(19) OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 376 845**

(51) Int. Cl.:
C08G 69/46 (2006.01)

(12) TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA T3

(96) Número de solicitud europea: **09765919 .7**
(96) Fecha de presentación: **19.06.2009**
(97) Número de publicación de la solicitud: **2297228**
(97) Fecha de publicación de la solicitud: **23.03.2011**

(54) Título: **Procedimiento continuo para el secado multietapa y posterior condensación de granulados de poliamida**

(30) Prioridad:
20.06.2008 EP 08158668

(45) Fecha de publicación de la mención BOPI:
20.03.2012

(45) Fecha de la publicación del folleto de la patente:
20.03.2012

(73) Titular/es:
BASF SE
67056 Ludwigshafen, DE

(72) Inventor/es:
LOTH, Wolfgang;
EL-TOUFAILI, Faissal-Ali;
STAMMER, Achim;
KORY, Gad;
GERSTLAUER, Achim y
BECKER, Jens

(74) Agente/Representante:
Carvajal y Urquijo, Isabel

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).

ES 2 376 845 T3

DESCRIPCIÓN

Procedimiento continuo para el secado multietapa y posterior condensación de granulados de poliamida.

La invención hace referencia a un procedimiento continuo para el secado multietapa y posterior condensación de granulados de poliamida en fase sólida, con el objeto de preparar co-polímeros de poliamida 6 ó PA6 con un bajo contenido en monómeros residuales.

Las poliamidas, particularmente la poliamida-6, se granulan típicamente tras la polimerización/ policondensación, se extraen con agua para separar los monómeros y oligómeros que queden, y se secan posteriormente. De manera opcional, puede condensarse a continuación tras la extracción para elevar el peso molecular o la viscosidad. Con esto se separa la humedad proveniente de la extracción del granulado de poliamida. Para ello se conocen diversos procedimientos.

La EP-B-1 235 671 hace referencia a un procedimiento continuo para el secado y poscondensación de granulados, así como a una instalación para la ejecución del procedimiento. En el procedimiento se desacoplan el secado y la poscondensación, y el secado se ejecuta en un aparato de corrientes cruzadas. La poliamida así presecada, se poscondensa seguidamente en un aparato en columna en contracorriente con una pequeña corriente de nitrógeno.

La EP-B-0 732 351 hace referencia a un procedimiento y un dispositivo para la elaboración de poliamidas, poscondensándose granulados de poliamida en fase sólida, elaborados por policondensación en la masa fundida. Aquí se calienta el granulado de poliamida en un primer paso a una primera temperatura entre 70℃ y 150 ℃, se mantiene durante un periodo de dos a seis horas a esa temperatura, y se calienta ulteriormente en un segundo paso a una temperatura más alta, pero situada por debajo del punto de fusión, situada más concretamente entre 170℃ y 10℃ por debajo del punto de fusión. Y se posconden sa a esa temperatura. La poscondensación puede efectuarse en una corriente de gas inerte. La poscondensación se realiza, preferentemente, en un reactor de lecho fluidizado, el gas inerte se introduce con al menos dos temperaturas diferentes por al menos dos puntos distintos. La poliamida- 6 se poscondensa, por ejemplo, primero a una temperatura de 150℃ y, acto seguido a una temperatura de 1 90℃. La introducción del gas inerte por dos puntos sirve para la obtención de las diferentes temperaturas.

Un objetivo de la presente invención es la preparación de un procedimiento para el secado multietapa y poscondensación continuos de granulados de poliamida, que conduzca a granulados de poliamida con la viscosidad deseada, y los bajos contenidos en agua y monómeros y oligómeros no extraídos deseados, mediante una gestión mejorada del procedimiento. La poscondensación debe realizarse, por consiguiente, lo más cuidadosamente posible. Debe evitarse una condensación de los monómeros extraídos en partes de la instalación, que puedan conducir a una obstrucción de la misma.

