

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 662 940**

51 Int. Cl.:

**C08G 69/20** (2006.01)

**C07D 201/14** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **05.02.2009 PCT/EP2009/051323**

87 Fecha y número de publicación internacional: **13.08.2009 WO09098259**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **05.02.2009 E 09707491 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **03.01.2018 EP 2247648**

54 Título: **Procedimiento para la producción de lactamatos mediante evaporación de capa fina**

30 Prioridad:

**08.02.2008 DE 102008000259**

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

**10.04.2018**

73 Titular/es:

**LANXESS DEUTSCHLAND GMBH (100.0%)  
Kennedyplatz 1  
50569 Köln, DE**

72 Inventor/es:

**LAUFER, WILHELM;  
KASPER, HANS;  
SCHATTNER, STEFAN;  
ALLGOEWER, KLAUS;  
KRAY, BERND y  
WUEHR, MICHAEL**

74 Agente/Representante:

**VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro**

ES 2 662 940 T3

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

**DESCRIPCIÓN**

Procedimiento para la producción de lactamatos mediante evaporación de capa fina

5 La presente invención se refiere a un procedimiento para la producción de lactamatos mediante la reacción de alcoholatos con lactamas.

10 Si se calientan lactamas en presencia de sustancias alcalinas, entonces se polimerizan para dar las poliamidas correspondientes. Catalizadores adecuados y usados frecuentemente para ello son los lactamatos, que se usan en combinación con activadores a base de isocianato.

En sí se conocen procedimientos para la producción de sistemas de catalizador que contienen lactamato.

15 Así, por ejemplo el documento US 4.115.399 describe la producción de una solución, que es adecuada para la catálisis de la polimerización aniónica de 2-pirrolidinona. La solución de catalizador se produce mediante la reacción por lotes de un hidróxido de metal alcalino con un exceso de 2-pirrolidinona y la transformación posterior de la mezcla resultante para la deshidratación a temperatura elevada con destilación en fase de vapor simultánea. A este respecto, la reacción se realiza en una zona de reacción, por ejemplo un reactor agitado. Tras la reacción se lleva la mezcla de reacción obtenida a un dispositivo de destilación, en el que se elimina de la mezcla de reacción el agua formada mediante la reacción del hidróxido de metal alcalino con el exceso de 2-pirrolidinona. Por consiguiente, el procedimiento según el documento US 4.115.399 comprende al menos dos etapas de reacción diferentes. La reacción de la 2-pirrolidinona y del hidróxido de metal alcalino tiene lugar a una temperatura de entre 25 y 100 °C, mientras que el tratamiento destilativo del producto de reacción a partir de 2-pirrolidinona y el hidróxido de metal alcalino tiene lugar a de 75 a 150 °C.

25 El documento EP 0 438 762 A1 describe una solución de catalizador para la polimerización aniónica de lactamas para dar poliamida, que además de agentes de modificación específicos contiene la lactama que debe polimerizarse, un lactamato alcalino y 2-pirrolidinona. La solución que debe utilizarse para la polimerización se produce mediante el mezclado de la lactama y de la 2-pirrolidinona con los agentes de modificación individuales y la adición posterior de un alcoholato alcalino sólido en una primera etapa de procedimiento. Esta mezcla se somete entonces a continuación a temperatura elevada y a presión reducida a una destilación, en la que se elimina por destilación el alcohol que se libera durante la reacción entre la lactama y el alcoholato alcalino.

35 El documento DE-OS 2 035 733 describe la producción de poliamidas mediante la polimerización aniónica de lactamas, realizándose la polimerización en presencia de soluciones que actúan catalíticamente de lactamatos alcalino(térreo)s en  $\alpha$ -pirrolidinona. La producción discontinua de la solución que actúa catalíticamente tiene lugar mediante la reacción de una lactama con una solución alcohólica de alcoholato alcalino(térreo) con calentamiento, adición posterior de  $\alpha$ -pirrolidinona y eliminación destilativa del alcohol formado mediante la reacción de la lactama con el alcoholato.

40 El documento US 3.575.938 da a conocer un procedimiento para la producción de una solución de catalizador para la producción de poliamidas mediante polimerización aniónica. La solución de catalizador se produce mediante un procedimiento de dos etapas de reacción de un hidruro metálico, hidróxido metálico, alquilato metálico, alcóxido metálico, amida metálica o carbonato metálico con un monómero de lactama a temperatura preferiblemente elevada y de destilación posterior como segunda etapa de procedimiento.

