

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 664 894**

51 Int. Cl.:

**C08G 69/46** (2006.01)

**C08G 69/30** (2006.01)

**C08G 69/06** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **05.06.2012 E 12170778 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **03.01.2018 EP 2671902**

54 Título: **Acondicionamiento de poliamidas**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**23.04.2018**

73 Titular/es:  
**POLYMETRIX AG (100.0%)**  
**Sandackerstrasse 24**  
**9245 Oberbüren, CH**

72 Inventor/es:  
**CHRISTEL, ANDREAS y**  
**CULBERT, BRENT ALLAN**

74 Agente/Representante:  
**CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel**

**ES 2 664 894 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

Acondicionamiento de poliamidas

La presente invención se relaciona con un procedimiento para el tratamiento térmico de poliamidas.

5 Las poliamidas se usan ampliamente debido a su resistencia química y a sus ventajosas propiedades materiales, por ejemplo, como fibras o para la producción de tuberías y contenedores. Habitualmente, las poliamidas se preparan mediante policondensación en estado fundido a partir de los monómeros correspondientes. De esta manera, sin embargo, sólo pueden sintetizarse poliamidas con un peso molecular específico, pues con el aumento del peso molecular de la poliamida en la masa fundida aumenta simultáneamente la descomposición térmica del producto en la masa fundida. Con el fin de obtener poliamidas con mayores pesos moleculares, un granulado de polímero  
10 fabricado por policondensación en estado fundido se somete a una condensación ulterior en fase sólida ((también conocida como reacción de SSP o policondensación en estado sólido – del inglés solid state policondensation)).

15 La reacción de SSP para policondensados como poliésteres o poliamidas se conoce bien (véase, por ejemplo, Scheirs/Long (Ed.): Poliésteres modernos, Wiley 2003, especialmente las págs. 143-244; DE 195 10 698 A1; EP 1 981 931 B1; WO 03/062302 A1; US 5,597,888; WO 01/39947 A1). En este contexto, el granulado de polímero se calienta a una correspondiente temperatura inferior a su punto de fusión y el equilibrio de la reacción se desplaza eliminando los subproductos (por ejemplo, con la ayuda de un gas de proceso que atraviesa el granulado a contracorriente) hacia el lado de las poliamidas con mayor peso molecular.

20 Los intentos de optimizar la reacción de SSP para las poliamidas se describen en la literatura. Por ejemplo, en la EP 1 981 931 B1 se propone un procedimiento, con el que deberían reducirse los tiempos de permanencia del granulado de poliamida en el reactor de SSP hasta alcanzar el peso molecular deseado, así como la cantidad de subproducto (por ejemplo, monómeros y oligómeros) en el producto. El granulado se somete en este contexto a un tratamiento en dos etapas. Ambas etapas de tratamiento se distinguen en lo que respecta al contenido en humedad del gas de proceso empleado (que en el primer paso puede ser vapor de agua puro), así como en lo que se refiere a las temperaturas de reacción y los tiempos de permanencia. En la primera etapa debería lograrse, con un gas de  
25 proceso húmedo, una separación eficiente de los subproductos no deseados, como los oligómeros, mientras que en la segunda etapa se trabaja con un gas de proceso comparativamente seco, para obtener un aumento lo más alto posible del peso molecular.

30 Desfavorable en este procedimiento es el tiempo de permanencia aún largo, que en los ejemplos de la EP 1 981 931 B1 asciende siempre aún a lo largo de ambas etapas a 20-30 h. Cuando el procedimiento conforme a la EP 1 981 931 B1 se lleva a cabo en continuo, se precisan grandes acondicionadores.

35 En la EP 2 297 228 B1 se describe un procedimiento continuo para el secado multietapa y condensación ulterior de granulados de poliamida. El procedimiento se caracteriza porque, en la etapa de condensación ulterior, el gas de proceso se alimenta por al menos dos puntos a lo largo de la cuba del reactor (por el fondo y en la mitad superior por debajo de la superficie del granulado). Este procedimiento es comparativamente complejo y requiere el empleo de una gran cantidad de gas de proceso. El granulado de poliamida se introduce en la etapa de secado previo con una temperatura de al menos 70°C. Los problemas que aparecen a bajas temperaturas del granulado, así como la necesidad de un secado eficiente del granulado de poliamida en la etapa de secado, no se reconocen en este documento.

40 En la US-4,891,420 A hay un procedimiento para el recocido de un granulado. Un procedimiento para el secado eficiente de una poliamida a un contenido en humedad de como máximo un 1% en peso y las ventajas asociadas a ello no se describen en este documento.

45 Era un objeto de la presente invención superar los inconvenientes antes descritos del estado de la técnica y proporcionar un procedimiento para el acondicionamiento de poliamidas, con el que pueda elevarse eficientemente el peso molecular de la poliamida, independientemente de su temperatura, en un reactor comparativamente pequeño, en una reacción de SSP, en comparativamente menos tiempo, a un valor deseado.