El objetivo se resuelve conforme a la invención por medio de un procedimiento continuo para el presecado y poscondensación de granulados de poliamida en fase sólida, en el que

1) el secado previo se ejecuta en un aparato continuo de secado (por ejemplo, un secador de columna, por ejemplo, con lecho móvil, secador de lecho fluidizado, secador de lecho fluidizado/pulsante), que se acciona en contracorriente o en corrientes cruzadas con gas inerte, vapor de agua o una mezcla de gas inerte y vapor de agua a una temperatura del granulado en el rango de 70 a 200℃ y

2) la ulterior poscondensación continua se efectúa en una columna separada con lecho fluidizado a una temperatura del granulado, que puede ser superior, igual o inferior a la temperatura del granulado en la etapa (1) y se halla en el rango de 120 a 210℃, accionándose la columna en co ntracorriente con gas inerte, vapor de agua o una mezcla de gas inerte y vapor de agua e introduciéndose el gas inerte por al menos dos puntos a lo largo de la columna (del 15 al 90% del gas inerte en el suelo de la columna y del 15 al 85% del gas inerte en la mitad superior, preferentemente en el tercio superior de la columna, por debajo de la superficie del granulado).

Conforme a la invención se ha descubierto que la poliamida, particularmente la poliamida-6, puede obtenerse con bajos contenidos en agua y monómeros con, al mismo tiempo, altas viscosidades, cuando se separan el secado previo y la poscondensación en diferentes aparatos, y, tanto en el secado previo como también en la poscondensación, se trabaja con una corriente de gas inerte o vapor de agua, o una mezcla de gas inerte y vapor de agua, introduciéndose en la poscondensación la corriente de gas inerte o vapor de agua, o la mezcla de gas inerte y vapor de agua, en la columna por al menos dos puntos. Por el contrario, de acuerdo con la EP-B-0 732 351 el secado previo y la poscondensación se ejecutan en un único secador de columna, y las corrientes de gas inerte se introducen sólo por dos puntos en el reactor, para poder ajustar diferentes perfiles de temperatura a lo largo de la columna.

De acuerdo con la EP-B-1 235 671, se inserta sólo una pequeña corriente de nitrógeno en contracorriente en la poscondensación. No se menciona un perfil de temperatura entre el secado previo y la poscondensación. Se indica que tanto el secado como también la poscondensación se accionan a un nivel de temperatura muy alto.

En el procedimiento conforme a la invención puede tratarse de cualquier granulado de poliamida, por ejemplo, de poliamida-6, o de otras poliamidas o copoliamidas, que tengan extractos residuales así como de mezclas de (co-)poliamidas alifáticas y (parcialmente) aromáticas. De manera particularmente preferente, se inserta granulado de poliamida 6 o de copolímero de poliamida 6/66.

El secado previo (etapa 1) se efectúa a una temperatura del granulado en el rango de 70 a 200℃, prefer entemente de 120 a 180℃, particularmente de 140 a 180℃.

La poscondensación se lleva a cabo a una temperatura del granulado, que puede ser superior, igual o inferior a la temperatura del granulado en la etapa (1). Esta temperatura del granulado en la etapa (2) se encuentra en el rango de 120 a 210 ℃, preferentemente de 160 a 180 ℃, p articularmente de 165 a 175 ℃.

La temperatura en la etapa (2) se selecciona en función del peso molecular deseado, o de la viscosidad deseada de la poliamida, y del tiempo de permanencia en las 2 etapas. Para viscosidades o pesos moleculares mayores se emplean temperaturas más altas.

El secado previo se realiza preferentemente a una presión en el rango de 1 a 10 bar abs., particularmente de 1 a 5 bar abs. La poscondensación se ejecuta, de manera preferente, a una presión en el rango de 1 a 10 bar abs., particularmente de 1 a 5 bar abs. Normalmente, se ajusta una sobrepresión para evitar la penetración de aire (oxígeno).

Conforme a la invención, el gas inerte, vapor de agua o mezcla de gas inerte/ vapor de agua se introduce en la etapa (2) por al menos dos puntos a lo largo de la columna, introduciéndose del 15 al 95% del gas inerte o de la mezcla de gas inerte/ vapor de agua en el suelo de la columna, y del 5 al 85% del gas inerte o mezcla de gas inerte/ vapor de agua en el tercio superior, bajo la cabeza de la columna. Con esto se desplaza el granulado por gravedad desde la cabeza de la columna hacia el fondo de la misma, y se trata así en contracorriente con gas inerte, vapor de agua o mezcla de gas inerte/ vapor de agua.