45 Por los documentos DE 1204821, EP 0238143 y DE 1495132 se conocen procedimientos para la producción de lactamatos, en los que se utilizan lactama y alcoholes a temperaturas > 80 °C, con lo que se produce la formación no deseada de oligómeros/polímeros.

50 En estos procedimientos resultan desventajosos, por un lado, los altos costes de inversión que resultan del dispositivo de procedimiento específico formado por un reactor para la reacción de la lactama con la base y un dispositivo de destilación.

55 Además, las calidades de producto resultantes del catalizador no son siempre satisfactorias. Así, en los procedimientos de producción descritos puede producirse un enturbiamiento del sistema de catalizador debido a una formación de polímeros y oligómeros, de lo que resultan costes de limpieza elevados debido a la eliminación de los oligomerizados o polimerizados generados de los dispositivos usados.

60 Además, en los sistemas de catalizador resultantes pueden aparecer altos contenidos de alcohol debido al uso de alcoholatos como base, lo que tiene un efecto negativo sobre la idoneidad del catalizador y conduce en los productos de poliamida resultantes a una formación de cavidades.

65 Una desventaja adicional de los procedimientos que funcionan en particular de manera discontinua es que solo se alcanzan rendimientos reducidos. En los procedimientos que funcionan de manera continua resulta además desventajoso que en general se requieren altas cantidades de fracción primaria durante la destilación para el ajuste

de la alimentación.

Por consiguiente, la presente invención se basa en el objetivo de proporcionar un procedimiento para la producción de catalizadores para la polimerización de lactamas para dar poliamidas, que conduce en general a que se eviten los problemas mencionados anteriormente.

En particular, el procedimiento debe posibilitar preferiblemente una producción económica obteniendo al mismo tiempo un catalizador de alto valor cualitativo. A este respecto, el procedimiento debe conducir en particular a un sistema de catalizador, que presenta un porcentaje reducido de oligómero o polímero, de modo que ya no son necesarias las etapas de limpieza habituales. Además, el catalizador resultante debe presentar preferiblemente un porcentaje reducido de alcohol, dado que cantidades mayores de alcohol conducen a una estabilidad reducida del catalizador y la presencia de alcohol durante la polimerización aniónica para dar poliamida conduce a una formación de gas, que puede desencadenar a su vez una formación de cavidades en el producto final. A este respecto, el procedimiento debería posibilitar preferiblemente altos rendimientos y garantizar preferiblemente que se alcancen rápidamente las condiciones de funcionamiento, de modo que sean necesarias cantidades reducidas de fracción primaria de alimentación.

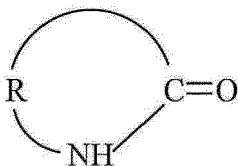
La solución de este objetivo parte de un procedimiento para la producción de lactamatos mediante la reacción de al menos un alcoholato con al menos una lactama.

El procedimiento según la invención está entonces caracterizado por que una mezcla de reacción, que contiene al menos un alcoholato y al menos una lactama, se somete a una destilación reactiva en un evaporador de capa fina, pasándose por las siguientes etapas de procedimiento:

- (a) proporcionar al menos una solución alcohólica de alcoholato;
- (b) proporcionar al menos una lactama;
- (c) incorporar la al menos una lactama a la solución alcohólica de alcoholato obteniendo una mezcla de eductos;
- (d) homogeneizar la mezcla de eductos obtenida en la etapa de procedimiento (c) a una temperatura de 30 - 70 °C, que se selecciona de tal manera que esencialmente no se produce ninguna reacción de la lactama con el alcoholato, obteniendo una mezcla de eductos homogeneizada;
- (e) alimentar la mezcla de eductos homogeneizada a un evaporador de capa fina, preferiblemente a través de la cabeza del evaporador de capa fina;
- (f) someter a destilación reactiva la mezcla de eductos alimentada, dado el caso con destilación en fase de vapor simultánea de la mezcla de eductos a contracorriente; y
- (g) obtener el lactamato en el fondo del evaporador de capa fina.

Por destilación reactiva se entiende en el contexto de la presente invención la integración de una reacción (formación del catalizador lactamato) y de un proceso de separación (separación destilativa del alcohol formado mediante la reacción).