50 Conforme a la invención, el anterior objeto se resuelve elevando la velocidad (pero no la cantidad total) del gas de proceso que atraviesa la cámara de acondicionamiento de acuerdo con los otros parámetros de proceso esenciales ilustrados posteriormente de tal manera que se produzca un secado rápido y eficiente del granulado a un contenido en humedad de como máximo un 1% en peso. Se ha encontrado conforme a la invención que el peso molecular de tal granulado de poliamida secado eficientemente puede aumentarse en una posterior etapa de SSP claramente más rápido que lo descrito en el estado actual de la técnica a un valor deseado, sin que para este propósito sea necesario un aparato particular con varias entradas de gas como el descrito en la EP 2 297 228 B1. Esto puede atribuirse a que el granulado de poliamida introducido en la cámara de reacción de SSP, tratado previamente conforme a la invención, presenta tan poca humedad, que no provoca ninguna caída de temperatura temporal

inducida por la condensación en la cámara de reacción de SSP. Además, la reacción de SSP puede realizarse con significativamente menos gas de proceso que el conocido, por ejemplo, gracias a la EP 2 297 228 B1.

5 Conforme a la invención debería garantizarse, particularmente en el acondicionamiento de granulados de poliamida fríos (es decir, granulados a, por ejemplo, temperatura ambiente), que la temperatura del gas de proceso en el instante de salir de la cámara de acondicionamiento se encuentre por encima del punto de rocío del gas. Se ha encontrado conforme a la invención, que pueden evitarse una separación del condensado del gas de proceso y los picos de presión asociados a ello, así como las distorsiones del espectro del tiempo de permanencia, si el gas de proceso tiene una velocidad tal en el acondicionador (designado en lo que sigue también como primera cámara de reacción), que provoque un aflojamiento del lecho fijo de partículas de poliamida en el reactor. En tales 10 circunstancias, el intercambio de calor entre el gas de proceso y la poliamida es limitado, de modo que el gas del proceso todavía tenga una temperatura superior a su punto de rocío a la salida del reactor. De este modo se previene una condensación indeseable de agua (y monómeros), sin efectos negativos sobre el acondicionamiento y la opcional reacción posterior de SSP. En el estado actual de la técnica no se había reconocido hasta ahora este problema de la condensación del agua contenida en el gas con consecuencias adversas para la etapa de 15 acondicionamiento, que aparece particularmente a bajas temperaturas del polímero.

La presente invención se relaciona, por consiguiente, con un procedimiento continuo para el tratamiento térmico de una poliamida, comprendiendo los pasos de introducir las partículas de poliamida, que tienen un contenido en agua del 5 al 20% en peso, relativo al peso seco de las partículas, en la zona superior de una primera cámara de reacción y descarga de las partículas de poliamida de una zona inferior de la primera cámara de reacción, donde las 20 partículas de poliamida como producto a granel a la salida de la primera cámara de reacción presentan una temperatura en el rango de 100 a 195°C y un contenido en agua de como máximo el 1% en peso, relativo al peso seco del producto a granel, donde las partículas de poliamida durante el descenso gravimétrico a través de la primera cámara de reacción se ponen en contacto a contracorriente con un gas de proceso, que, a la entrada en la primera cámara de reacción, presenta un contenido en agua del 0.8 al 20% en peso, relativo al peso total del gas de proceso, así como una temperatura de 100 a 200 °C, caracterizado porque al menos en la zona inferior de la primera 25 cámara de reacción la razón de la velocidad en tubo vacío del gas de proceso a la velocidad de aflojamiento de las partículas de poliamida se encuentra en el rango de 0,7 a 1.5 y las partículas de poliamida existen, al menos en la zona inferior de la primera cámara de reacción, como lecho aflojado, y porque la razón del flujo másico del gas de proceso  $m_g$  al flujo másico de las partículas de poliamida  $m_p$  se encuentra en el rango de 3,0 a 20,0, preferentemente de 3,8 a 15,0 y de manera especialmente preferente de 4,0 a 10,0, y los anteriores parámetros se seleccionan de tal forma que no se produzca ninguna condensación del gas de proceso en la zona superior de la primera cámara de reacción. 30

