

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 646 537**

51 Int. Cl.:

**B01J 19/00** (2006.01)

**B01J 19/18** (2006.01)

**C08F 2/00** (2006.01)

**C08G 69/28** (2006.01)

**C08L 77/06** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **11.06.2014 PCT/EP2014/062122**

87 Fecha y número de publicación internacional: **18.12.2014 WO14198768**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **11.06.2014 E 14729018 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **09.08.2017 EP 3007818**

54 Título: **Método de polimerización mediante la separación de una sustancia gaseosa**

30 Prioridad:

**12.06.2013 EP 13171654**

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

**14.12.2017**

73 Titular/es:

**BASF SE (100.0%)  
Carl-Bosch-Strasse 38  
67056 Ludwigshafen, DE**

72 Inventor/es:

**ZHU, NING;  
STAMMER, ACHIM;  
CLAUSS, JOACHIM y  
KORY, GAD**

74 Agente/Representante:

**CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel**

ES 2 646 537 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

Método de polimerización mediante la separación de una sustancia gaseosa

La presente invención hace referencia a un método para producir una poliamida alifática o parcialmente aromática, en donde un prepolímero de poliamida es sometido a una polimerización en fase sólida.

- 5 La presente invención hace referencia además a un método para la síntesis de un polímero, en particular de una poliamida, mediante la separación de una sustancia gaseosa, en particular de agua.

Estado del Arte

- 10 La producción de una pluralidad de polímeros técnicos tiene lugar a través de una policondensación, en donde la estructuración del peso molecular se asocia a la liberación de un componente de bajo peso molecular, el cual por lo general debe ser separado al menos parcialmente desde la mezcla de reacción, por ejemplo para alcanzar el peso molecular deseado y/o las propiedades deseadas del producto.

- 15 Una clase importante de los polímeros de policondensación son las poliamidas. Las mismas, junto con los ámbitos de aplicación principales para láminas, fibras y materiales, sirven para una pluralidad de otros fines de uso. Entre las poliamidas, la poliamida 6 (policaprolactama) y la poliamida 66 (nylon, polihexametileno-adipamida) son los polímeros más fabricados. La producción de poliamida 66 tiene lugar mayormente a través de la policondensación de las así llamadas soluciones salinas AH, es decir, soluciones acuosas que contienen ácido adípico y 1,6 - diaminohexano (hexametildiamina) en cantidades estequiométricas. El método clásico para fabricar poliamida 6 es la polimerización con apertura de anillo hidrolítica de  $\epsilon$ -caprolactama, la cual aún se considera muy importante desde el punto de vista técnico. Los métodos de producción convencionales para la poliamida 6 y la poliamida 66 se describen por ejemplo en el manual sobre materiales plásticos <sup>a</sup> Technische Thermoplaste: Polyamide, de la editorial Carl Hanser Verlag, 1998, Múnich, páginas 42-71.

- 20 Una clase especial de materiales plásticos técnicos que se han utilizado ampliamente son las poliamidas parcialmente cristalinas o amorfas, termoplásticas, parcialmente aromáticas, las cuales se caracterizan en particular por su elevada resistencia a la temperatura y, por lo tanto, se denominan también como poliamidas de alta temperatura (HTPA).

- 25 Especialmente en el caso de la síntesis de poliamidas de alta temperatura es necesario separar agua desde la masa fundida de reacción. De este modo, la producción de esas HTPA comienza usualmente con la formación de una solución salina acuosa de al menos una diamina y al menos un ácido dicarboxílico, así como de opcionalmente otros componentes de monómeros, como lactamas,  $\omega$ -aminoácidos, monoaminas, ácidos monocarboxílicos y mezclas de los mismos, con la condición de que al menos uno de los componentes presente un grupo aromático. Después de la formación de la solución salina sigue una oligomerización en la fase líquida, mientras que usualmente no tiene lugar aún una separación de agua. Al final de dicha oligomerización los oligómeros presentan en promedio por ejemplo de 4 a 10 unidades de repetición con una conversión de aproximadamente 70 a 80 %. Para otra estructuración del peso molecular se dispone de dos vías alternativas. En la primera variante, el oligómero formado pasa a la fase sólida a través de deshidratación y es sometido a una así llamada polimerización de fase sólida (solid state polymerization, SSP). En la segunda variante, mediante la separación controlada de agua y el aumento de temperatura, tiene lugar un pasaje de la solución acuosa a la masa fundida para otra policondensación. Se necesitan en particular dispositivos y métodos adecuados para realizar esa condensación de la masa fundida.

- 30 A modo de ejemplo, es conocido el hecho de hacer reaccionar una masa de oligómeros que contiene agua, en un reactor a una temperatura de aproximadamente 350 °C y a una presión en el rango de 10 a 20 bar. No obstante, en ese caso se producen depósitos en las paredes internas del reactor por encima de la fase líquida. Esto empeora la calidad del producto.

- 35 En la patente US 2,689,839 se describe el hecho de conducir una masa fundida de poliamidas a través de tubos con un diámetro diferente, realizando un tratamiento térmico. Los tubos se vuelven cada vez más anchos, de manera que una lenta distensión tiene lugar en la salida del último tubo, la cual se efectúa mediante un sinfín transportador. Sin embargo, este método presenta la desventaja de que vapor de agua sale a través del sinfín transportador desde la masa fundida de poliamidas, donde puede producirse un espumado de la masa fundida de poliamidas.

- 40 La patente US 3,113,843 describe un método para la síntesis de una poliamida mediante la separación de agua, en donde se utiliza un sinfín transportador vertical. El mismo limpia mecánicamente de forma continua la superficie interna del reactor utilizado.

45 Es conocida asimismo la síntesis de poliamidas en un reactor de película descendente. Una película de oligómeros se distribuye sobre una superficie interna de gran tamaño de un reactor, donde la conducción de los oligómeros

5 tiene lugar mediante un tubo y de forma opcional adicionalmente también mediante una entrada para película situada más elevada. Se evita de este modo el problema de una formación de espuma en la masa fundida a través del desgaseado de agua en las proximidades de la abertura de salida del reactor. No obstante, en este caso pueden producirse depósitos en la cámara interna del reactor, por encima de la entrada para la masa fundida. Un reactor de película descendente de esta clase, a modo de ejemplo, se describe en la solicitud US 5,561,987 A.

Para poder cubrir toda la superficie interna del reactor de película descendente con la masa fundida de oligómeros, en la patente US 7,964,059 B2 se sugiere aplicar de forma mecánica la masa fundida de oligómeros sobre la superficie interna. El dispositivo utilizado para ello presenta sin embargo muchas partes móviles y, con ello, una superficie elevada, lo cual conduce a la formación de depósitos.

10 El documento EP 2471594 A1 describe un reactor que comprende una carcasa del reactor esencialmente tubular y un método para la polimerización continua.

En la solicitud US 2993842 A se describen un dispositivo para la destilación de líquidos y un método para la destilación fraccionada de líquidos.

15 En la solicitud EP 0267025 A1 se describe un evaporador de capa delgada para fluidos altamente viscosos con una cámara de tratamiento que está rodeada de una cubierta de enfriamiento y está equipada con un rotor coaxial.

En la solicitud DE 102006047942 B3 se describen un dispositivo con una carcasa del reactor cilíndrica dispuesta de forma horizontal y un método para la policondensación por cargas de polímeros.

En la solicitud FR 2335552 A1 se describen un método y un dispositivo para producir policondensados.

20 En la solicitud US 3545938 A se describe un reactor de presión químico vertical, cilíndrico, para producir y procesar materiales viscosos.