La mezcla de reacción usada en el procedimiento según la invención contiene al menos una lactama. Las lactamas adecuadas para esto son compuestos de fórmula general



en la que R corresponde a un grupo alquileo con preferiblemente de 3 a 13 átomos de carbono, de manera especialmente preferible de 5 a 7 átomos de carbono. Ejemplos de lactamas adecuadas son caprolactamas, en particular  $\epsilon$ -caprolactama, butirrolactama, enantolactama, capril-lactama, lauril-lactama,  $\alpha$ -pirrolidinona, piperidona, valerolactama así como sus mezclas. En el contexto de la presente invención se prefiere especialmente  $\epsilon$ -caprolactama. La lactama usada se usa preferiblemente en forma fundida, sin embargo también puede usarse en forma de escamas.

En particular se prefiere que en el procedimiento según la invención se use solo una única lactama, es decir, que en el procedimiento según la invención no se emplee ninguna mezcla de dos o más lactamas.

Dado que la lactama usada en el procedimiento según la invención rara vez reacciona de manera cuantitativa con el alcoholato configurando el lactamato, en el producto que pueden obtenerse mediante el procedimiento según la invención hay a menudo adicionalmente lactama sin reaccionar. Esta puede adoptar en el producto que puede obtenerse mediante el procedimiento según la invención, según la elección de la lactama, una función de disolvente. En general, la lactama sin reaccionar no tiene un efecto perturbador en la síntesis de poliamida, pero conduce dado el caso a reacciones paralelas, en particular a una formación de copoliamida. Por consiguiente, en el contexto de la

presente invención puede preferirse que la lactama que debe usarse en la mezcla de reacción se adapte a la lactama que debe polimerizarse posteriormente, de modo que pueda evitarse una formación posterior de copoliamida. En este caso se prefiere el uso de una única lactama en el procedimiento según la invención.

5 Los alcoholatos utilizados para la formación de lactamato presentan preferiblemente una mayor basicidad que el anión lactamato, cuya formación debe provocarse. Ejemplos de alcoholatos adecuados son alcoholatos de metales alcalinos o alcalinotérreos de alcoholes de bajo punto de ebullición, preferiblemente metilatos o etilatos de sodio. Ejemplos de bases adecuadas adicionales son los alcoholatos de litio, potasio, magnesio, calcio, estroncio, bario o también alcoholatos de tetraalquilamonio.

10 Los alcoholatos previstos pueden utilizarse en el procedimiento según la invención en forma pura como polvo de alcoholato o como solución o suspensión. Como disolventes para la producción de soluciones o suspensiones son adecuados en principio todos los disolventes de bajo punto de ebullición, que no perturban la reacción. Preferiblemente se usan alcoholes de bajo punto de ebullición como disolventes para los alcoholatos. El contenido de alcoholato en las soluciones preferiblemente alcohólicas asciende a menos del 100 % en peso, de manera especialmente preferible a del 20 al 40 % en peso.

15 En el procedimiento según la invención, la razón en peso de lactama con respecto a alcoholato asciende preferiblemente a aproximadamente de 1:1 a 40:1, de manera especialmente preferible a aproximadamente de 16:1 a 32:1, en particular a aproximadamente 25:2. La razón seleccionada depende esencialmente de cómo es el punto de fusión del producto generado. Siempre que el punto de fusión sea tal, que todavía pueda trabajarse en un evaporador de capa fina, también puede trabajarse en particular con una razón en peso estequiométrica entre la lactama y el alcoholato.

20 La destilación reactiva prevista según la invención se realiza en un evaporador de capa fina. Por un evaporador de capa fina, en el contexto de la presente invención se entiende un dispositivo para la separación destilativa de mezclas de sustancias, distribuyéndose la mezcla de sustancias que debe separarse mediante rociado, actuación de fuerza centrífuga o rasquetas construidas especialmente para dar capas finas sobre superficies calientes. Cuando el líquido que debe separarse se distribuye mediante rociado para dar capas finas, entonces el evaporador de capa fina usada a menudo también se denomina evaporador de película descendente o columna de goteo, que pueden usarse en el contexto de la presente invención.