En la etapa (2) se introduce, de manera preferente, del 30 al 90 % del gas inerte, vapor de agua o mezcla de gas inerte/ vapor de agua, particularmente del 50 al 85 % del gas inerte, vapor de agua o de la mezcla de gas inerte/ vapor de agua por el fondo la columna y del 10 al 70 %, de manera especialmente preferente 15 a 50 % del gas inerte, vapor de agua o mezcla de gas inerte/ vapor de agua en la mitad superior, por ejemplo, en el tercio superior o en el rango de 1/8 a 3/8 de la longitud de la columna por debajo de la superficie del granulado. Cuando la columna está completamente llena, la cabeza de la columna y la superficie del granulado se encuentran a la misma altura. En una forma de ejecución, la alimentación del gas inerte o de la mezcla de gas inerte/ vapor de agua se realiza en el suelo la columna y a aprox. ¼ de la longitud de la columna por debajo del nivel de granulado.

El dimensionado de la columna se realiza, de manera preferente, de forma que en la superficie del granulado la velocidad del gas no alcance el punto de fluidización.

En las etapas (1) y (2) puede emplearse como medio de secado o medio de extracción cualquier gas inerte apropiado. En la etapa (1) se introducen preferentemente vapor de agua, nitrógeno o mezclas de ellos como medio de secado y en la etapa (2) nitrógeno con una proporción de vapor de agua del 0 al 90% en peso, preferentemente del 0 al 10 % en peso como medio de secado o medio de extracción. En las etapas 1 y 2 se utiliza, de manera preferente, un medio de extracción libre de oxígeno.

En la etapa (1) se introducen, de manera preferente, de 1 a 20 kg de gas inerte, vapor de agua o mezcla de gas inerte/ vapor de agua, de manera especialmente preferente de 2 a 10 kg de gas inerte, o mezcla de gas inerte/ vapor de agua, por kg de poliamida.

En la etapa (2) se introducen en la columna, de manera preferente, al menos 0,5 kg de gas inerte, vapor de agua o mezcla de gas inerte/ vapor de agua por kg de poliamida, de manera especialmente preferente de 1 a 7 kg de gas inerte o mezcla de gas inerte/ vapor de agua por kg de poliamida.

El gas inerte o mezcla de gas inerte/ vapor de agua, conducido a través del secado previo y a través de la poscondensación, puede desecharse en cada caso tras su salida. El gas inerte o mezcla de gas inerte/ vapor de agua se recircula, sin embargo, parcial o totalmente en el procedimiento, preferentemente tras un tratamiento.

El medio de secado cargado en la etapa (1) que abandona el aparato, se trata de manera preferente, y se reutiliza parcial o totalmente en el procedimiento. El tratamiento se realiza por depuración gaseosa a una temperatura inferior

a 60 ℃, preferentemente inferior a 45 ℃. Para evit ar una acumulación de impurezas en el gas inerte, se sustituye, cuando sea imprescindible, en la etapa (1), preferentemente del 0,1 al 10 % en peso, particularmente aprox. un 1 % en peso del medio de secado que abandona el aparato por medio fresco.

El medio de secado o de extracción que abandona la columna por cabeza, cargado en la etapa (2), se trata preferentemente y se retorna parcial- o totalmente al procedimiento. Por ejemplo, se sustituye del 0,1 al 10 % en peso del medio de extracción que abandona la columna por medio de extracción fresco. El tratamiento se realiza de manera análoga a la etapa 1, por ejemplo, por medio de depuración gaseosa. El medio de secado o de extracción cargado puede extraerse opcionalmente de la etapa (2) para introducirse en el calentamiento/ secado en la etapa (1).

En otra forma de ejecución, el medio de secado se lleva de la etapa 1, tras el tratamiento, a la etapa 2.

El tiempo de permanencia del granulado en la etapa (1) ascendió, preferentemente, a un periodo de 0,2 a 15 horas, de manera especialmente preferente de 0,5 a 10 horas.

El tiempo de permanencia en la etapa (2) ascendió, preferentemente, a un periodo de 5 a 80 horas, particularmente de 20 a 40 horas.