#### Resumen de la invención

El objeto de la presente invención consiste en un método continuo para la síntesis de un polímero mediante la separación de una sustancia gaseosa en un dispositivo, el cual comprende

25 - una cámara de reacción (1) que presenta una sección superior (11), una sección central (12) y una sección inferior (13),

- una abertura de entrada (2) que se encuentra dispuesta en la sección central (12), una primera abertura de salida (3) que se encuentra dispuesta en la sección inferior (13)

- una segunda abertura de salida (4) que se encuentra dispuesta en la sección superior (11),

- una primera abertura de retorno (51) que se encuentra dispuesta en la sección inferior (13),

30 - una segunda abertura de retorno (52) que se encuentra dispuesta debajo de la sección superior (11), donde la primera abertura de retorno (51) y la segunda abertura de retorno (52) están conectadas una con otra a través de una línea de retorno (5), en donde se encuentra dispuesta una bomba (53) que está configurada para transportar líquido desde la primera abertura de retorno (51) hacia la segunda abertura de retorno (52),

35 - un dispositivo de distribución (6) que delimita la sección central (12) con respecto a la sección central superior (11), y

40 - un dispositivo de eliminación (7) que se encuentra dispuesto de forma desplazable a lo largo de la sección superior (11), donde el dispositivo de eliminación (7) presenta una cabeza de eliminación (71) que está dispuesta en la pared interna, del lado de la cubierta, de la sección central (12), y donde la cabeza de eliminación (7) se encuentra en contacto con la pared interna, del lado de la cubierta, de la sección central (12), con la deformación de los bordes de la cabeza de eliminación (71), donde

- la abertura de entrada (2), mediante una línea de entrada (21), se encuentra conectada a una pared de la sección superior (11), donde la cabeza de eliminación (71) presenta una abertura (711) a través de la cual es conducida la línea de entrada (21),

con los siguientes pasos del método:

a) suministro de una masa fundida de prepolímeros (8) hacia una sección central (12) de una cámara de reacción (1) a través de una abertura de entrada (2),

5 b) transporte de una parte de la masa fundida de prepolímeros (8) desde una sección inferior (13) de la cámara de reacción (1), dispuesta por debajo de la sección central (12), hacia una sección superior (11) de la cámara de reacción por encima de la sección central (12) y distribución de la masa fundida de prepolímeros (8) sobre la pared interna de la sección central (12) mediante un dispositivo de distribución (6),

b) polimerización de la masa fundida de prepolímeros (8) para producir una masa fundida de polímeros,

d) separación de la masa fundida de polímeros desde la cámara de reacción (1) a través de una primera abertura de salida (3) de la cámara de reacción (1), y

10 e) separación de una sustancia gaseosa (9) desde la cámara de reacción (1) a través de una segunda abertura de salida (4) en la sección superior (11),

donde depósitos son separados al menos en una pared interna de la sección superior (11) por un dispositivo de eliminación (7).

15 Una forma de ejecución especial del método de acuerdo con la invención consiste en un método para la síntesis de una poliamida alifática o parcialmente aromática, en donde se proporciona un prepolímero de la poliamida alifática o parcialmente aromática y se conduce al dispositivo utilizado de acuerdo con la invención. En una forma de ejecución preferente de la invención, el dispositivo del método de acuerdo con la invención para la síntesis de un polímero mediante la separación de una sustancia gaseosa comprende una cámara de reacción que presenta una sección superior, una sección central y una sección inferior, donde la sección central en la dirección de la sección inferior se encuentra limitada a través de un nivel de líquido de un fondo de una masa fundida de oligómeros, dispuesto en la  
20 sección inferior al encontrarse en funcionamiento el dispositivo.

#### Descripción de la invención

En el sentido de la invención, un prepolímero denomina una composición que contiene compuestos de polímeros con grupos funcionales complementarios que son adecuados para una reacción de condensación mediante el  
25 aumento del peso molecular.

En el sentido de la invención, el término "masa fundida de prepolímeros" denomina una composición con capacidad de flujo de la mezcla de reacción respectivamente presente, la cual contiene los prepolímeros. De este modo, la temperatura de la masa fundida de prepolímeros no debe situarse obligatoriamente por encima de la temperatura de la masa fundida del prepolímero puro. La capacidad de flujo puede darse también a través de la presencia de otros  
30 componentes de la masa fundida de prepolímeros, como por ejemplo agua, oligómeros de bajo peso molecular, etc. En una forma de ejecución especial, en la masa fundida de prepolímeros el prepolímero en sí mismo se encuentra presente en una forma que puede ser fundida.

Los datos del peso molecular medio en número  $M_n$  y el peso molecular medio ponderado  $M_w$ , en el marco de esta invención, se refieren a una determinación mediante cromatografía de permeación en gel (GPC). Para la calibración  
35 se utilizó PMMA como estándar de polímero con baja polidispersidad.

A través del método de acuerdo con la invención se impide la formación de depósitos en la cámara de reacción en el área entre la sección superior y la sección central, a través del dispositivo de eliminación, y en la sección central y eventualmente inferior, a través de una película de prepolímeros uniforme formada en la pared interna de la cámara de reacción. Puesto que no es necesario interrumpir el método para separar depósitos de forma manual, por lo  
40 tanto, éste puede ser ejecutado de forma continua.

La primera abertura de retorno y la segunda abertura de retorno del método de acuerdo con la invención pueden estar conectadas una con otra en particular a través de una línea de retorno en la cual está dispuesta una bomba. La misma está diseñada para transportar un líquido desde la primera abertura de retorno hacia la segunda abertura de  
45 retorno. El método de acuerdo con la invención, aplicando el principio conocido de un reactor de película descendente, permite evitar la formación de depósitos en la sección central y en la sección inferior, ya que una masa fundida transportada mediante la línea de retorno hacia la sección superior puede ser distribuida de forma regular por el dispositivo de distribución mediante la pared interna de la sección central y eventualmente puede ser distribuida hacia la sección inferior. La formación de depósitos en la sección superior, de acuerdo con la invención, se impide en el método a través del dispositivo de eliminación.

El dispositivo de eliminación presenta una cabeza del dispositivo de eliminación que está dispuesto en la pared interna, del lado de la cubierta, de la sección central. De manera especialmente preferente, el grosor de la cabeza de de eliminación se reduce hacia al menos uno de sus bordes. De este modo, una flexibilidad de la cabeza de eliminación puede generarse en sus bordes. De manera especialmente preferente, de forma perpendicular con respecto a la dirección de desplazamiento del dispositivo de eliminación, la cabeza de eliminación presenta una superficie de la sección transversal que es más grande que la superficie de la sección transversal, del lado de la cubierta, de la sección central, de forma perpendicular con respecto a la dirección de desplazamiento del dispositivo de eliminación. La cabeza de eliminación se encuentra en contacto con la pared interna, del lado de la cubierta, de la sección central, con la deformación de sus bordes, debido a lo cual una presión más elevada se ejerce sobre la pared interna de la cámara de reacción y es posible eliminar también depósitos que se acumulan con mucha firmeza. De manera especialmente preferente, la cabeza de eliminación, de forma perpendicular con respecto a la dirección de desplazamiento del dispositivo de eliminación, presenta una superficie de la sección transversal, la cual recubre al menos la superficie de la sección transversal de una línea de entrada, de forma perpendicular con respecto a la dirección de desplazamiento del dispositivo de eliminación. De manera preferente, la cabeza de eliminación presenta aberturas que posibilitan el paso de la sustancia gaseosa. De manera alternativa, de acuerdo con la invención, la cabeza de eliminación puede estar realizada también como cuchilla o como rasqueta. Es posible además que el dispositivo de eliminación se componga de una soga. La cabeza de eliminación permite eliminar de forma efectiva el depósito en la pared interna. De este modo, la cabeza de eliminación en sí misma posee una superficie en lo posible reducida, para que ningún depósito o la menor cantidad de depósitos posible se produzcan en la propia cabeza de eliminación.

La abertura de entrada del método de acuerdo con la invención, en una ejecución especial, mediante la línea de entrada, se encuentra conectada con una pared de la sección superior, donde la línea de entrada es guiada a través de una abertura en la cabeza de eliminación.