25 En la presente invención, en el evaporador de capa fina tiene lugar una reacción del al menos un alcoholato con la al menos una lactama configurando el lactamato que actúa catalíticamente. En esta reacción se libera el alcohol correspondiente, que después se retira inmediatamente de la mezcla de reacción en el evaporador de capa fina. En particular, en el contexto de la presente invención no está previsto un empleo de una etapa de reacción antes de la destilación reactiva, en la que debido a la temperatura seleccionada en la misma se produce una reacción de la base con lactama para dar lactamato.

30 El evaporador de capa fina usado en el contexto del presente procedimiento está equipado preferiblemente con un agitador.

35 Las condiciones de procedimiento del evaporador de capa fina, en particular la elección de temperatura y presión, dependen de la lactama usada y del alcoholato usado y deben adaptarse de manera correspondiente.

40 En el caso de usar  $\epsilon$ -caprolactama y metilato de sodio o una solución metanólica o en general alcohólica de metilato de sodio, la destilación reactiva se realiza preferiblemente en al menos una de las siguientes condiciones de temperatura y/o de presión:

45 Las condiciones de funcionamiento exactas de la destilación reactiva dependen de por sí del lactamato utilizado, en particular su punto de fusión. La destilación reactiva se realiza preferiblemente a una temperatura de funcionamiento de la camisa del evaporador de capa fina de preferiblemente 80 a 180 °C, preferiblemente de 80 a 130 °C. El condensador del evaporador de capa fina se hace funcionar a una temperatura de preferiblemente -10 a 30 °C, en particular de 5 a 15 °C. La temperatura de producto en la fracción primaria asciende preferiblemente a de 30 a 70 °C, preferiblemente de 40 a 60 °C, en particular de 45 a 55 °C. Mediante este ajuste de temperatura en la fracción primaria se garantiza que esencialmente no se produzca ninguna reacción de la lactama con la base. La temperatura del conducto de reacción en la transición al evaporador de capa fina puede adaptarse ya hacia la temperatura de reacción de la destilación reactiva. Además, la destilación reactiva se realiza preferiblemente de tal manera que la temperatura de producto en la salida asciende a de 75 a 120 °C, de manera especialmente preferible de 80 a 90 °C, en particular de 75 a 85 °C. Además, la destilación reactiva se realiza a una temperatura de contacto de preferiblemente 80 a 150 °C, de manera especialmente preferible de 90 a 100 °C. La destilación reactiva se realiza preferiblemente a una presión de 50 a 900 mbar, de manera especialmente preferible de 100 a 300 mbares.

50 Los tiempos de contacto empleados en el evaporador reactivo de la mezcla de eductos ascienden en general a de 2

a 60 s, de manera especialmente preferible de 5 a 20 s, de manera especialmente preferible de 10 a 20 s.

La mezcla de reacción de alcoholato o solución alcohólica de alcoholato y lactama se suministra al evaporador de capa fina preferiblemente en la cabeza.

5 Para eliminar el alcohol formado durante la reacción entre la lactama y el alcoholato y dado el caso el alcohol de disolvente ha demostrado ser ventajoso que en el evaporador de capa fina la mezcla de reacción se someta adicionalmente a una operación de destilación en fase de vapor. En una forma de realización preferida adicional del procedimiento según la invención, la mezcla de reacción se somete por tanto a destilación en fase de vapor durante la destilación reactiva con un gas inerte. Los gases inertes adecuados para ello se seleccionan preferiblemente del grupo que consiste en nitrógeno, argón y helio. Cuando está prevista una operación de destilación en fase de vapor, entonces esta tiene lugar preferiblemente a contracorriente con respecto al sentido de flujo de la mezcla de reacción. A este respecto, en una forma de realización el gas de destilación en fase de vapor se suministra en el fondo al evaporador de capa fina y fluye en contra de la corriente de la mezcla de reacción, que preferiblemente se suministra al evaporador de capa fina en la cabeza.

En el procedimiento según la invención, el producto de la destilación reactiva se obtiene preferiblemente en el fondo del evaporador de capa fina.

20 Cuando en el procedimiento según la invención está prevista una destilación en fase de vapor durante la destilación reactiva, entonces la destilación en fase de vapor tiene lugar con una cantidad de preferiblemente 0 a 200 m<sup>3</sup>/h de gas de destilación en fase de vapor, de manera especialmente preferible de 10 a 50 m<sup>3</sup>/h de gas de destilación en fase de vapor.

25 En una forma de realización preferida adicional, el gas de destilación en fase de vapor se alimenta en el fondo del evaporador de capa fina en las inmediaciones de la extracción de lactamato.