La poliamida o copoliamida empleada en el procedimiento puede elaborarse por cualquier procedimiento apropiado. A este respecto, ha de remitirse, por ejemplo, a los procedimientos descritos en la EP-B-1 235 671, EP-B-0 732 351, EP-A-0 348 821, EP-A-0 702 047 ó EP-A-0 284 968. El granulado de poliamida 6 introducido en el procedimiento se obtiene, de manera preferente, por reacción de caprolactama, opcionalmente comonómeros, y agua en un reactor tubular vertical de condensación, con o sin reactor presurizado, conectado aguas arriba para dar un prepolímero. Posteriormente, se realizan la granulación y extracción acuosa del prepolímero así obtenido y la separación del agua.

El secado y poscondensación pueden diseñarse y ejecutarse, en lo que se refiere a los aparatos, por ejemplo, tal y como se describe en la EP-B-1 235 671. Por ejemplo, en la etapa (1) puede emplearse un secador de corrientes cruzadas. Alternativamente, en la etapa (1) puede utilizarse también un secador de columna, secador de banda o lecho fluidizado.

En la etapa (2) se emplea preferentemente un secador de columna. Al secador de columna puede conectarse un aparato de enfriamiento. En la EP-B-1 235 671, en la descripción y en los diseños, se representan geometrías apropiadas de los dispositivos.

Con esto se remite particularmente a la práctica con columna activa, que ostenta un circuito adicional de gas inerte, véanse los apartados [0032] a [0037] de la EP-B-1 235 671.

Una reducción de la humedad realizable (secado en el sentido de la invención) conduce en el caso del granulado de poliamida, normalmente, de una humedad inicial de aprox. el 1 al 15 % en peso a valores en el rango del 0,02 al 4 % en peso.

La poliamida procedente de la extracción introducida en el secado previo tiene un contenido en monómeros residuales en el rango de más del 0 al 0,08 % en peso. En el secador se introduce de manera preferente una poliamida, en la que el contenido en monómeros residuales ascienda a menos del 0,05 ó 0,03 % en peso y en dímeros cíclicos residuales menos del 0,1 ó 0,08 % en peso. De acuerdo con una forma de ejecución de la invención, el contenido en monómeros residuales a la salida de la etapa 2 es mayor que el de la entrada a la etapa 1.

Separando los monómeros y dímeros en la extracción se impide de manera efectiva que se formen sedimentos y revestimientos sobre los aparatos y, en definitiva, pudieran obstruirse las perforaciones y conductos de vapor.

En la etapa (2) se emplea una columna o secador de columna separado, que atraviesa la poliamida debido a la fuerza de la gravedad en un lecho fluidizado. A través del caudal y del estado de granulado en la columna pueden ajustarse diferentes tiempos de permanencia y elaborarse, junto con la influencia de diferentes temperaturas, productos de diferente peso molecular. De manera conveniente, se elimina el oxígeno del aire en el secador de columna, ya que éste reacciona con el granulado caliente de polímero, lo que conlleva a una así llamada decoloración en el producto final.

La conexión en serie de la etapa 1 es, entre otros, imprescindible para eliminar la humedad residual de la extracción, antes de que el granulado llegue al secador de columna (etapa 2). En caso contrario, podría reducirse la temperatura del gas, a través del calor de evaporación preciso, hasta quedar por debajo de la temperatura de condensación de los gases de escape, y se pegaría el granulado.

El desacoplamiento del secado y la poscondensación, permite gestionar ambos pasos procedimentales a niveles de temperatura ajustados individualmente. A ello puede ajustarse el tiempo de permanencia del granulado en cada caso variable. A través de la interpretación del tamaño, y a través del grado de llenado de presecador y poscondensador, pueden lograrse diferentes tiempos de permanencia para un flujo másico constante.

Se obtiene una reducción sorprendentemente fuerte de la estructura monomérica en el granulado de poliamida en comparación con el procedimiento convencional. Por ejemplo, puede elaborarse una poliamida-6 con muy bajo contenido en caprolactama, con las correspondientes ventajas técnicas, particularmente la reducción o prevención de la formación de hilo de humo en la elaboración de fibras, de la formación de depósitos en piezas moldeadas en el caso del tratamiento de moldeo por inyección, o el depósito en los rodillos en la elaboración de películas.

El procedimiento se explica a continuación más a fondo en base a los ejemplos.

