humectación 9) se realiza la humectación, a continuación en una cuarta zona de la prensa extrusora (zona de desgasificación 10) se transporta con un dispositivo de desgasificación 12 y se desgasifica y en una quinta zona de la prensa extrusora (zona de dispersión 11) entonces se realiza la dispersión de acuerdo con el estado de la técnica conocido por el experto. El concentrado de masa fundida-aditivo así obtenido se dosifica de nuevo a través de una bomba de recirculación 13 al flujo de masa fundida parcial 2 que va a modificarse y se remezcla de manera homogénea en un elemento de mezclado estático 15.

Con el procedimiento de acuerdo con la invención así como su dispositivo puede modificarse sin problemas masas fundidas poliméricas con del 0,015 % al 16 % en peso, preferentemente del 0,03 % al 0,6 % en peso, de manera especialmente preferente del 0,3 % en peso, de aditivo.

La figura 3 muestra como forma de realización a modo de ejemplo una prensa extrusora de doble husillo de giro en la misma dirección de la empresa Berstorff tipo ZE 40A con zonas que pueden calentarse y enfriarse: 21 zona de dosificación, 22 zona de entrada de masa fundida, 23 zona de desgasificación, 24-28 zonas de dispersión, 29 cabeza de husillo, 30 dosificación de aditivo, 31 alimentación de masa fundida polimérica y 32 desgasificación.

Un dispositivo para la realización del procedimiento de acuerdo con la invención está constituido al menos por una bomba de alimentación 3, una prensa extrusora de doble husillo 6 diseñada especialmente con dispositivo de adición de aditivos 5 y dispositivo de desgasificación 12 y las zonas de tratamiento 7 a 11, una bomba de recirculación 13 y un elemento de mezclado estático 15, siendo el dispositivo de adición de aditivos 5 preferentemente un tubo de bajada, siendo la prensa extrusora de doble husillo 6 diseñada especialmente una prensa extrusora de doble husillo preferentemente de giro en la misma dirección, que tiene en la primera zona de la prensa extrusora (zona de dosificación 7) elementos de husillo diseñados especialmente, cuyos diámetros están reducidos en de 0,2 a 4 mm, preferentemente de 0,5 a 2 mm, de manera especialmente preferente de 0,5 a 1 mm,