30 Para un uso del producto de la destilación reactiva como catalizador para la polimerización aniónica de lactamas para dar poliamidas ha demostrado ser ventajoso que la destilación reactiva se realice de tal manera que el contenido residual de alcohol en el producto que contiene lactamato resultante ascienda preferiblemente a como máximo el 1 % en peso, de manera especialmente preferible a como máximo el 0,5 % en peso, en particular como máximo al 0,3 % en peso.

35 Los inventores de la presente invención han descubierto que el producto que puede obtenerse mediante el procedimiento según la invención no muestra ninguna turbidez en una solución metanólica al 10 % en la prueba de turbidez, lo que está correlacionado con un porcentaje residual en todo caso muy reducido de oligomerizado y/o polimerizado.

40 Además, para el producto que contiene lactamato resulta ventajoso que sus tiempos de permanencia durante la destilación reactiva en el evaporador de capa fina sean lo más reducidos posibles. También se consigue esto mediante el procedimiento según la invención.

45 A este respecto, por motivos económicos se prefiere que el rendimiento del evaporador de capa fina ascienda a aproximadamente de 10 a 100 kg/h · m<sup>2</sup>, de manera especialmente preferible a aproximadamente 50 kg/h · m<sup>2</sup>.

En una forma de realización especialmente preferida, el procedimiento según la invención comprende las siguientes etapas de procedimiento:

50 Cuando en el procedimiento según la invención deben usarse ε-caprolactama y metilato de sodio, entonces tiene lugar la homogeneización prevista en la etapa de procedimiento (d) preferiblemente a una temperatura de 44 a 50 °C. A esta temperatura todavía no se produce esencialmente ninguna reacción.

El experto en la técnica conoce en sí dispositivos para realizar la homogeneización. Son adecuados, por ejemplo, los reactores agitados habituales.

55 La alimentación de la mezcla de reacción obtenida en la etapa de procedimiento (d) al evaporador de capa fina tiene lugar preferiblemente en cuanto la mezcla de reacción está homogeneizada. Esto puede reconocerse, por ejemplo, porque se obtiene una solución transparente.

60 Durante la homogeneización en la etapa de procedimiento (d) de manera preferiblemente esencial no tiene lugar ninguna reacción entre la lactama y el alcoholato.

65 A la etapa de procedimiento (g) le puede seguir además una confección del lactamato obtenido. Esta tiene lugar preferiblemente en un rodillo de escamación o una cinta de producción de comprimidos, obteniéndose el producto resultante en forma de escamas o *pellets*.

Dado que el producto del procedimiento según la invención es sensible al oxígeno, se prefiere que en el

procedimiento según la invención se realicen al menos etapas de procedimiento individuales en condiciones inertes. Sin embargo, en una forma de realización adicional del procedimiento según la invención, todas las etapas de procedimiento se realizan, dado el caso incluyendo la confección, en condiciones inertes y el producto obtenido, dado el caso confeccionado, se conserva en condiciones inertes. El experto en la técnica conoce en sí la realización de las etapas de procedimiento individuales en condiciones inertes. Habitualmente, para ello se evacúan los dispositivos y aparatos usados y a continuación se cargan de nuevo con un gas inerte, por ejemplo nitrógeno o argón, hasta la compensación de presión. A este respecto, según la sensibilidad del lactamato resultante, esta operación puede repetirse una o varias veces.

El procedimiento según la invención puede realizarse tanto por lotes como de manera continua. Sin embargo se prefiere el modo de funcionamiento continuo.

Al lactamato obtenido también se le pueden añadir aditivos en función de las propiedades y de la aplicación, que no perjudican o solo de manera insignificante la polimerización de lactama posterior. A este respecto se trata por ejemplo de agentes de desmoldeo, agentes desespumantes, estabilizadores frente al calor, a la luz y/o a la oxidación, agentes de nucleación, trazadores, blanqueadores ópticos, plastificantes, agentes de resiliencia, cargas y sustancias de refuerzo, aceites, poliéteres dado el caso aminoterminados o que pueden incorporarse y colorantes (pigmentos).