Ejemplos

Modo general de elaboración

Se inserta un granulado de poliamida 6 elaborado según la disposición de la DE-A-01545221 con las siguientes propiedades:

Tabla de las propiedades del producto insertado

REG [%]	**VZ** [ml/g]	**RF** [%]	**EG** (NH_2) [mmol/kg]	**Mono** [%]	**Mono** [**ppm**]
0,27	137	11,2	54,1	0,010	100
Abreviaturas: RF = humedad residual REG = contenido en extractos residuales (suma de caprolactama y oligómeros) VZ = índice de viscosidad EG = contenido en grupos extremos (NH_2) Mono = contenido en monómeros					

Elaboración a escala de laboratorio

El secado previo ó a escala de laboratorio se ejecuta en un horno de secado con enjuague con nitrógeno, en el que se introduce el granulado sobre un plato para una corriente de nitrógeno de 200 l/h. La temperatura alcanzó los 110℃, el tiempo de secado fue de 7 horas. Se obtuvo un producto presecado con los siguientes valores característicos:

Tabla de las propiedades del producto presecado

REG [%]	**VZ** [ml/g]	**RF** [%]	**EG**(NH_2) [mmol/kg]	**Mono** [%]	**Mono** [**ppm**]
0,32	152	2,85	51,6	0,010	100

La poscondensación se realizó a escala de laboratorio tal como sigue a continuación: se insertó un tubo de doble cubierta con una longitud de 1000 mm, llenándose posteriormente con granulado de poliamida 6 fresco a través de una válvula caliente cada dos horas, y extrayéndose discontinuamente por el extremo inferior del tubo de doble cubierta por medio de un tornillo sinfín de descarga regulable. Se trabajó en contracorriente con nitrógeno calentado o una mezcla de nitrógeno y vapor de agua, introduciéndose el gas inerte en la parte inferior en el tubo de doble cubierta, y adicionalmente en la mitad superior de la longitud del tubo por debajo de la cabeza. La temperatura máxima de la mezcla de nitrógeno y vapor de agua alcanzó los 180℃ y la presión máxima alcanzó 1,4 bar .

Según el tiempo de permanencia deseado, se llevó una cantidad predeterminada de granulado en un tiempo determinado a través de la válvula de sólidos y al mismo tiempo se extrajo nuevamente la cantidad correspondiente a través del tornillo sinfín de descarga. El calentamiento del granulado se realizó a través de la corriente de gas inerte. A partir de una temperatura del granulado de 140℃ se llevó en su caso la cantidad de agua dese ada a la corriente de nitrógeno.

La corriente de gas inerte se dividió, y se llevó un 33-85 % del gas inerte (nitrógeno) a la base y un 15-67 % del gas inerte a la mitad o tercio superiores.

La humedad residual de las muestras de poliamida se determinó en un aparato de Karl-Fischer.

La muestra de poliamida se disolvió para la determinación del índice de viscosidad (VZ) al 0,5% (m/V) en un 96 ± 0,1 % de ácido sulfúrico. Se determinaron las duraciones de tránsito de la disolución de muestra y del disolvente en un viscosímetro Ubbelohde a 25,0 ±0,05℃ de temperatur a del baño de agua, y a partir de ahí se calculó el índice de viscosidad o la viscosidad relativa.

El contenido en monómeros o extractos residuales se determinó cromatográficamente. El contenido en grupos extremos se determinó titrinéticamente.

Ejemplo 1:

El granulado se temperó a 165 ℃. La corriente de gr anulado fue de 180g/h y se alimentaron 0,2 Nm^3/h de nitrógeno con un 6 % de humedad por la base de la torre. A media torre se alimentaron 0,4 Nm^3/h de nitrógeno con un 6 % de humedad.

Se obtienen las siguientes propiedades:

Tabla de las propiedades del producto temperado

tiempo [h]	**REG** [%]	**VZ** [ml/g]	**RF** [%]	**EG** (NH_2) [mmol/kg]	**Mono** [%]	**Mono** [**ppm**]
5,5	0,30	168	0,725	48,8	0,060	600
16	0,32	201	0,024	40,0	0,14	1400
20	0,33	208	0,02	38,6	0,15	1500
25	0,33	221	0,164	36,2	0,150	1500
Abreviaturas: RF = humedad residual REG = contenido en extractos residuales (suma de caprolactama y oligómeros) VZ = índice de viscosidad EG = contenido en grupos extremos (NH_2) Mono = contenido en monómero						

Se demuestra que puede obtenerse un producto con un índice de viscosidad medio y contenido en monómeros residuales de menos de/igual a 1500 ppm.