- 5 en la segunda zona de la prensa extrusora (zona de entrada de la masa fundida 8) tiene de manera conocida elementos transportadores, en la tercera zona de la prensa extrusora (zona de humectación 9) tiene elementos de amasado y acumulación, en la cuarta zona de la prensa extrusora (zona de desgasificación 10) está dotada de manera conocida de elementos transportadores, en la quinta zona de la prensa extrusora (zona de dispersión 11) está dotada de manera conocida de elementos transportadores y de amasado de manera alterna y la zona de dosificación 7 puede enfriarse con el uso de aditivos sensibles a la temperatura.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la preparación continua de poliamida 6 o copoliamidas que están constituidas por al menos el 70 % en peso de unidades de repetición que se derivan de ϵ -caprolactama, con las siguientes etapas:
 - a) proporcionar los productos de partida,
 - b) formar un prepolímero y policondensar el prepolímero con generación de un flujo de masa fundida principal,
 - c) granular la masa fundida polimérica,
 - d) extraer el granulado de poliamida así como
 - e) secar,
- 5 **caracterizado porque** se extrae del flujo de masa fundida principal (b) una cantidad parcial y se mezcla la cantidad parcial en un flujo lateral en una prensa extrusora con una cantidad definida de un aditivo y el flujo lateral modificado se reconduce al flujo de masa fundida principal (b) aguas abajo antes de la granulación (c) y **porque** la solución acuosa de extracto formada durante la extracción (d), que contiene ϵ -caprolactama, se concentra y se reconduce al proceso de partida (a).
- 10
2. Procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado porque** se divide el flujo de masa fundida principal (b) tras la desviación del flujo lateral aguas abajo en al menos dos flujos parciales y se reconduce el flujo lateral modificado a al menos un flujo parcial en una proporción definida y **porque** se realiza a continuación en cada caso en los flujos parciales una granulación (c), una extracción (d) y un secado (e).
- 15
3. Procedimiento según la reivindicación 2, **caracterizado porque** se divide el flujo de masa fundida principal (b) en tres flujos parciales y el flujo lateral modificado se reconduce a dos flujos parciales en proporciones definidas.
- 20
4. Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado porque** se dosifica el aditivo en una prensa extrusora de doble husillo, con distintas zonas de tratamiento.
5. Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado porque** como aditivo se usa un pigmento soluble o insoluble, mineral u orgánico, preferentemente dióxido de titanio.
- 25
6. Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones 1 a 5, **caracterizado porque** se dosifica el aditivo con gas protector, preferentemente N_2 , a la prensa extrusora.
7. Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones 1 a 6, **caracterizado porque** la prensa extrusora se hace funcionar con gas protector, preferentemente N_2 .
- 30
8. Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones 1 a 7, **caracterizado porque** el flujo de masa fundida principal (b) que va a modificarse se modifica con del 0,01 % al 16 % en peso, preferentemente del 0,03 % al 0,6 % en peso, de aditivo.
9. Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones 1 a 8, **caracterizado porque** la solución acuosa de extracto formada durante la extracción (d) contiene hasta el 15 % en peso de ϵ -caprolactama y oligómeros/dímeros y tras la concentración asciende la concentración de extracto a del 70 % al 95 % en peso.
- 35
10. Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones 1 a 9, **caracterizado porque** durante la concentración de la solución de extracto se añade lactama fresca.
11. Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones 2 a 10, **caracterizado porque** las soluciones acuosas de extracto que se producen en los respectivos flujos parciales se concentran de manera conjunta.
12. Dispositivo para la realización del procedimiento según al menos una de las reivindicaciones 1 a 11 que comprende al menos una unidad de dosificación (100a, 100b), al menos un dispositivo de condensación (100), al menos un dispositivo de granulación (120a, 120b, 120c), al menos un dispositivo de extracción (130a, 130b, 130c) y al menos una unidad de secado (140a, 140b, 140c), que están dispuestos consecutivamente aguas abajo, estando dispuesta entre el al menos un dispositivo de condensación (110) y el al menos un dispositivo de granulación (120a, 120b, 120c) una prensa extrusora (150) en una derivación (160), y que el al menos un dispositivo de extracción (130a, 130b, 130c) está unido a al menos una instalación de evaporación (170).
- 40
13. Dispositivo según la reivindicación 12, **caracterizado porque** la prensa extrusora de doble husillo tiene una zona de dosificación, una zona de entrada de masa fundida, una zona de humectación, una zona de desgasificación y una zona de dispersión.
- 45
14. Dispositivo según la reivindicación 13, **caracterizado porque** en la zona de dosificación de la prensa extrusora de doble husillo se reduce el diámetro del husillo en de 0,2 a 4 mm.
- 50
15. Dispositivo según las reivindicaciones 13 ó 14, **caracterizado porque** la prensa extrusora de doble husillo es una prensa extrusora de doble husillo de giro en la misma dirección.

16. Dispositivo según al menos una de las reivindicaciones 12 a 15, **caracterizado porque** al dispositivo de condensación (110) está conectado previamente un dispositivo (109) para la formación de un prepolímero.