Mediante el producto que contiene lactamato obtenido puede desencadenarse directamente tanto en el procedimiento continuo como en el discontinuo la polimerización de lactamas para dar poliamidas. El uso del producto que contiene lactamato obtenido puede usarse en particular en procedimientos de extrusión, moldeo por inyección, pultrusión, colado monomérico, moldeo por transferencia de resina, moldeo por inyección con reacción y rotomoldeo así como para la producción de materiales compuestos con poliamida como matriz.

El procedimiento según la invención posibilita una producción eficiente de sistemas de catalizador que contienen lactamato, no siendo necesarias cantidades altas de fracción primaria para ajustar la alimentación en la destilación. La formación de polimerizados y oligómeros se minimiza y por consiguiente posibilita costes de limpieza reducidos de los dispositivos y aparatos usados. Además, el producto resultante presenta concentraciones de alcohol residual reducidas.

La presente invención se describirá más detalladamente mediante el siguiente ejemplo de realización, que sin embargo no representa ninguna limitación de la invención.

**Ejemplo de realización según la invención:**

La Figura 1 muestra un diagrama de flujo de procedimiento para el procedimiento según la invención, que se aplica en el siguiente procedimiento o.

En un recipiente (1) se produce una mezcla de eductos homogeneizada de 797 kg de  $\epsilon$ -caprolactama y 203 kg de solución de metilato de sodio al 30 % en metanol a una temperatura de 47 °C. En esta mezcla de eductos homogeneizada no tiene lugar en primer lugar esencialmente ninguna reacción del alcoholato con la lactama. A través del conducto (2) se lleva la mezcla de reacción homogeneizada a un evaporador de capa fina (3), que se hace funcionar con los siguientes parámetros de procedimiento:

|   |  |
|---|--|
| temperatura de camisa                           | aproximadamente 120 °C   |
| presión   | 200 mbar   |
| temperatura de condensador                      | 10 °C  |
| temperatura de contacto                         | aproximadamente 110 °C   |
| temperatura de producto en la salida            | aproximadamente 80 °C  |
| temperatura de producto en la fracción primaria | aproximadamente 50 °C  |
| nitrógeno                                       | aproximadamente de 15 a 25 m <sup>3</sup> /h (contracorriente) |
| rendimiento                                     | aproximadamente 50 kg/h · m <sup>2</sup>                       |

En estas condiciones tiene lugar la reacción de la lactama con el alcoholato.

En la cabeza del evaporador de capa fina se extrae el metanol como condensado a través del conducto tubular (4). El que contiene lactamato formado se extrae en el fondo del evaporador de capa fina a través de un conducto tubular (5) y se suministra a una cinta de producción de comprimidos o a un rodillo de escamación (6). El producto (7) se obtiene con las siguientes especificaciones:

Contenido de caprolactamato de sodio (determinado mediante valoración acidimétrica): del 17,5 al 19,5 %.

Contenido de metanol (determinado mediante cromatografía de gases): < 0,3 % en peso.

En una prueba de solubilidad del 2 % en caprolactama se obtiene a 120 °C una solución transparente. Una prueba de solubilidad a temperatura ambiente proporciona en metanol al 10 % igualmente una solución transparente.

Todas las etapas de procedimiento se realizan bajo atmósfera inerte.

5

**Ejemplo comparativo:**

Se agitan 76 partes en peso de caprolactama y 24 partes en peso de metilato de sodio (como solución metanólica al 30 %) a 80 °C o 110 °C (2 ensayos). Después se aplica vacío (hasta 10 mbar) y se elimina por destilación el metanol en exceso. La duración de la destilación asciende a aproximadamente 2 horas.

10

El contenido de metanol en el producto se encuentra por encima del 0,8 %.

En una prueba de solubilidad del 2 % en caprolactama se obtiene a 120 °C una solución turbia. Ya no se realizó una prueba de solubilidad a temperatura ambiente en metanol, dado que se obtiene una solución turbia ya con el uso de caprolactama como disolvente.

15

Las ventajas del procedimiento según la invención pueden resumirse tal como sigue:

20

1. En comparación con un procedimiento por lotes en una caldera, prácticamente no se forma ningún oligómero ni polímero de la lactama, lo que se muestra mediante una comparación de los ensayos descritos anteriormente. Esto se posibilita probablemente porque la reacción puede realizarse a mayor temperatura con un tiempo de permanencia más corto. Según la invención, el porcentaje de metanol en el producto obtenido puede reducirse claramente por debajo del 1 % en peso, preferiblemente por debajo del 0,5 % en peso.