Ejemplo 2:

El granulado se temperó a 165 ℃. La corriente de gr anulado fue de 180g/h y 0,2 Nm^3/h de nitrógeno seco se alimentaron por la base de la torre. A media torre se alimentaron 0,4 Nm^3/h de nitrógeno seco.

Se obtienen las siguientes propiedades:

Tabla de las propiedades del producto temperado

tiempo [h]	**REG** [%]	**VZ** [ml/g]	**RF** [%]	**EG** (NH_2) [mmol/kg]	**Mono** [%]	**Mono** [**ppm**]
26	0,29	233	0,01	37,8	0,120	1200

Se demuestra que puede obtenerse un producto con un índice de viscosidad medio y 1200 ppm de monómeros residuales.

Ejemplo 3:

El granulado se temperó a 173 ℃. La corriente de gr anulado fue de 180g/h y se alimentaron 0,2 Nm^3/h de nitrógeno seco por la base de la torre. A media torre se alimentaron 0,3 Nm^3/h de nitrógeno seco.

Se obtienen las siguientes propiedades:

Tabla de las propiedades del producto temperado

tiempo [h]	**REG** [%]	**VZ** [ml/g]	**RF** [%]	**EG** (NH_2) [mmol/kg]	**Mono** [%]	**Mono [ppm]**
7	0,30	187	0,01	44,3	0,11	1100
14	0,31	212	0,010	41,3	0,14	1400
26	0,31	253	0,010	35,8	0,12	1200

Se demuestra que puede lograrse un producto con mayor índice de viscosidad y un contenido en monómeros residuales de menos de 1500 ppm.

Ejemplo 4:

El granulado se temperó a 165 ℃. La corriente de gr anulado fue de 180g/h y se alimentaron 0,2 Nm^3/h de nitrógeno con un 1,3% de humedad por la base de la torre. A mitad de torre se alimentaron 0,4 Nm^3/h nitrógeno con un 1,3% de humedad.

Se obtienen las siguientes propiedades:

Tabla de las propiedades del producto temperado

tiempo [h]	**REG** [%]	**VZ** [ml/g]	**RF** [%]	**EG** (NH_2) [mmol/kg]	**Mono** [%]	**Mono [ppm]**
5,5	0,28	179	0,018	45,5	0,090	900
9	0,30	193	0,018	42,9	0,12	1200
25	0,32	231	0,02	36,0	0,130	1300

Se demuestra que puede lograrse un producto con un índice de viscosidad medio y un contenido en monómeros residuales de menos de 1400 ppm.

Ejemplos comparativos sin secado previo

Para la comparación con el nuevo proceso se temperó un granulado de poliamida no secado con las siguientes propiedades:

Tabla de las propiedades del producto insertado

REG [%]	**VZ** [ml/g]	**RF** [%]	**EG** (NH_2) [mmol/kg]	**Mono** [%]	**Mono [ppm]**
0,27	137	11,2	54,1	0,010	100

Ejemplo 5 (comparativo):

El granulado se temperó a 173 ℃. La corriente de gr anulado alcanzó 200g/h y se introdujeron 1,7 Nm^3/h de nitrógeno con un 3,8 % de humedad por un punto en la torre a aprox. ¼ de la longitud de la torre por debajo de la cabeza de la torre.

Resultan las siguientes propiedades:

Tabla de las propiedades del producto temperado

tiempo [h]	**REG** [%]	**VZ** [ml/g]	**RF** [%]	**EG (NH2)** [mmol/kg]	**Mono** [%]	**Mono [ppm]**
27	0,61	230	0,19	34,2	0,43	4300

Se demuestra que, en comparación con el proceso conforme a la invención (aproximadamente ejemplo 3), se obtiene un producto con menor índice de viscosidad y un contenido en monómeros residuales claramente mayor.

Ejemplo 6C (comparativo):

El granulado se temperó a 165 ℃. La corriente de gr anulado era de 200g/h y se introdujeron 1,7 Nm^3/h de nitrógeno con un 3,8 % de humedad por un punto en la torre a aprox. ¼ de la longitud de la torre por debajo de la cabeza de la torre.

Resultan las siguientes propiedades:

Tabla de las propiedades del producto temperado

tiempo [h]	**REG** [%]	**VZ** [ml/g]	**RF** [%]	**EG** (NH_2) [mmol/kg]	**Mono** [%]	**Mono [ppm]**
27	0,49	210	0,43	37,1	0,33	3300

Se demuestra que, en comparación con el proceso conforme a la invención (aproximadamente ejemplo 4), se consigue un producto con menor índice de viscosidad y mayor contenido en monómeros residuales.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento continuo para el secado multietapa y poscondensación de granulados de poliamida en fase sólida, **caracterizado porque**

1) el secado previo se efectúa en un aparato continuo de secado, que se acciona en contracorriente o en corrientes cruzadas con gas inerte, vapor de agua o una mezcla de gas inerte y vapor de agua a una temperatura del granulado en el rango de 70 a 200℃ y

2) la subsiguiente poscondensación continua se efectúa en una columna separada con lecho fluidizado a una temperatura del granulado, en el rango de 120 a 210℃, accionándose la columna en contracorriente con gas inerte, vapor de agua o una mezcla de gas inerte y vapor de agua, introduciéndose el gas inerte por al menos dos puntos a lo largo de la columna, introduciéndose del 15 al 90% del gas inerte en la base de la columna y del 15 al 85% del gas inerte en la mitad superior por debajo de la superficie del granulado.

2. Procedimiento conforme a la Reivindicación 1, **caracterizado porque** el granulado de poliamida es un granulado de poliamida-6 o un granulado de copolímero de poliamida 6/66.

3. Procedimiento conforme a la Reivindicación 2, **caracterizado porque** el granulado de poliamida 6 insertado en el procedimiento se obtiene por transformación de caprolactama y agua, opcionalmente con comonómeros en un reactor tubular vertical de condensación con o sin un reactor presurizado conectado aguas arriba para dar un prepolímero, granulación y extracción acuosa del prepolímero así obtenido y subsiguiente extracción del agua.

4. Procedimiento conforme a una de las Reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado porque** el secado previo se efectúa a una temperatura del granulado en el rango de 120 a 180℃.

5. procedimiento conforme a una de las Reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado porque** la poscondensación se efectúa a una temperatura del granulado en el rango de 160 a 180℃.

6. Procedimiento conforme a una de las Reivindicaciones 1 a 5, **caracterizado porque** el gas inerte se introduce en la etapa (2) en una cantidad del 50 al 85% por la base la columna y del 15 al 50% en la zona de 1/8 a 3/8 de la longitud de la columna, por debajo de la superficie del granulado.

7. Procedimiento conforme a una de las Reivindicaciones 1 a 6, **caracterizado porque** en la etapa (1) se insertan vapor de agua, nitrógeno o mezclas de ellos como medio de secado y en la etapa (2) nitrógeno con una proporción de vapor de agua del 0 al 90% en peso como medio de extracción.

8. Procedimiento conforme a la Reivindicación 7, **caracterizado porque** el medio de extracción que abandona la columna se somete en la etapa (2) a una depuración gaseosa a una temperatura inferior a 60℃ y entonces se recicla al procedimiento.

9. Procedimiento conforme a una de las Reivindicaciones 1 a 8, **caracterizado porque** en la etapa (2) se sustituye del 0,1 al 10 % en peso del medio de extracción que abandona la columna por medio de extracción fresco y se retorna al procedimiento la parte restante del medio de extracción tras una depuración gaseosa.

10. Procedimiento conforme a una de las Reivindicaciones 1 a 9, **caracterizado porque** en la etapa (2) se introducen al menos 0,5 kg de gas inerte por kg de poliamida en la columna.

11. Procedimiento conforme a una de las Reivindicaciones 1 a 10, **caracterizado porque** la etapa (1) se efectúa en un secador de columna, secador de lecho fluidizado o secador de lecho fluidizado/pulsante.