Figura 1

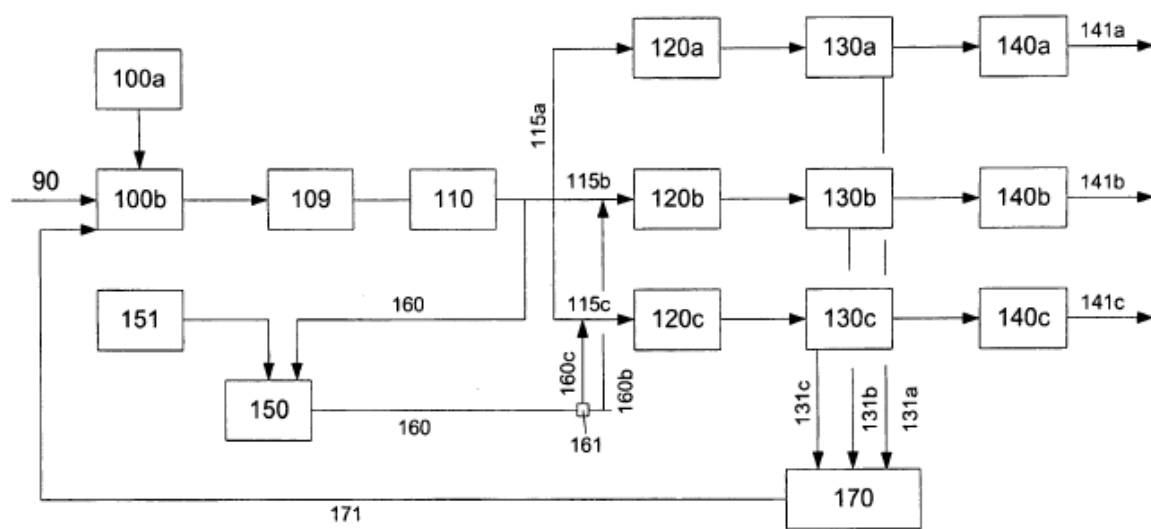


Figura 2

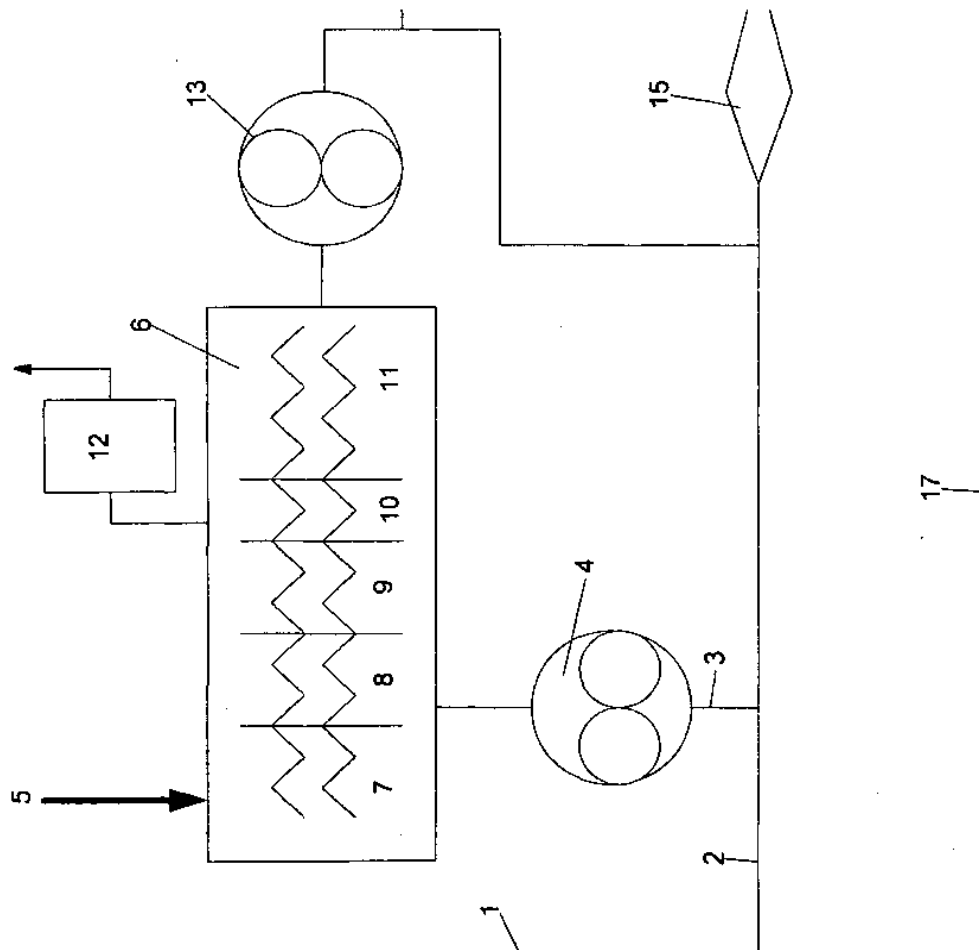


Figura 3