De manera preferente, la sección transversal de la sección inferior se reduce desde la sección central en la dirección de la primera abertura de salida.

Para evitar pérdidas de calor y, en el caso de un daño del reactor, impedir la salida de una masa fundida de polímeros, de manera preferente, la cámara de reacción está realizada con una pared doble.

Para garantizar una humectación de la pared interna de la cámara de reacción por debajo del dispositivo de distribución con oligómeros, es preferente que la viscosidad de la masa fundida de oligómeros ascienda por lo menos a 1 mPa·s.

De manera preferente, el método de acuerdo con la invención se encuentra orientado de forma esencialmente vertical. Como una orientación vertical se entiende una orientación esencialmente perpendicular del dispositivo de acuerdo con la invención en el campo de gravitación. Como esencialmente de forma vertical se entiende una desviación de como máximo 10°, preferentemente de como máximo 5°, referido a una alineación vertical ideal.

Para posibilitar una separación segura de la masa fundida de polímeros desde la cámara de reacción, se considera preferente que la velocidad con la cual la masa fundida de polímeros se desplaza hacia la primera abertura de salida, aumente con una distancia que se reduce hacia la primera abertura de salida.

En principio, el método de acuerdo con la invención puede realizarse con cualquier polímero que pueda convertirse en una masa fundida. Preferentemente, el polímero se selecciona entre los polímeros termoplásticos. De manera especialmente preferente, el polímero se selecciona entre poliamidas, poliuretanos termoplásticos, poliolefinas, polímeros vinil aromáticos, poliésteres, poliacetales, policarbonatos, polisulfonas, poliétersulfonas o mezclas de los mismos.

Preferentemente, el polímero es una poliamida y la sustancia gaseosa es vapor de agua.

Por lo tanto, una forma de ejecución especial del método de acuerdo con la invención consiste en un método para la síntesis de una poliamida alifática o parcialmente aromática, en donde en el paso a) se proporciona un prepolímero de la poliamida alifática o parcialmente aromática y se conduce al dispositivo utilizado de acuerdo con la invención.

Para denominar las poliamidas, en el marco de la invención se utilizan designaciones parcialmente usuales según el estado del arte, las cuales se componen de las letras PA, así como de los números y letras subsiguientes. Algunas de esas designaciones están normalizadas en DIN EN ISO 1043-1. Las poliamidas que pueden derivarse de ácidos aminocarboxílicos del tipo  $H_2N-(CH_2)_x-COOH$  o de las lactamas correspondientes, se denominan como PAZ, donde Z indica la cantidad de átomos de carbono en el monómero. De este modo, por ejemplo PA6 representa el polímero proveniente de  $\epsilon$ -caprolactama, así como de  $\omega$ -ácido aminocaproico. Las poliamidas que pueden derivarse de diaminas y ácidos dicarboxílicos de los tipos  $H_2N-(CH_2)_x-NH_2$  y  $HOOC-(CH_2)_y-COOH$  se denominan como PA Z1 Z2, donde Z1 indica la cantidad de átomos de carbono en la diamina y Z2 indica la cantidad de los átomos de carbono

en el ácido dicarboxílico. Para denominar las copoliamidas los componentes figuran en el orden de sus cantidades, separados a través de barras. De este modo, PA 66/610 es por ejemplo la copoliamida proveniente de hexametildiamina, ácido adípico y ácido sebácico. Para los monómeros utilizados de acuerdo con la invención con un grupo aromático o cicloalifático se utilizan las siguientes abreviaturas con letras: T = ácido tereftálico, I = ácido isoftálico, MXDA = m-xilileno-diamina, IPDA = isoforondiamina, PACM = 4,4'-metilenbis(ciclohexilamina), MACM = 2,2'-dimetil-4,4'-metilenbis-(ciclohexilamina).

A continuación, la expresión "alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>" abarca grupos alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> no sustituidos de cadena recta y ramificados. Ejemplos de grupos alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> son en particular metilo, etilo, propilo, isopropilo, n-butilo, isobutilo, sec. butilo, terc. butilo (1,1-dimetiletilo).

En el caso de los ácidos carboxílicos aromáticos, ácidos dicarboxílicos alifáticos, ácidos dicarboxílicos cicloalifáticos y ácidos monocarboxílicos mencionados a continuación los grupos carboxilo pueden presentarse respectivamente en forma no derivatizada o en forma de derivados. En el caso de los ácidos dicarboxílicos ninguno, uno o los dos grupo(s) carboxilo pueden estar presentes en forma de un derivado. Se consideran como derivados adecuados los anhídridos, ésteres, cloruros de ácidos, nitrilos e isocianatos. Los anhídridos o ésteres se consideran como derivados preferentes. Los anhídridos de ácidos dicarboxílicos pueden estar presentes en forma de monómeros o en forma de polímeros. Se consideran como ésteres preferentes los ésteres de alquilo y los ésteres de vinilo, de forma especialmente los ésteres de alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>, en particular los ésteres de metilo o los ésteres de etilo. Los ácidos dicarboxílicos se encuentran presentes preferentemente como ésteres monoalquílicos o dialquílicos, donde se consideran especialmente preferentes los ésteres monoalquílicos o dialquílicos C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>, de forma especialmente preferente los ésteres de monometilo, ésteres de dimetilo, ésteres de monoetilo o ésteres de dietilo. Además, de manera preferente, los ácidos dicarboxílicos se encuentran presentes como ésteres de monovinilo o de divinilo. De manera preferente, los ácidos dicarboxílicos se encuentran presentes como ésteres mixtos, de forma especialmente preferente como ésteres mixtos con diferentes componentes alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>, en particular como ésteres de metiletilo.

La preparación del prepolímeros de poliamida tiene lugar a través de la policondensación de una composición acuosa que contiene al menos un componente adecuado para la formación de poliamidas.

De manera preferente, el prepolímero (y de manera correspondiente la poliamida alifática o parcialmente aromática) contiene componentes incorporados seleccionados entre

A) ácidos dicarboxílicos aromáticos no sustituidos o sustituidos y derivados de ácidos dicarboxílicos aromáticos no sustituidos o sustituidos,

B) diaminas aromáticas no sustituidas o sustituidas,

C) ácidos dicarboxílicos alifáticos o cicloalifáticos y derivados de los mismos,

D) diaminas alifáticas o cicloalifáticas,

E) ácidos monocarboxílicos y derivados de los mismos,

F) monoaminas,

G) al menos aminas trivalentes,

H) lactamas,

I) ω-aminoácidos,

K) compuestos distintos de A) a I), de este modo co-condensables.

Una forma de ejecución adecuada son las poliamidas alifáticas. Para poliamidas alifáticas del tipo PA Z<sub>1</sub> Z<sub>2</sub> (como PA 66) aplica la condición de que debe estar presente al menos uno de los componentes C) o D) y no puede estar presente ninguno de los componentes A) y B). Para poliamidas alifáticas del tipo PA Z (como PA 6 o PA 12) aplica la condición de que debe estar presente al menos el componente H).

Una forma de ejecución preferente son las poliamidas parcialmente aromáticas. Para las poliamidas parcialmente aromáticas aplica la condición de que debe estar presente al menos uno de los componentes A) o B) y al menos uno de los componentes C) o D).

Los ácidos dicarboxílicos aromáticos A) se seleccionan preferentemente entre el ácido ftálico, ácido tereftálico, ácido isoftálico, ácidos naftalin dicarboxílicos o ácidos difenil dicarboxílicos respectivamente no sustituidos o sustituidos y los derivados y mezclas de los ácidos dicarboxílicos aromáticos antes mencionados.