25

La presencia de metanol en la polimerización para dar poliamida conduce a la formación de gas, se producen cavidades en el producto final de poliamida, que deben evitarse en la medida de lo posible.

30

2. Además, se muestra que en el material producido según el procedimiento por lotes hay cantidades mayores de oligómeros, dado que el material se enturbia durante la fusión en caprolactama y además no hay una solubilidad completa en alcoholes, en particular en metanol o etanol. Durante el procedimiento por lotes en la caldera se necesitan en general tiempos de permanencia más largos debido a la destilación, para eliminar completamente el metanol. Sin embargo, de este modo tiene lugar ya parcialmente una polimerización de la caprolactama.

35

Las desventajas de la existencia de oligómeros o polímeros en el catalizador consisten por un lado en que aparecen costes mayores para la limpieza de los dispositivos. Por otro lado, debido al mayor contenido de oligómero y polímero durante la polimerización se producen heterogeneidades. Dado que dentro de la zona de polimerización aparecen diferentes velocidades de polimerización, se produce la formación de heterogeneidades en el polímero resultante.

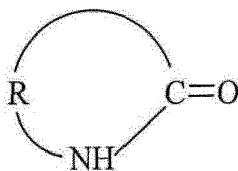
40

Sorprendentemente, con el procedimiento según la invención se ha conseguido reducir el porcentaje de los oligómeros de la caprolactama que perturban la polimerización prácticamente hasta un porcentaje que se encuentra por debajo del límite de detección.

## REIVINDICACIONES

- 5 1. Procedimiento para la producción de lactamatos mediante la reacción de al menos un alcoholato con al menos una lactama, **caracterizado por que** una mezcla de reacción, que contiene al menos un alcoholato y al menos una lactama, se somete a una destilación reactiva en un evaporador de capa fina, pasándose por las siguientes etapas de procedimiento:
- 10 (a) proporcionar al menos una solución alcohólica de alcoholato;  
 (b) proporcionar al menos una lactama;  
 (c) incorporar la al menos una lactama a la solución alcohólica de alcoholato obteniendo una mezcla de eductos;  
 (d) homogeneizar la mezcla de reacción obtenida en la etapa de procedimiento (c) a una temperatura von 30 - 70 °C, que se selecciona de tal manera que esencialmente no se produce ninguna reacción de la lactama con el alcoholato, obteniéndose una mezcla de eductos homogeneizada;  
 15 (e) alimentar la mezcla de eductos homogeneizada a un evaporador de capa fina, preferiblemente a través de la cabeza del evaporador de capa fina;  
 (f) someter a destilación reactiva la mezcla de eductos alimentada, dado el caso con destilación en fase de vapor simultánea de la mezcla de eductos a contracorriente; y  
 (g) obtener el lactamato en el fondo del evaporador de capa fina.

- 20 2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado por que** la lactama corresponde a la fórmula general



- 25 en la que R representa un grupo alquileo con de 3 a 13 átomos de carbono.

- 30 3. Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 o 2, **caracterizado por que** como alcoholato se usa un alcoholato de metal alcalino, de metal alcalinotérreo o de tetraalquilamonio.
4. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado por que** la razón en peso de lactama con respecto a alcoholato en la mezcla de reacción asciende a de 1:1 a 40:1.
- 35 5. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado por que** la destilación reactiva se realiza en el evaporador de capa fina en al menos una de las siguientes condiciones de procedimiento:
- 40 - temperatura de funcionamiento de la camisa de 80 a 180 °C;  
 - temperatura de condensador de -10 °C a 30 °C;  
 - temperatura de producto en la fracción primaria de 30 a 70 °C;  
 - temperatura de producto en la salida de 75 a 120 °C; y  
 - presión de 50 a 900 mbares.
6. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 5, **caracterizado por que** la mezcla de reacción se somete durante la destilación reactiva a una operación de destilación en fase de vapor.
- 45 7. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 6, **caracterizado por que** la operación de destilación en fase de vapor tiene lugar a contracorriente con respecto a la corriente de la mezcla de reacción.
8. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 7, **caracterizado por que** a la etapa de procedimiento (g) le sigue una confección del lactamato obtenido en un rodillo de escamación o una cinta para la producción de comprimidos.
- 50 9. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 8, **caracterizado por que** el procedimiento se realiza en condiciones inertes.



Figura 1:

