

3. **COPIA**

Patente de Invención  
Le A 15 947 - Sp  
.....

**1583**

INT. CIA. C. O. Y. G.

*Memoria Descriptiva*

*sobre:*

PROCEDIMIENTO PARA LA POLIMERIZACION CONTINUA DE  
LACTAMAS

*Solicitante:* BAYER AKTIENGESELLSCHAFT, entidad alemana, residente  
en Leverkusen-Bayerwerk, República Federal Alemana

La invención se refiere a un procedimiento para la obtención en forma continua de poliamidas, preferentemente de  $\epsilon$ -caprolactamas, como componente esencial ó único, a las que, entre otros, se le pueden haber agregado sustancias matizantes, coloreantes o también estabili-

zadoras a la luz y al calor.

Ya se conoce el efectuar la polimerización con  
tínua de poliamidas en aparatos de la más distinta construc-  
ción. En el caso más sencillo se compone un reactor de estos  
5 de un tubo vertical sencillo en el que, por ejemplo, la caprolactama se alimenta desde arriba y por el fondo se extrae  
como polímero, expulsándose por el extremo superior el agua  
en forma de vapor. Una expulsión del agua dirigida con miras  
cinéticas de reacción ha conducido al desarrollo de tubos de  
10 varias etapas donde las etapas también se pueden disponer  
consecutivamente. En este último de los casos se obtienen  
corrientes o flujos de fusión ascendentes y descendentes,

Otros dispositivos en y dentro del reactor  
tienen el cometido de imprimirle a la caprolactama a polime-  
15 rizar un perfil de temperaturas deseado. Esto se realiza me-  
diante un simple calentamiento de la pared del reactor o me-  
diante el montaje de intercambiadores de calor, por ejemplo,  
en forma de haces de tubos o de placas, que se disponen pa-  
rales a la dirección de flujo. Aquí ha demostrado ser  
20 conveniente llevar, en la fase inicial de la reacción, la tem-  
peratura por encima de  $250^{\circ}\text{C}$  y, en la fase final, por debajo  
de  $250^{\circ}\text{C}$ , es decir, que en la parte superior del tubo VK  
(el proceso VK se describe en "Kunststoffhandbuch" Vol. VI,  
Carl Hanser Verlag, München (1966) pág. 191) se alimenta ca-  
25 lor y en la zona final se extrae calor mediante un intercam-  
biador adecuado. Aquí es importante que el enfriamiento solo  
se inicie cuando la transformación a caprolactama, que como  
es sabido se desarrolla como poliadición, se haya completado  
esencialmente.

30 Ulteriores desarrollos del procedimiento se

ocupan con un mezclado mas o menos intenso de la caprolacta-  
ma a polimerizar, bien sea para introducir aditivos en la fa-  
se inicial o bien para lograr una fusión lo más homogénea  
5 posible. Para esta finalidad se han diseñado varios agita-  
dores mecánicos que, sin embargo, no han podido satisfacer ya  
que, por una parte, son propensos a averías por problemas  
de accionamiento y de hermetización y, por otra parte, por  
que no contribuyen a una corriente de injerto deseada. Por  
esta razón se han propuesto, entre otros, para resolver es-  
10 te problema cascadas de recipientes provistos de agitadores  
que se aproximan más a las exigencias de una corriente de in-  
jerto contra mayor sea el número de los recipientes provistos  
de agitador dispuestos consecutivamente. De esta manera se  
han formado, sin embargo, unos sistemas muy complicados y por  
15 lo tanto muy propensos a averías que no corresponden a un  
proceso de reacción de realización continua, tal y como se  
exige para la obtención de buenas calidades.

También se conoce el influenciar la corriente  
en un tubo VK dotando el interior del tubo de elementos de  
20 distinta clase, por ejemplo, de chapas en forma de tejado  
o perforadas, de cuerpos huecos cónicos o de superficies anu-  
lares dispuestas concéntricamente de curso paralelo a la di-  
rección de flujo, que como superficies frenadoras han de me-  
jorar el comportamiento de flujo de la fusión, sin que hasta  
25 ahora ninguno de ellos hasta ahora haya podido satisfacer  
totalmente.

Una combinación de propiedades mezcladoras e  
influenciadoras del flujo representan en los últimos tiempos  
unos dispositivos conocidos bajo la denominación "mezcladores  
30 estáticos".

El cometido de la presente invención consiste en mejorar el procedimiento para la polimerización en forma continua de  $\epsilon$ -caprolactama de manera que no sólo se obtenga una fusión fluyente en forma de injerto bien mezclada, sino que también se logre un rendimiento como mínimo en un 2<sup>o</sup> % superior al que hasta ahora es posible según el actual estado de la técnica.

Este cometido se soluciona si, para la polimerización continua de caprolactama, se emplea un reactor cuyo primer 60 % de volumen de reactor esté dotado lo mas completamente posible, como mínimo sin embargo en un tercio, de elementos estáticos de clase adecuada.

El objeto de la presente invención es, por lo tanto, un procedimiento para la polimerización continua de caprolactama en un reactor, que se caracterizá porque para ello se emplea un reactor cuyo primer 60 % de volumen de reactor esté dotado, lo mas completamente posible, como mínimo sin embargo en un tercio, de elementos estáticos.

Elementos estáticos de clase adecuada se describen, como dispositivos para la mezcla estática de medios fluidos, en la solicitud de patente alemana P 23 28 795.8.

Tales tubos reactores contienen como mínimo un elemento mezclador compuesto de puentes inclinados uno contra el otro, que se cruzan, en una forma de ejecución posible, debido a que se forman por dos placas ranuradas que se encuentran inclinadas entre si en la carcasa y que encajan entre si en forma de horquillas, en otra forma de ejecución, sin embargo, no presentan ningún punto de cruce formando los puentes que se tocan una arista en forma de tejadillo perpendicular al eje del tubo.

El flujo de material entrante se divide por los puentes, debido a la posición inclinada, temporal y localmente desplazado en corrientes parciales. En el dorso de los puentes existe un gradiente de corriente en dirección transversal que produce una buena mezcla de las corrientes parciales. Como la división de las corrientes parciales se realiza temporal y parcialmente desplazada se forma también una homogenización en la dirección del flujo que al mismo tiempo queda superpuesta por componentes de flujo radiales. La mezcla transversal que se logra permite una buena aproximación al perfil de la así llamada corriente de injerto, de manera que se puede lograr un espectro de residencia estrecho favorable para la polimerización de caprolactama. La inclinación de los puentes con relación a la dirección de entrada de la corriente o flujo o bien con relación a la pared del tubo puede ser también tridimensional. De esta manera se producen ulteriores efectos mezcladores.

Según una forma de ejecución especial muestra el elemento mezclador varias parejas de placas en forma de peine habiéndose dispuesto las placas, en cada caso, en dos filas cruzando los puentes de como mínimo dos capas de una de las filas, en cada caso, los puentes de como mínimo una capa de la otra fila.

De esta manera se producen varias líneas de cruce en las cuales se realiza una ulterior división de las corrientes parciales.

Preferentemente se disponen las placas de cada fila paralelas entre si. Esta medida no empeora el efecto mezclador y permite una fabricación racional de las placas.

Según una forma de ejecución especialmente fa-

vorable se han dispuesto varios elementos mezcladores y los puentes de las parejas de placas de los elementos mezcladores están angularmente desplazados entre si. El desplazamiento angular asciende por ejemplo a  $90^{\circ}$ . Si se selecciona un desplazamiento angular de  $90^{\circ}$  se logra una longitud de la construcción especialmente corta, ya que entonces las placas de las parejas de placas, o bien las placas de las parejas de placas de los elementos mezcladores adyacentes se pueden encajar muy ampliamente en los huecos entre las parejas de placas del elemento adyacente. La disposición angular de los elementos mezcladores dispuestos en fila conduce a la separación especial de las corrientes parciales originadas por los puentes. En esta forma de ejecución se obtienen ya al colocar uno detrás del otro solo pocos elementos mezcladores a altos efectos mezcladores.

Preferentemente se desarrollan las placas en forma de peine y tienen formas de contorno elípticas, habiéndose dispuesto para mejorar la corriente en las zonas marginales la unión del puente desplazada desde la pared del tubo hacia el centro del tubo, lo que según un proceso de fabricación racional, es posible mediante estampación. Se entiende que también son adecuados otros procedimientos de fabricación para los elementos mezcladores, tales como construcciones soldadas para elementos mezcladores de dimensiones mayores. Las placas pueden estar también constituidas, por ejemplo, sujetándose los puentes para formar un anillo cerrado. Los puentes y las ranuras están alineados preferentemente paralelos al eje principal de las placas. Esto significa una ulterior ventaja con respecto a la fabricación.

En una forma de ejecución especial muestran

los puentes una sección de perfil especial, por ejemplo, de forma triangular, de gota, de elipse. Cuando, por ejemplo, una arista en el perfil triangular señale bajo un ángulo contra o también en la dirección de la corriente, se presentan efectos de flujo especiales que originan una buena mezcla transversal. Además, los puentes pueden tener un perfil hueco. Son entonces fluidos por ejemplo, por un medio calefactor y sirven adicionalmente para la transmisión termica.

Si se desea variar la velocidad de flujo del medio desde el centro del tubo hacia la pared, entonces es ventajoso si los puentes tienen distinta anchura. Según sean los puentes dentro o fuera más anchos o más estrechos se desplaza la corriente hacia el centro o hacia fuera.

Las distintas variantes posibles del dispositivo para la realización de la polimerización continua de caprolactama le ofrecen al constructor un amplio margen para optimar la instalación. En especial se pueden construir los elementos mezcladores de distintos puentes o bien dotar los elementos mezcladores de distinto desarrollo con puentes de igual construcción consecutivamente en forma favorable. De esta manera es posible ajustar los elementos mezcladores especialmente a la velocidad de flujo, a la viscosidad, al tiempo de residencia en las secciones correspondientes, etc.

En el dibujo se ha representado el dispositivo según la presente invención en forma esquemática en distintas formas de ejecución y éstas se explican a continuación con más detalle. Muestran:

Las figuras 1 a 5 distintos ejemplos de ejecución del dispositivo con distintos ejemplos de disposición de los elementos mezcladores o bien de las placas y la figura 6 un ejemplo de

ejecución donde los puentes no engranan uno en otro.

En las figuras 1 a 6 se han designado las piezas iguales con igual número de unidad, llevando delante el número de la figura.

5 En la figura 1 se han dispuesto en el tubo 11 varios elementos mezcladores 12, en cada caso desplazados en  $90^{\circ}$  uno detrás del otro. Los elementos mezcladores están formados por placas en forma de peine que encajan una en otra.

10 En la figura 2 se han dispuesto en el tubo 21 elementos mezcladores 22. Cada elemento mezclador se compone de cinco pares de placas 23, 23'. Los elementos mezcladores 22 están desplazados angularmente en  $90^{\circ}$ . Las placas 23, 23' tienen la forma de ejecución según la figura 1.

15 En el tubo 31 según la figura 3 se disponen elementos mezcladores 32 constituidos en igual forma como en el ejemplo de ejecución según la figura 2, pero aquí se han dispuesto los puentes inclinados adicionalmente inclinados en su eje longitudinal.

20 La figura 4 muestra un tubo 41 con elementos mezcladores 42 que hacen transición uno en otro pasando las placas 43, 43' en cada caso a través de varias placas cruzadas. Se han dispuesto en cada caso dos placas 43, 43' paralelas a reducida separación entre sí, mientras las siguientes dos placas se encuentran a una separación aproximadamente doble.

25 En la forma de ejecución según la figura 5 se han previsto en el tubo 51 elementos mezcladores 52 cuyas placas 53, 53' se cruzan como en el ejemplo de ejecución según la figura 4, con las placas de los elementos mezcladores  
30 52 adyacentes, de manera que cada elemento mezclador indi-

vidual queda sin definir exactamente. En esta forma de ejecución se ha prestado especial atención a que las líneas de cruce se encuentran fuera del eje central del tubo 51.

5 Pero también se puede, en la forma de ejecución según la figura 6, prescindir de las líneas de cruce y unir los distintos puentes entre si en forma de tejido. En esta forma de ejecución se pueden desplazar todas las capas de puentes adyacentes en forma arbitraria entre si.

10 La figura 7 hasta figura 10 muestran esquemáticamente tubos de reacción para la realización del procedimiento de la presente invención. Para las partes iguales se han empleado también aquí los mismos numeros de unidad, anteponiéndose el numero de la figura.

15 71, 81, 91 y 101 indican la alimentación de la lactama. 72, 82, 92 y 102 simbolizan un condensador. Los tubos de reacción 73, 83, 93 y 103 están dotados de elementos estáticos 74, 84, 94 y 104. La figura 9 muestra un tubo reactor con etapa de hidrolización 97 anteconectada, provista de un agitador 95. En la figura 8 se encuentra el agitador 85  
20 en el tubo reactor. La lactama se calienta aquí previamente en 86.

25 Naturalmente un empleo según la presente invención de los dispositivos hasta ahora descritos solo será posible donde el agitador o el intercambiador de calor no ocupen todo el volumen del reactor. Naturalmente es posible y en algunos casos conveniente, en interes de una fusión que fluya homogéneamente y en forma de injerto, dotar también los ultimos 40 % del volumen del reactor de elementos estáticos. Pero esto no es necesario para la finalidad de  
30 esta invención. Por otra parte seria según la presente inven-

ción totalmente insuficiente dotar solo estos últimos 40 % del volumen del reactor con estos elementos.

5 Asimismo adecuados para la realización de la polimerización de caprolactama en el sentido de la presente invención son los conocidos mezcladores de paquete que se componen de un número múltiplo de canales paralelos, unilateralmente abiertos entre sí, cruzantes, si bien para diámetros de tubo grandes, en los casos de aplicación descritos en una magnitud hasta 1500 mm, estos mezcladores por razones de fabricación y los altos costes de las chapas delgadas no resultarían suficientemente económicos. Además, la caída de presión depende mucho de las geometrías seleccionadas para los canales, lo que en algunos casos es desfavorable.

10 Los mezcladores estáticos, que para lograr un buen efecto mezclador precisan de grandes longitudes, tal como por ejemplo una forma de ejecución conocida, se componen de una combinación de elementos helicoidales alternativamente dirigidos hacia la izquierda y derecha, no se pueden emplear en el procedimiento de la presente invención.

15 Los efectos de la presente invención se reflejan en una comparación de los valores de extracto de policaprolactama obtenidos en el ejemplo A de un tubo de polimerización de construcción usual y en el ejemplo B de un tubo absolutamente idéntico que sin embargo se dotó adicionalmente de los elementos según la presente invención. Los aditivos de reguladores de cadena y de agua así como las temperaturas de reacción son asimismo idénticos. El rendimiento en lactona del reactor A asciende a 11,0 ton. diarias, el del reactor B a 12,1 ton. diarias. Los valores de extracto se obtuvieron según el método de metanol.

20

25

30

	Tubo de polimerización A Rendimiento 11,0 t/d	Tubo de polimerización B Rendimiento 12,1 t/d
	11,95 % de extracto	9,54 % de extracto
	12,01 % " "	9,84 % " "
5	12,28 % " "	9,11 % " "
	12,00 % " "	9,85 % " "
	11,90 % " "	9,78 % " "
	11,92 % " "	9,99 % " "
	12,21 % " "	9,23 % " "

10 Por razones cinéticas se pueden lograr en la polimerización hidrolítica de caprolactama transformaciones de caprolactama de un 90 % y más. Se aprecia claramente que el tubo reactor B accionado según la invención alcanza fácilmente este rendimiento, mientras el rendimiento del reactor normal se encuentra en un 88 %, a pesar de que la transformación de caprolactama es en un 10 % inferior.

15

NOTA

20 Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental.

25 También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de patente presentada en la República Federal Alemana con fecha 9 de Octubre de 1974, nº P 24 48 100.3, accogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita PATENTE DE INVENCION por 20 años en España: PROCEDI-

MIENTO PARA LA POLIMERIZACION CONTINUA DE LACTAMAS, caracterizándose por lo siguiente:

1. Procedimiento para la polimerización continua de lactamas en un reactor, caracterizado porque se emplea un reactor cuyo primer 60 % del volumen del reactor está dotado lo mas completamente posible, como mínimo sin embargo en un tercio, de elementos mezcladores estáticos.
2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se emplea un tubo reactor cuyo primer 60% del volumen de reactor contiene como elementos estáticos un elemento mezclador en forma de una pareja de placas que lleva puentes inclinados entre si y con relación al eje del tubo reactor, y donde los puentes de ambas capas bien encajan entre si en forma de horquillas o terminando en el centro del tubo se unen entre si y forman perpendicular al eje del tubo una arista en forma de tejado.
3. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se emplea un tubo reactor cuyo primer 60 % del volumen del reactor contiene como elementos estáticos un elemento mezclador dotado de varias parejas de placas en forma de peine habiéndose dispuesto las placas en cada caso en dos filas cruzándose los puentes de dos capas de una fila en cada caso con los puentes de como mínimo una capa de la otra fila.
4. Procedimiento según la reivindicación 3, caracterizado porque se emplea un tubo reactor cuyo primer 60 %

del volumen del reactor contiene como elementos estáticos un grupo mezclador en el que las placas de cada fila se han dispuesto paralelas entre si.

5 5. Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque se emplea un tubo reactor cuyo primer 60 % del volumen del reactor como elementos estáticos contiene un elemento mezclador compuesto de puentes de perfil hueco que son fluidos por un medio calefactor, donde los puentes se disponen inclinados entre si y con relación al eje del tubo reactor.

10

6. Procedimiento según la reivindicación 3, caracterizado porque se emplea un tubo reactor cuyo primer 60 % del volumen del reactor como elementos estáticos contiene un elemento mezclador compuesto de puentes de perfiles huecos que son fluidos por un medio de calefacción y en el que los puentes de dos capas de una fila en cada caso se cruzan con los puentes de como mínimo una capa de la otra fila.

15

7. Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque se emplea un tubo reactor cuyo primer 60 % del volumen del reactor como elementos estáticos contiene un elemento mezclador en el que los distintos puentes están soldados siendo posible un desplazamiento arbitrario entre puentes adyacentes.

20

8. Procedimiento para la polimerización continua de caprolactama, tal y como se describe sustancialmente en la presente memoria y queda ilustrado en los dibujos adjun-

25

tos.

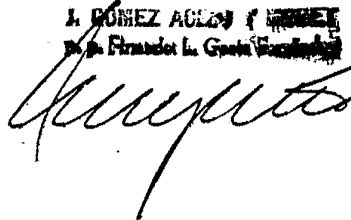
Esta memoria consta de 14 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid

- 8 OCT. 1975

BAYER AKTIENGESELLSCHAFT

L. PÉREZ AGUIRRE Y CAÑAS  
C. de Fernando I. 6, Getafe (Madrid)

A handwritten signature in dark ink, appearing to read 'L. Pérez Aguirre', is written over the typed name and address of the representative.