5 Los ácidos dicarboxílicos A) aromáticos sustituidos presentan preferentemente al menos un radical alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> (por ejemplo 1, 2, 3 ó 4). En particular los ácidos dicarboxílicos A) aromáticos sustituidos presentan 1 ó 2 radicales alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>. Los mismos se seleccionan preferentemente entre metilo, etilo, n-propilo, isopropilo, n-butilo, iso-butilo, sec. butilo y terc. butilo, de forma especialmente preferente metilo, etilo y n- butilo, en particular metilo y etilo y en especial metilo. Los ácidos dicarboxílicos A) aromáticos sustituidos pueden portar también otros grupos funcionales que no afectan la amidación, como por ejemplo ácido 5- sulfo-isoftálico, sus sales y derivados. A este respecto,  
10 como ejemplo preferente se considera la sal de sodio del éster dimetílico del ácido 5- sulfo-isoftálico.

Se considera como preferente el ácido dicarboxílico A) aromático seleccionado entre el ácido tereftálico no sustituido, el ácido isoftálico no sustituido, ácidos naftalin dicarboxílicos no sustituidos, el ácido 2- cloro tereftálico, ácido 2- metiltereftálico, ácido 5-metil isoftálico y ácido 5- sulfoisoftálico.

15 De manera especialmente preferente, como ácido dicarboxílico A) aromático se utiliza ácido tereftálico, ácido isoftálico o una mezcla de ácido tereftálico y ácido isoftálico.

De manera especialmente preferente los prepolímeros de poliamida parcialmente aromáticos, proporcionados de acuerdo con la invención, presentan una parte de ácidos dicarboxílicos aromáticos en todos los ácidos dicarboxílicos de al menos 50 % mol, de forma especialmente preferente de 70 % mol hasta de 100 % mol. En una forma de ejecución especial, las poliamidas parcialmente aromáticas producidas según el método de acuerdo con la invención  
20 (y los prepolímeros preparados en el paso a)), presentan una parte de ácido tereftálico o de ácido isoftálico o una mezcla de ácido tereftálico y de ácido isoftálico, referido a todos los ácidos dicarboxílicos, de al menos 50 % mol, de forma preferente de 70 % mol hasta de 100 % mol.

25 Las diaminas B) aromáticas se seleccionan preferentemente entre bis-(4-amino-fenil)-metano, 3-metilbenzidina, 2,2-bis-(4-aminofenil)-propano, 1,1- bis-(4-aminofenil)-ciclohexano, 1,2-diaminobenceno, 1,4-diaminobenceno, 1,4-diaminonaftalina, 1,5-diaminonaftalina, 1,3-diaminotolueno(s), m-xililendiamina, N,N'-dimetil-4,4'-bifenil-diamina, bis-(4-metil-aminofenil)- metano, 2,2-bis-(4-metilaminofenil)-propano o mezclas de los mismos.

30 Los ácidos dicarboxílicos C) alifáticos o cicloalifáticos se seleccionan preferentemente entre el ácido oxálico, ácido malónico, ácido succínico, ácido glutárico, ácido adípico, ácido pimélico, ácido subérico, ácido azelaico, ácido sebáico, ácido undecano  $\alpha,\omega$ -carboxílico, ácido dodecano  $\alpha,\omega$ - dicarboxílico, ácido maleico, ácido fumárico o ácido itacónico, ácido cis- y trans-ciclohexano- 1,2-dicarboxílico, ácido cis- y trans-ciclohexano-1,3-dicarboxílico, ácido cis- y trans-ciclohexano-1,4-dicarboxílico, ácido cis- y trans-ciclopentano-1,2-dicarboxílico, ácido cis- y trans-ciclopentano-1,3-dicarboxílico y mezclas de los mismos.

35 Las diaminas D) alifáticas o cicloalifáticas se seleccionan preferentemente entre etilendiamina, propilendiamina, tetrametilendiamina, heptametilendiamina, hexametilendiamina, pentametilendiamina, octametilendiamina, nonametilendiamina, 2-metil-1,8-octametilendiamina, decametilendiamina, undecametilendiamina, dodecametilendiamina, 2-metilpentametilendiamina, 2,2,4-trimetilhexametilendiamina, 2,4,4-trimetilhexametilendiamina, 5-metilnonametilendiamina, 2,4- dimetiloctametilendiamina, 5-metilnonandiamina, bis-(4-aminociclohexil)-metano, 3,3'-dimetil-4,4'diaminodicyclohexilmetano y mezclas de los mismos.

40 Se considera especialmente preferente la diamina D) seleccionada entre hexametilendiamina, 2-metilpentametilendiamina, octametilendiamina, nonametilendiamina, decametilendiamina, undecametilendiamina, dodecametilendiamina, bis-(4-aminociclohexil)-metano, 3,3'- dimetil-4,4'diaminodicyclohexilmetano y mezclas de los mismos.

45 En una ejecución especial, las poliamidas parcialmente aromáticas contienen al menos una diamina D) integrada en el polímero, seleccionada entre hexametilendiamina, bis-(4-aminociclohexil)-metano (PACM), 3,3'-dimetil-4,4'diaminodicyclohexilmetano (MACM), isoforondiamina (IPDA) y mezclas de los mismos.

En una ejecución especial, las poliamidas parcialmente aromáticas contienen como diamina D) exclusivamente hexametilendiamina integrada en el polímero.

En otra ejecución especial, las poliamidas parcialmente aromáticas contienen como diamina D) exclusivamente bis-(4-aminociclohexil)-metano, integrado en el polímero.

50 En otra ejecución especial, las poliamidas parcialmente aromáticas contienen como diamina D) exclusivamente 3,3'-dimetil-4,4'diaminodicyclohexilmetano (MACM), integrado en el polímero.

En otra ejecución especial, las poliamidas parcialmente aromáticas contienen como diamina D) exclusivamente isoforondiamina (IPDA) integrada en el polímero.

5 Los prepolímeros (y de forma correspondiente las poliamidas alifáticas y parcialmente aromáticas) pueden contener al menos un ácido monocarboxílico E) integrado en el polímero. Los ácidos monocarboxílicos E) se utilizan en la encapsulación final de las poliamidas producidas de acuerdo con la invención. En principio se consideran adecuados todos los ácidos monocarboxílicos que, bajo las condiciones de reacción de la condensación de poliamidas, pueden reaccionar con al menos una parte de los grupos amino disponibles. Se consideran como ácidos monocarboxílicos E) adecuados los ácidos monocarboxílicos alifáticos, los ácidos monocarboxílicos alicíclicos y los ácidos monocarboxílicos aromáticos. Entre éstos figuran el ácido acético, ácido propiónico, ácido n-, iso- o tert.-butírico, 10 ácido valérico, ácido trimetilacético, ácido caproico, ácido heptanoico, ácido caprílico, ácido pelargónico, ácido cáprico, ácido undecanoico, ácido láurico, ácido tridecanoico, ácido mirístico, ácido palmítico, ácido esteárico, ácido píválico, ácido ciclohexanocarboxílico, ácido benzoico, ácidos metilbenzoicos, ácido  $\alpha$ -naftalincarboxílico, ácido  $\beta$ -naftalincarboxílico, ácido fenilacético, ácido oleico, ácido ricinoleico, ácido linoleico, ácido linolénico, ácido erúcido, ácidos grasos de soja, linaza, ricino y girasol, ácido acrílico, ácido metacrílico, ácidos Versatic<sup>®</sup>, ácidos Koch<sup>®</sup> y 15 mezclas de los mismos.

Como ácidos monocarboxílicos E) se utilizan ácidos carboxílicos insaturados o sus derivados, donde puede ser conveniente trabajar en presencia de inhibidores de polimerización usuales en el comercio.

Se considera especialmente preferente el ácido monocarboxílico E) seleccionado entre el ácido acético, ácido propiónico, ácido benzoico y mezclas de los mismos.

20 En una forma de ejecución especial, los prepolímeros (y de forma correspondiente las poliamidas alifáticas y parcialmente aromáticas) contienen como ácido monocarboxílico E) exclusivamente ácido propiónico integrado en el polímero.