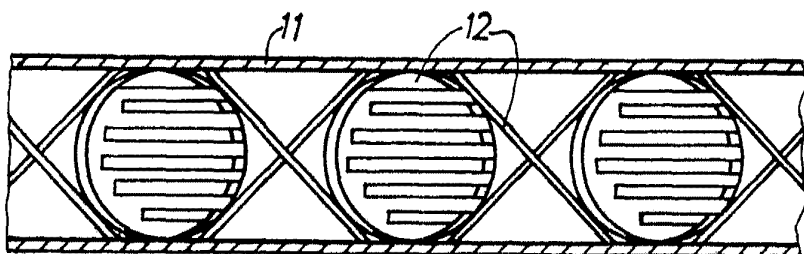


FIG. 1

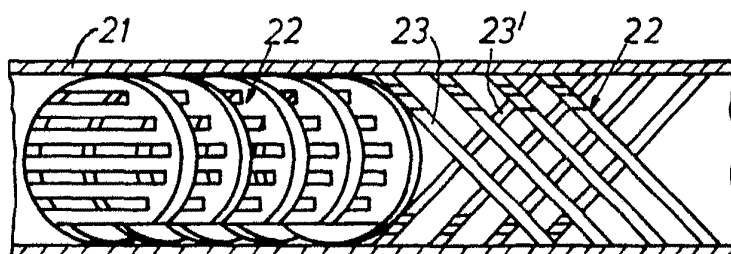


FIG. 2

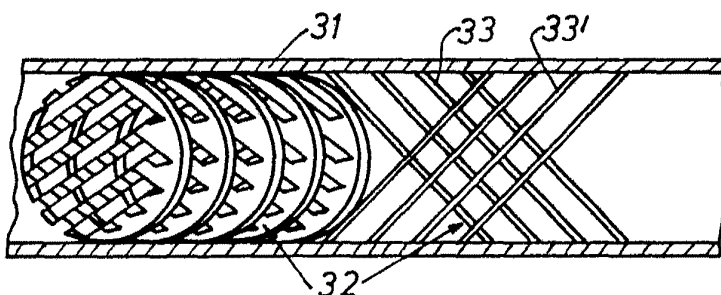


FIG. 3

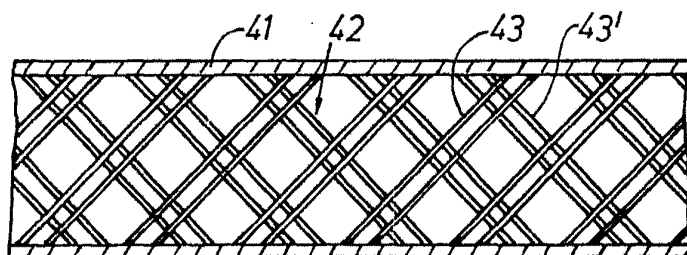


FIG. 4

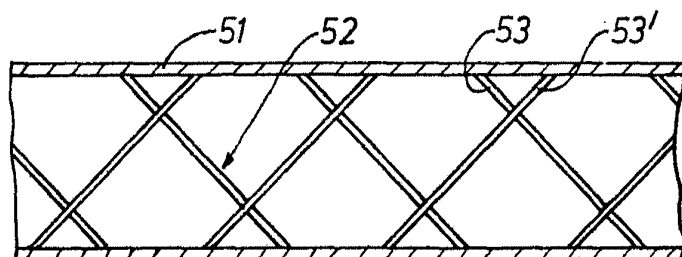
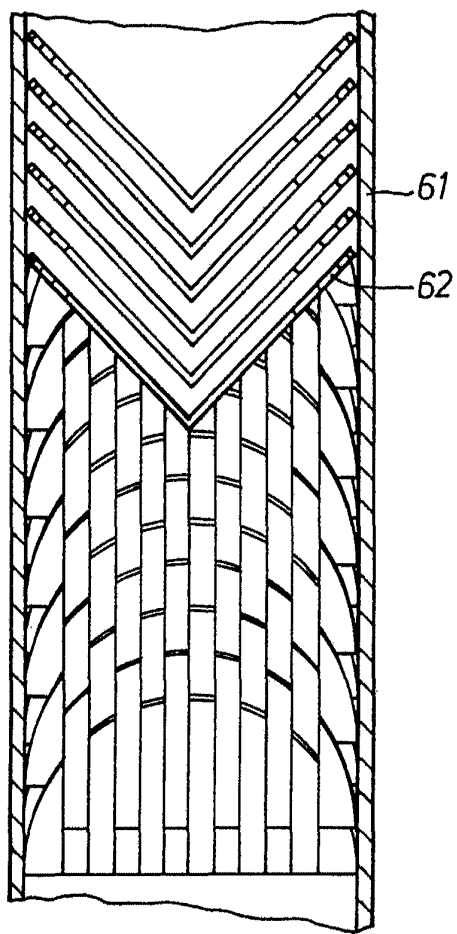


FIG. 5 - 8 OCT. 1975

ESCALA  
VARIABLE

Madrid

GOMEZ ACEDO Y MORA  
Ingenieros Industriales



ESCALA  
VARIABLE

FIG. 6

Madrid a OCT. 175

J. GOMEZ ABELO Y MOREI  
p. n. Firmador L. Gato, arrodador

A handwritten signature in black ink, appearing to be 'Gomez', written over the printed text.



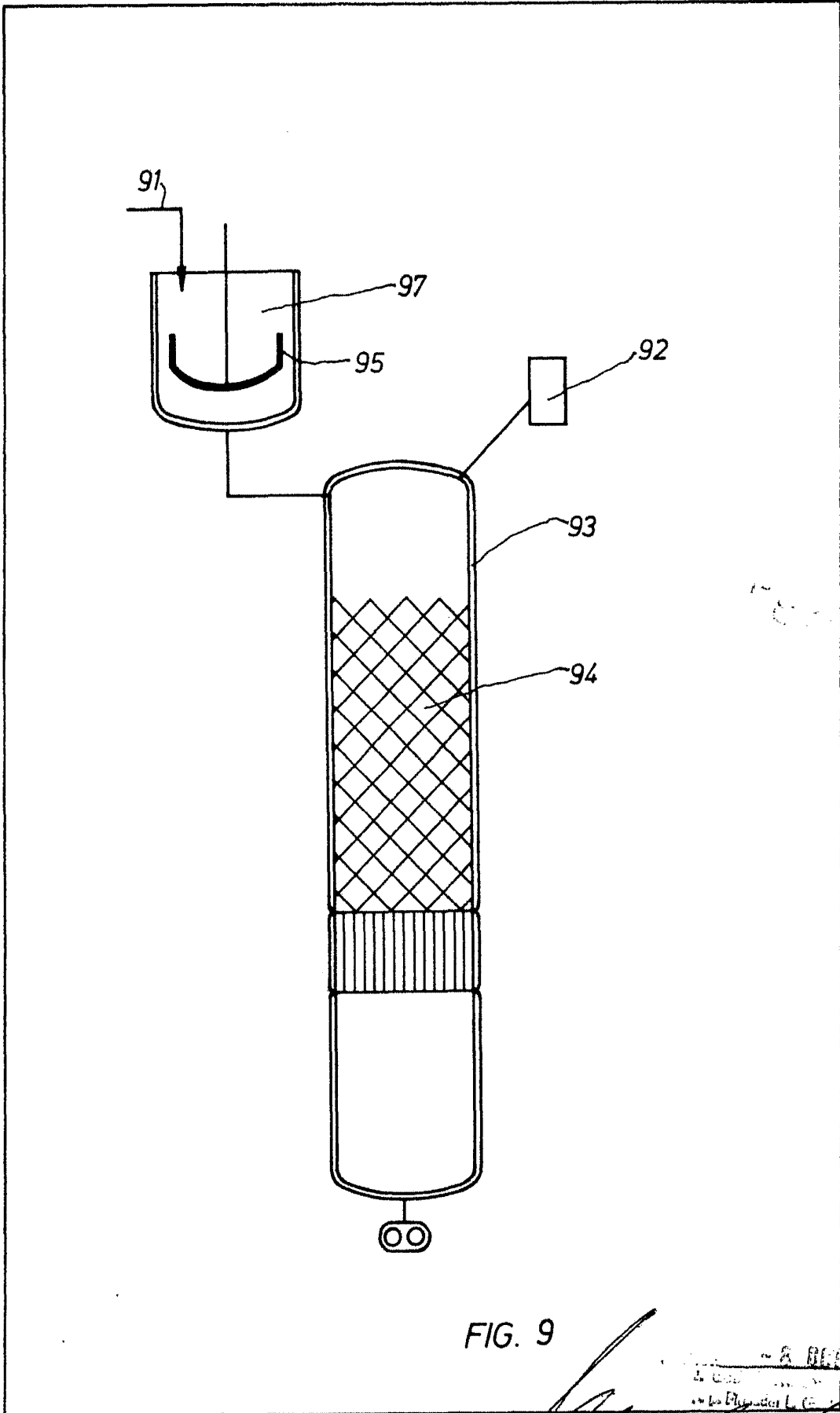


FIG. 9

Patented in U.S.A. & Germany  
1975  
Bayer Aktiengesellschaft  
*[Handwritten signature]*

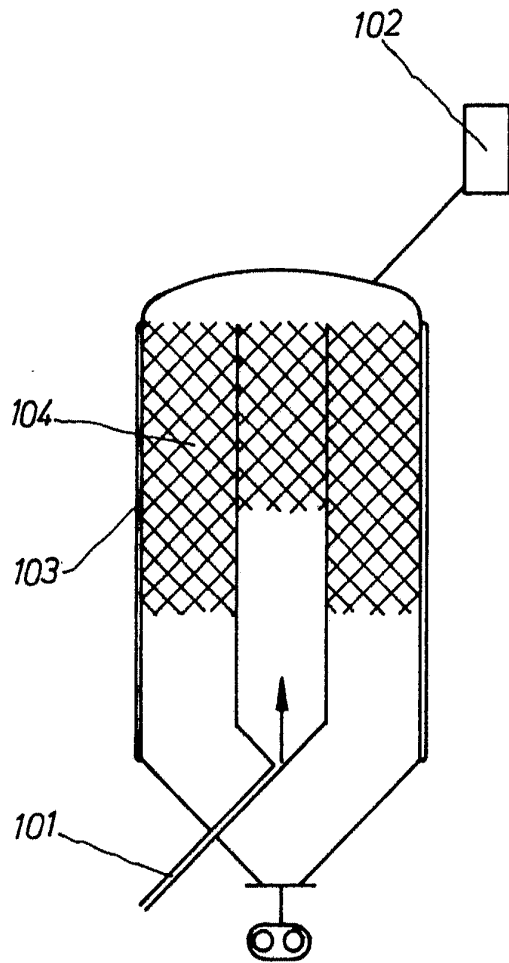


FIG. 10

ES  
V/11

- 8 OCT. 1975

*[Handwritten signature]*