En otra forma de ejecución especial, los prepolímeros (y de forma correspondiente las poliamidas alifáticas y parcialmente aromáticas) contienen como ácido monocarboxílico E) exclusivamente ácido benzoico integrado en el polímero. 25

En otra forma de ejecución especial, los prepolímeros (y de forma correspondiente las poliamidas alifáticas y parcialmente aromáticas) contienen como ácido monocarboxílico E) exclusivamente ácido acético integrado en el polímero.

30 Los prepolímeros (y de forma correspondiente las poliamidas alifáticas y parcialmente aromáticas) pueden contener al menos una monoamina F) integrada en el polímero. De este modo, las poliamidas alifáticas contienen sólo monoaminas alifáticas o monoaminas alicíclicas integradas en el polímero. Las monoaminas F) se utilizan en la encapsulación final de las poliamidas producidas de acuerdo con la invención. En principio se consideran adecuadas todas las monoaminas que, bajo las condiciones de reacción de la condensación de poliamidas, pueden reaccionar con al menos una parte de los grupos ácido carboxílico disponibles. Se consideran monoaminas F) adecuadas las monoaminas alifáticas, las monoaminas alicíclicas y las monoaminas aromáticas. Entre éstas figuran la metilamina, 35 etilamina, propilamina, butilamina, hexilamina, heptilamina, octilamina, decilamina, estearilamina, dimetilamina, dietilamina, dipropilamina, dibutilamina, ciclohexilamina, diciticlohexilamina, anilina, toluidina, difenilamina, naftilamina y mezclas de las mismas.

40 Para producir los prepolímeros (y de forma correspondiente las poliamidas alifáticas y parcialmente aromáticas) de manera adicional puede utilizarse al menos una amina G) por lo menos trivalente. Pueden mencionarse N'-(6-aminohexil) hexano-1,6-diamina, N'-(12-aminododecil)dodecano-1,12-diamina, N'-(6-aminohexil)dodecano-1,12-diamina, N'-[3-(aminometil)-3,5,5-trimetil-ciclohexil]hexano-1,6-diamina, N'-[3-(aminometil)-3,5,5-trimetil-ciclohexil]dodecano-1,12-diamina, N'-[(5-amino-1,3,3-trimetil-ciclohexil)metil]hexano-1,6-diamina, N'-[(5-amino-1,3,3-trimetil-ciclohexil)metil] dodecano-1,12-diamina, 3-[[[3-(aminometil)-3,5,5-trimetil-ciclohexil]amino]metil]-3,5,5-trimetil-ciclohexanamina, 3-[[[5-amino-1,3,3-trimetil-ciclohexil]metilamino]-metil]-3,5,5-trimetil-ciclohexanamina, 3-(aminometil)-N-[3-(aminometil)-3,5,5-trimetil-ciclohexil]-3,5,5-trimetil-ciclohexanamina. De manera preferente no se utiliza ninguna amina G) por lo menos trivalente. 45

Lactamas H) adecuadas son  $\epsilon$ -caprolactama, 2-piperidona ( $\delta$ -valerolactama), 2-pirrolidona ( $\gamma$ -butirolactama), caprillactama, heptanolactama, laurillactama y mezclas de las mismas.

50  $\omega$ -aminoácidos adecuados I) son ácido 6-aminocaproico, ácido 7-aminoheptanoico, ácido 11-aminoundecanoico, ácido 12-aminododecanoico y mezclas de los mismos.

Compuestos K) adecuados, distintos de A) a I), con ello co-condensables, son ácidos carboxílicos al menos trivalentes, ácidos diaminocarboxílicos, etc.



5 Compuestos K) adecuados son además el ácido 4-[(Z)-N-(6-aminohehexil)-C-hidroxi-carbonimidóil]benzoico, ácido 3-[(Z)-N-(6-aminohehexil)-C-hidroxi-carbonimidóil]benzoico, ácido (6Z)-6-(6-aminohehexilimino)-6-hidroxi-hexancarboxílico, ácido 4-[(Z)-N-[(5-amino-1,3,3-trimetil-ciclohexil)metil]-C-hidroxi-carbonimidóil]benzoico, ácido 3-[(Z)-N-[(5-amino-1,3,3-trimetil-ciclohexil)metil]-C-hidroxi-carbonimidóil]benzoico, ácido 4-[(Z)-N-[3-(aminometil)-3,5,5-trimetil-ciclohexil]-C-hidroxi-carbonimidóil]benzoico, ácido 3-[(Z)-N-[3-(aminometil)-3,5,5-trimetil-ciclohexil]-C-hidroxi-carbonimidóil]benzoico y mezclas de los mismos.

En una forma de ejecución preferente, el método de acuerdo con la invención se utiliza para producir una poliamida alifática.

10 De manera preferente, la poliamida se selecciona entre PA 6, PA 11, PA 12, PA 46, PA 66, PA 666, PA 69, PA 610, PA 612, PA 96, PA 99, PA 910, PA 912, PA 1212, y copolímeros y mezclas de las mismas.

En particular, la poliamida alifática se trata de PA 6, PA 66 o de PA 666, donde de forma completamente preferente se trata de PA 6.

En otra forma de ejecución preferente, el método de acuerdo con la invención se utiliza para producir una poliamida parcialmente aromática.

15 De manera preferente, la poliamida se selecciona entre PA 6.T, PA 9.T, PA 8.T, PA 10.T, PA 12.T, PA 6.I, PA 8.I, PA 9.I, PA 10.I, PA 12.I, PA 6.T/6, PA 6.T/10, PA 6.T/12, PA 6.T/6.I, PA 6.T/8.T, PA 6.T/9.T, PA 6.T/10.T, PA 6.T/12.T, PA 12.T/6.T, PA 6.T/6.I/6, PA 6.T/6.I/12, PA 6.T/6.I/6.10, PA 6.T/6.I/6.12, PA 6.T/6.6, PA 6.T/6.10, PA 6.T/6.12, PA 10.T/6, PA 10.T/11, PA 10.T/12, PA 8.T/6.T, PA 8.T/66, PA 8.T/8.I, PA 8.T/8.6, PA 8.T/6.I, PA 10.T/6.T, PA 10.T/6.6, PA 10.T/10.I, PA 10.T/10.I/6.T, PA 10.T/6.I, PA 4.T/4.I/46, PA 4.T/4.I/6.6, PA 5.T/5.I, PA 5.T/5.I/5.6, PA 5.T/5.I/6.6, PA 6.T/6.I/6.6, PA MXDA.6, PA IPDA.I, PA IPDA.T, PA MACM.I, PA MACM.T, PA PACM.I, PA PACM.T, PA MXDA.I, PA MXDA.T, PA 6.T/IPDA.T, PA 6.T/MACM.T, PA 6.T/PACM.T, PA 6.T/MXDA.T, PA 6.T/6.I/8.T/8.I, PA 6.T/6.I/10.T/10.I, PA 6.T/6.I/IPDA.T/IPDA.I, PA 6.T/6.I/MXDA.T/MXDA.I, PA 6.T/6.I/MACM.T/MACM.I, PA 6.T/6.I/PACM.T/PACM.I, PA 6.T/10.T/IPDA.T, PA 6.T/12.T/IPDA.T, PA 6.T/10.T/PACM.T, PA 6.T/12.T/PACM.T, PA 10.T/IPDA.T, PA 12.T/IPDA.T y copolímeros y mezclas de las mismas.

25 De manera especialmente preferente la poliamida se selecciona entre PA 6.T, PA 9.T, PA 10.T, PA 12.T, PA 6.I, PA 9.I, PA 10.I, PA 12.I, PA 6.T/6.I, PA 6.T/6, PA 6.T/8.T, PA 6.T/10.T, PA 10.T/6.T, PA 6.T/12.T, PA 12.T/6.T, PA IPDA.I, PA IPDA.T, PA 6.T/IPDA.T, PA 6.T/6.I/IPDA.T/IPDA.I, PA 6.T/10.T/IPDA.T, PA 6.T/12.T/IPDA.T, PA 6.T/10.T/PACM.T, PA 6.T/12.T/PACM.T, PA 10.T/IPDA.T, PA 12.T/IPDA.T y copolímeros y mezclas de las mismas.

30 En una ejecución especial, la poliamida parcialmente aromática se trata de PA 6.T/6.I. En otra ejecución especial, la poliamida parcialmente aromática se trata de PA 6.T/6.I/IPDA.T/IPDA.I. En otra ejecución especial la poliamida parcialmente aromática se trata de PA 6.T/6.I/MXDA.T/MXDA.I.

35 Para producir los prepolímeros proporcionados se utiliza en general una composición acuosa que contiene al menos un componente adecuado para la formación de poliamidas. La producción de los prepolímeros en principio puede tener lugar según métodos usuales, conocidos por el experto. Un método adecuado para la producción de oligómeros de poliamida parcialmente aromáticos se describe por ejemplo en la solicitud EP 0 693 515 A1.

Los prepolímeros proporcionados para ser utilizados en el método de acuerdo con la invención (especialmente los prepolímeros de poliamida) presentan preferentemente un peso molecular  $M_n$  en promedio de aproximadamente 500 a aproximadamente 12000 g/mol, preferentemente de aproximadamente 1000 a 4000 g/mol.

40 En principio, el método de acuerdo con la invención puede ser realizado en cualquier dispositivo adecuado para ello. No obstante, de manera preferente, se realiza en el dispositivo de acuerdo con la invención antes descrito.

Si el método de acuerdo con la invención se utiliza para producir poliamidas alifáticas, entonces éstas presentan preferentemente un peso molecular  $M_n$  en promedio en un rango de 13000 a 28000 g/mol.

45 Si el método de acuerdo con la invención se utiliza para producir poliamidas parcialmente aromáticas, entonces éstas presentan preferentemente un peso molecular  $M_n$  en promedio en un rango de 13000 a 25000 g/mol, de forma especialmente preferente de 15000 a 20000 g/mol.

Las poliamidas alifáticas obtenidas según el método de acuerdo con la invención presentan preferentemente un peso molecular  $M_w$  promedio ponderado en un rango de 20000 a 140000 g/mol.

Las poliamidas parcialmente aromáticas obtenidas según el método de acuerdo con la invención presentan preferentemente un peso molecular  $M_w$  promedio ponderado en un rango de 25000 bis 125000 g/mol.

Las poliamidas alifáticas y parcialmente aromáticas obtenidas según el método de acuerdo con la invención presentan preferentemente una polidispersidad PD ( $= M_w/M_n$ ) de como máximo 6, de forma especialmente preferente de como máximo 5, en particular de como máximo 3,5.

#### Descripción de las figuras y ejemplos

5 La presente invención se explicará mediante ejemplos de ejecución, haciendo referencia a los dibujos.

La figura 1 muestra un corte a través de un dispositivo según una forma de ejecución del método de acuerdo con la invención.

La figura 2 muestra una vista de la cabeza de eliminación del dispositivo según la figura 1.

10 La figura 3 muestra un dibujo detallado del dispositivo de eliminación con una cabeza de eliminación según las figuras 1 y 2.

La figura 4 muestra un dispositivo según otra forma de ejecución del método de acuerdo con la invención.

En las figuras 1 a 3 se representa una forma de ejecución del método de acuerdo con la invención para la síntesis de un polímero mediante la separación de una sustancia gaseosa. Una cámara de reacción 1 se divide en una sección superior cilíndrica 11, una sección central cilíndrica 12 y una sección inferior 13. A través del lado superior de la sección superior 11 es conducida una línea de entrada 21 que termina en la sección central 12 en una abertura de entrada 2. El lado inferior de la sección inferior 13 termina en una primera abertura de salida 3 que puede ser cerrada con una llave de cierre 31. La sección transversal de la sección 13 se reduce desde la sección central 12 hacia la primera abertura de salida 3. Una segunda abertura de salida 4 está dispuesta en la sección superior 11. En la sección inferior 13 está dispuesta una primera abertura de retorno 51 y en la sección superior 11 está dispuesta una segunda abertura de retorno 52. Del lado de la cubierta, en la sección central 12, se encuentra dispuesto un dispositivo de distribución 6. El mismo está realizado como una corona dentada, por ejemplo con ochenta y seis dientes. En la sección superior 11, un dispositivo de eliminación 7 está dispuesto de forma desplazable a lo largo del eje longitudinal de la cámara de reacción 1. Dicho dispositivo se compone de una cabeza de eliminación 71 de politetrafluoroetileno (Teflon® de la empresa DuPont de Nemours GmbH) y de una barra redonda 72 de acero inoxidable, en donde la cabeza de eliminación 71 está fijada con una tuerca 73. La cabeza de eliminación 71 presenta una abertura 711, a través de la cual es conducida la línea de entrada 21. Otras aberturas 712, 713 en la cabeza de eliminación 71 posibilitan el paso de una sustancia gaseosa. Las aberturas 711, 712, 713; así como la conexión con respecto a la barra redonda 72, están dispuestas en un área central 714 de la cabeza de eliminación 71, la cual es más gruesa que el borde 715 de la cabeza de eliminación 71. A modo de ejemplo, el área interna 714 puede presentar un grosor de 6 mm y el borde 715 un grosor de 0,5 mm. El diámetro de la cabeza de eliminación 71 es 1 mm más grande que el diámetro interno de la sección central 12 del lado de la cubierta. Un desplazamiento del dispositivo de eliminación es posible a través de la deformación del borde 715 de la cabeza de eliminación 71.

En la figura 4 se representa otra forma de ejecución del método de acuerdo con la invención. Mientras que en la primera forma de ejecución la abertura de entrada 2 se encuentra directamente sobre la sección inferior 13, en la forma de ejecución según la figura 4 ésta se encuentra dispuesta en el centro de la sección central 12. Para ejecutar el método de acuerdo con la invención las dos aberturas de retorno 51, 52 están conectadas una con otra mediante una línea de retorno 5. En la línea de retorno 5 está dispuesta una bomba 53 que está configurada para transportar un líquido desde la primera abertura de retorno 51 hacia la segunda abertura de retorno 52.

En una forma de ejecución del método de acuerdo con la invención para la síntesis de un polímero (en especial de la poliamida PA 6T/6I), una masa fundida de oligómeros 8 es introducida a través de la abertura de entrada 2 en la cámara de reacción 1, acumulándose en la sección inferior 13 y en la parte inferior de la sección central 12 de la cámara de reacción 1. Una parte de la masa fundida de oligómeros 8 es transportada mediante la bomba 53, a través de la línea de retorno 5, hacia un área del lado de la cubierta de la sección central 12 de la cámara de reacción 1 y desde allí, mediante el dispositivo de distribución 6, es distribuida sobre la pared interna de la sección central 12, de manera que la misma es cubierta por completo por una película delgada de masa fundida de oligómeros. La masa fundida de oligómeros reconducida que se encuentra en una línea de retorno 5 en un área del lado de la cubierta de la sección central 12 de la cámara de reacción 1 o en las paredes de la sección central 12 asciende al 10 por ciento en peso de toda la masa fundida de oligómeros que se encuentra en la cámara de reacción 1. Tiene lugar una polimerización de la masa fundida de oligómeros 8 para formar una masa fundida de polímeros y, al encontrarse abierta la llave de cierre 31, es separada de la cámara de reacción 1 a través de la primera abertura de salida 3. El agua abandona la cámara de reacción 1 en el caso de una presión reducida en el estado de agregación gaseoso 9, a través de la segunda abertura de salida 4. La formación de depósitos en un área del lado de la cubierta de la sección central 12 de la cámara de reacción 1 se impide a través de un movimiento del dispositivo de eliminación 7.

El método de acuerdo con la invención puede ser guiado como un proceso por lotes, donde después de finalizada la reacción la masa fundida de polímeros es extraída desde la cámara de reacción 1 a través de la apertura de la llave de cierre 31. De manera alternativa es posible también una conducción continua del método en el caso de una llave de cierre 31 abierta al menos parcialmente de forma permanente, donde el tiempo de permanencia de la masa fundida de oligómeros en la cámara de reacción 1 puede ser regulado a través de su nivel.

5

Para comparar el método de acuerdo con la invención con una conducción habitual del método en el reactor de película descendente, en un dispositivo según la figura 4, las conducciones del método B1 a B7 de acuerdo con la invención fueron comparadas con los ensayos de comparación VB1 a VB9, en donde la bomba 53 estaba desconectada. Debido a ello no tuvo lugar un retorno de un líquido a través de la línea de retorno 5, de manera que pudo ser simulada la situación en el reactor de película descendente tradicional. Como sustancia modelo para una masa fundida de oligómeros se utilizaron soluciones acuosas de polivinilpirrolidona (Luviskol® de la empresa BASF SE) de diferentes viscosidades. Como sustancia gaseosa se agregó a las mismas CO<sub>2</sub> en diferentes porcentajes en peso, respectivamente referido a la masa total de la solución. La conducción del método tuvo lugar a temperatura ambiente y presión normal. Los resultados se representan en las tablas 1 y 2:

10

15

Tabla 1

Nº	Viscosidad [mPa·s]	c(CO <sub>2</sub> ) [% en peso]	Retorno [kg/h]	Depósitos
VB1	100	1	-	sí
VB2	100	2	-	sí
VB3	100	3	-	sí
VB4	200	1	-	sí
VB5	200	2	-	sí
VB6	200	3	-	sí
VB7	400	1	-	sí
VB8	400	2	-	sí
VB9	400	3	-	sí

Tabla 2

Nº	Viscosidad [mPa·s]	c(CO <sub>2</sub> ) [% en peso]	Retorno [kg/h]	Depósitos
B1	700	1	1	no
B2	700	2	1	no
B3	700	3	1	no
B4	700	1	5	no
B5	10.000	1	1	no
B6	10.000	2	1	no
B7	10.000	3	1	no

5 Puede observarse que la formación de depósitos en un área del lado de la cubierta de la sección central 12 de la cámara de reacción 1 pudo evitarse sólo en el caso de la conducción del método de acuerdo con la invención. En los ensayos de comparación y en los ensayos de acuerdo con la invención se produjo una formación de espuma en la sección central 12, la cual sin embargo como máximo después de 10 minutos alcanza su máximo y luego permanece constante. El método de acuerdo con la invención posibilita una síntesis de polímeros fiable mediante la separación de una sustancia gaseosa en el reactor de película descendente, sin que en ese caso, tal como se conoce por el estado del arte, se produjeran depósitos en las paredes internas de la cámara de reacción, por encima del dispositivo de distribución del reactor de película descendente.

Lista de referencias

- 10 1 cámara de reacción
- 2 abertura de entrada
- 3 primera abertura de salida
- 4 segunda abertura de salida
- 5 línea de retorno
- 15 6 dispositivo de distribución
- 7 dispositivo de eliminación
- 8 masa fundida de oligómeros
- 9 sustancia gaseosa
- 10 nivel de líquido
- 20 11 sección superior
- 12 sección central
- 13 sección inferior
- 21 línea de entrada
- 31 llave de cierre
- 25 51 primera abertura de retorno
- 52 segunda abertura de retorno
- 53 bomba
- 71 cabeza de eliminación
- 72 barra redonda
- 30 73 tuerca
- 711 abertura para la línea de entrada
- 712 abertura de paso
- 713 abertura de paso
- 714 área central de la cabeza de eliminación

715 borde de la cabeza de eliminación

**REIVINDICACIONES**

1. Método continuo para la síntesis de un polímero mediante la separación de una sustancia gaseosa en un dispositivo, el cual comprende
- 5 - una cámara de reacción (1) que presenta una sección superior (11), una sección central (12) y una sección inferior (13),
- una abertura de entrada (2) que se encuentra dispuesta en la sección central (12),
- una primera abertura de salida (3) que se encuentra dispuesta en la sección inferior (13),
- una segunda abertura de salida (4) que se encuentra dispuesta en la sección superior (11),
- una primera abertura de retorno (51) que se encuentra dispuesta en la sección inferior (13),
- 10 - una segunda abertura de retorno (52) que se encuentra dispuesta debajo de la sección superior (11), donde la primera abertura de retorno (51) y la segunda abertura de retorno (52) están conectadas una con otra a través de una línea de retorno (5), en donde se encuentra dispuesta una bomba (53) que está configurada para transportar líquido desde la primera abertura de retorno (51) hacia la segunda abertura de retorno (52),
- 15 - un dispositivo de distribución (6) que delimita la sección central (12) con respecto a la sección central superior (11), y
- un dispositivo de eliminación (7) que se encuentra dispuesto de forma desplazable a lo largo de la sección superior (11), donde el dispositivo de eliminación (7) presenta una cabeza de eliminación (71) que está dispuesta en la pared interna, del lado de la cubierta, de la sección central (12), y donde la cabeza de eliminación (7) se encuentra en contacto con la pared interna, del lado de la cubierta, de la sección central (12), con la deformación de los bordes de la cabeza de eliminación (71), donde
- 20 - la abertura de entrada (2), mediante una línea de entrada (21), se encuentra conectada a una pared de la sección superior (11), donde la cabeza de eliminación (71) presenta una abertura (711) a través de la cual es conducida la línea de entrada (21),
- con los siguientes pasos del método:
- 25 a) suministro de una masa fundida de prepolímeros (8) hacia una sección central (12) de una cámara de reacción (1) a través de una abertura de entrada (2),
- b) transporte de una parte de la masa fundida de prepolímeros (8) desde una sección inferior (13) de la cámara de reacción (1), dispuesta por debajo de la sección central (12), hacia una sección superior (11) de la cámara de reacción por encima de la sección central (12) y distribución de la masa fundida de prepolímeros (8) sobre la pared
- 30 interna de la sección central (12) mediante un dispositivo de distribución (6),
- b) polimerización de la masa fundida de prepolímeros (8) para producir una masa fundida de polímeros,
- d) separación de la masa fundida de polímeros desde la cámara de reacción (1) a través de una primera abertura de salida (3) de la cámara de reacción (1), y
- 35 e) separación de una sustancia gaseosa (9) desde la cámara de reacción (1) a través de una segunda abertura de salida (4) en la sección superior (11),
- caracterizado porque depósitos son separados al menos en una pared interna de la sección superior (11) por un dispositivo de eliminación (7).
2. Método según la reivindicación 1, caracterizado porque la viscosidad de la masa fundida de prepolímeros (8) asciende por lo menos a 1 mPas.
- 40 3. Método según la reivindicación 1 ó 2, caracterizado porque el polímero se selecciona entre polímeros termoplásticos, preferentemente poliamidas, poliuretanos termoplásticos, poliolefinas, polímeros vinilaromáticos, poliésteres, poliacetales, policarbonatos, polisulfonas, poliétersulfonas o mezclas de los mismos.

4. Método según una de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque el polímero es una poliamida y la sustancia gaseosa (9) es vapor de agua.

5 5. Método según una de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque el polímero es una poliamida parcialmente aromática que contiene al menos una unidad de repetición con un grupo aromático y al menos una unidad de repetición incorporada con un grupo alifático o cicloalifático.

10 6. Método según una de las reivindicaciones 4 ó 5, caracterizado porque el polímero es una poliamida seleccionada entre PA 6.T, PA 9.T, PA8.T, PA 10.T, PA 12.T, PA 6.I, PA 8.I, PA 9.I, PA 10.I, PA 12.I, PA 6.T/6, PA 6.T/10, PA 6.T/12, PA 6.T/6.I, PA6.T/8.T, PA 6.T/9.T, PA 6.T/10T, PA 6.T/12.T, PA 12.T/6.T, PA 6.T/6.I/6, PA 6.T/6.I/12, PA 6.T/6.I/6.10, PA 6.T/6.I/6.12, PA 6.T/6.6, PA 6.T/6.10, PA 6.T/6.12, PA 10.T/6, PA 10.T/11, PA 10.T/12, PA 8.T/6.T, PA 8.T/66, PA 8.T/8.I, PA 8.T/8.6, PA 8.T/6.I, PA 10.T/6.T, PA 10.T/6.6, PA 10.T/10.I, PA 10T/10.I/6.T, PA 10.T/6.I, PA 4.T/4.I/46, PA 4.T/4.I/6.6, PA 5.T/5.I, PA 5.T/5.I/5.6, PA 5.T/5.I/6.6, PA 6.T/6.I/6.6, PA MXDA.6, PA IPDA.I, PA IPDA.T, PA MACM.I, PA MACM.T, PA PACM.I, PA PACM.T, PA MXDA.I, PA MXDA.T, PA 6.T/IPDA.T, PA 6.T/MACM.T, PA 6.T/PACM.T, PA 6.T/MXDA.T, PA 6.T/6.I/8.T/8.I, PA 6.T/6.I/10.T/10.I, PA 6.T/6.I/IPDA.T/IPDA.I, PA 6.T/6.I/MXDA.T/MXDA.I, PA 6.T/6.I/MACM.T/MACM.I, PA 6.T/6.I/PACM.T/PACM.I, PA 6.T/10.T/IPDA.T, PA 6.T/12.T/IPDA.T, PA 6.T/10.T/PACM.T, PA 6.T/12.T/PACM.T, PA 10.T/IPDA.T, PA 12.T/IPDA.T y copolímeros y mezclas de las mismas.

15

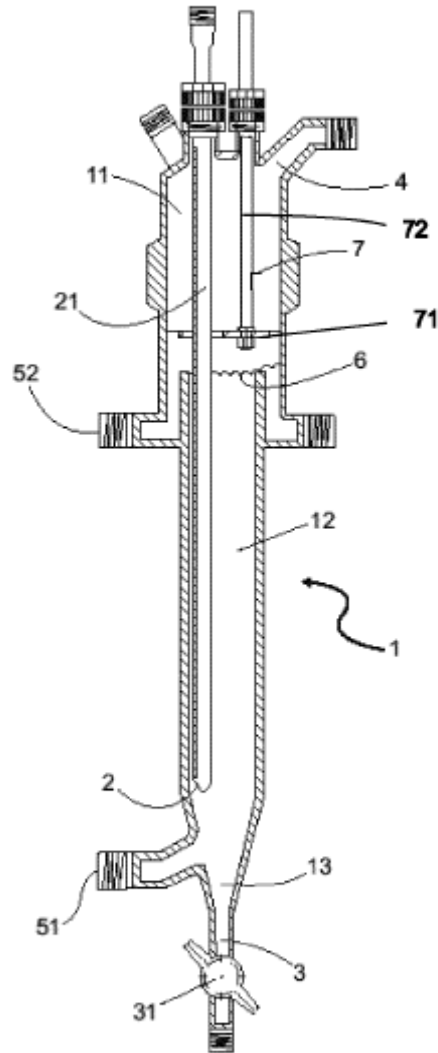


Fig. 1



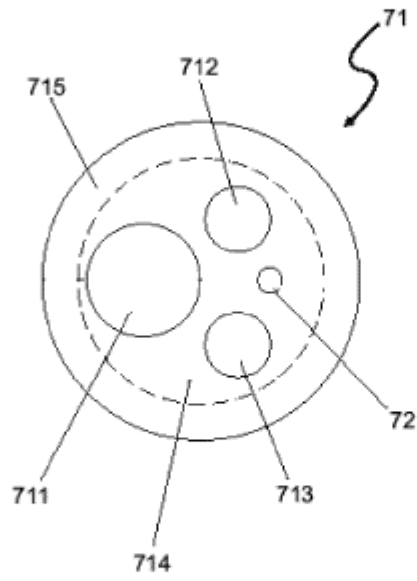


Fig. 2

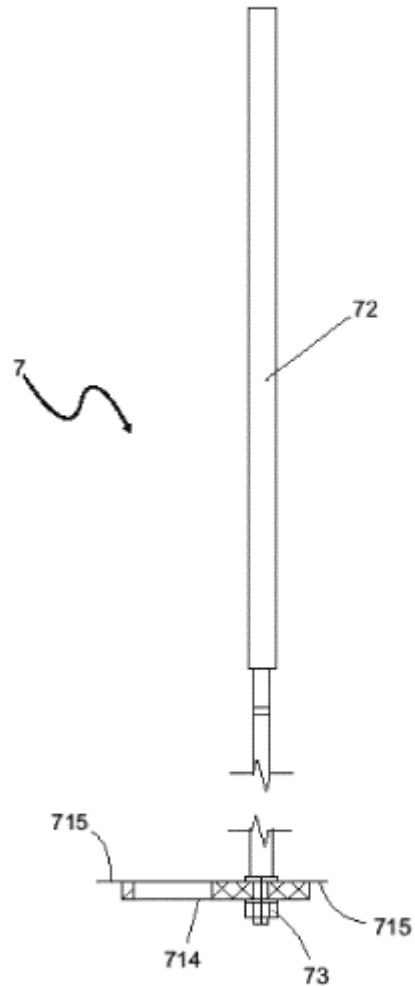


Fig. 3

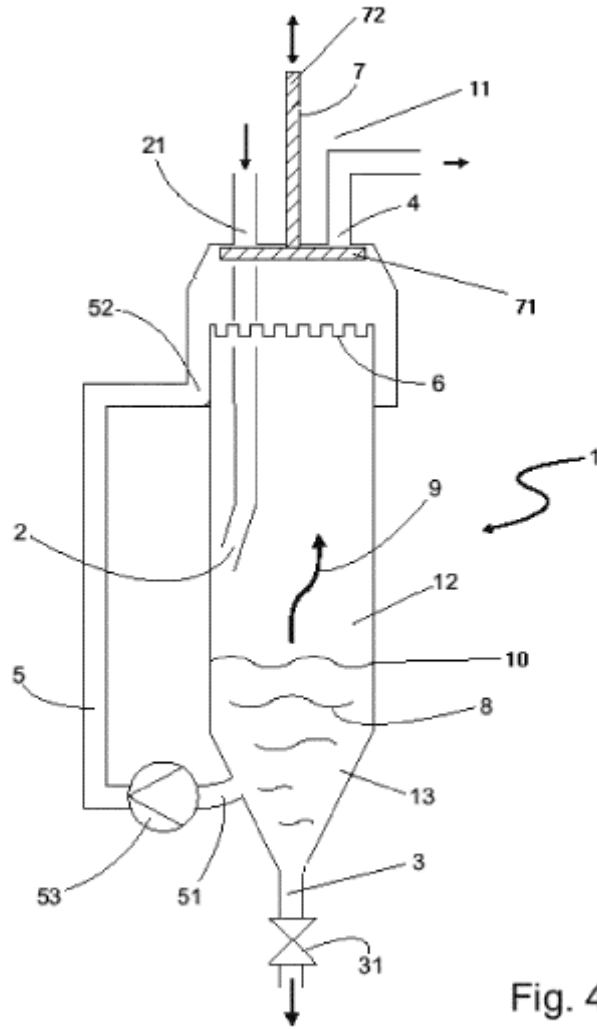


Fig. 4