La velocidad en tubo vacío  $v_g$  de un gas se define como la velocidad de flujo del gas por área de sección transversal de la cámara de tratamiento:

$$v_g = \frac{V}{A} = \frac{m}{\rho \cdot \pi \cdot r^2}$$

35 Se designa como velocidad de aflojamiento  $V_f$  de las partículas de poliamida la velocidad de flujo, a la que está presente un lecho de partículas de poliamida en la primera cámara de reacción en el estado de empaquetamiento más flojo. Por debajo del punto de aflojamiento está el lecho de partículas de poliamida como lecho fijo. El gas de proceso se desplaza con baja velocidad a través de los huecos del lecho fijo poroso, sin alterar su estructura de empaquetamiento. Si se elevara la velocidad de flujo del gas de proceso, se produciría una creciente fluidización del lecho (es decir, un aflojamiento), hasta que, al alcanzar velocidad de aflojamiento, se obtenga un estado, en el que las partículas del lecho están suspendidas, sin contacto permanente entre ellas, en el gas de proceso. Los detalles de la determinación y cálculo del punto de fluidización y la velocidad de aflojamiento pueden extraerse del Atlas del calor de VDI, 5ª Ed. 1988, capítulo Lf (en lo que se refiere a la determinación por medición de la curva de pérdida de presión particularmente la figura 4). 40 45

Para un producto a granel construido a partir de granulado con un diámetro medio de partícula de 1,4 a 5 mm y una temperatura entre 0 °C y 300 °C, el punto de aflojamiento se alcanza a una velocidad del gas (es decir, la velocidad de aflojamiento) de aproximadamente 0,6 a 2 m/s.

50 Para alcanzar la razón conforme a la invención  $v = v_g / V_f$  de 0,7 a 1,5, al menos en la zona inferior de la primera cámara de reacción, el gas de proceso tiene que tener, por ejemplo, a una velocidad de aflojamiento de 0,6 m/s, por consiguiente, una velocidad en tubo vacío de 0,42 a 0,9 m/s, así como, a una velocidad de aflojamiento de 2 m/s, por consiguiente, una velocidad en tubo vacío de 1,4 a 3 m/s. La velocidad en tubo vacío  $V_g$  en el procedimiento conforme a la invención se encuentra preferentemente en el rango de 0.85 a 1,3.

Conforme a la invención, puede emplearse cualquier poliamida, cuyo peso molecular pueda elevarse en una reacción de SSP. Preferentemente se utiliza un prepolímero de poliamida. Sin embargo, también puede ser un polímero de poliamida con peso molecular ya elevado respecto a un prepolímero de poliamida, por ejemplo, un reciclado, es decir, un polímero reciclado de un proceso de producción o de procesamiento o un polímero recogido tras ser usado por el consumidor y reciclado.

Conforme a la invención pueden utilizarse todos los tipos de poliamidas como poliamidas alifáticas, parcialmente aromáticas o aromáticas, así como copolímeros de estas. Las poliamidas alifáticas pueden prepararse a partir de diaminas alifáticas o cicloalifáticas mediante reacción con ácidos dicarboxílicos alifáticos o cicloalifáticos o a partir de ácidos  $\alpha,\omega$ -aminocarboxílicos alifáticos o lactamas o mezclas de los mismos. Son apropiadas las diaminas (ciclo)alifáticas, por ejemplo, las C2-C15-diaminas lineales, ramificadas o cíclicas como 1,4-butanodiamina, 1,6-hexametilendiamina, 2-metil-1,5-pentametileno-diamina, 1,9-nonanodiamina, 1,11-undecanodiamina, 1,12-dodecanodiamina, 1,3-diaminometilciclohexano, 1,4-diaminometilciclohexano o 1,4-diaminociclohexano.

Son ácidos dicarboxílicos (ciclo)alifáticos apropiados, por ejemplo, los ácidos lineales, ramificados o cíclicos C4-C15-dicarboxílicos como los ácidos adípico, dodecanoico, o p-ciclohexanodicarboxílico.

Son ácidos  $\alpha,\omega$ -aminocarboxílicos alifáticos apropiados, por ejemplo, los ácidos C4-12- $\alpha,\omega$ -aminocarboxílicos como los ácidos aminocáprico o aminoundecanoico.

Lactamas apropiadas son, por ejemplo, caprolactama, caprilolactama o dodecalactama.

Las poliamidas parcialmente aromáticas pueden prepararse a partir de uno de los componentes alifáticos antes descritos y un monómero aromático como una amina aromática como p-fenilendiamina o un ácido dicarboxílico aromático como los ácidos ortoftálico, isoftálico o tereftálico.

Las poliamidas aromáticas pueden prepararse a partir de una combinación de las diaminas aromáticas y los ácidos dicarboxílicos aromáticos anteriores.

Conforme a la invención, son poliamidas apropiadas, por ejemplo: poliamida-4,6, poliamida-6,6, poliamida-6, poliamida-11 o poliamida-12, por nombrar sólo algunas pocas. Conforme a la invención se utiliza preferentemente en el procedimiento reivindicado un prepolímero de poliamida. Se entiende por un prepolímero de poliamida el producto de una policondensación de los monómeros antes descritos, que presente una viscosidad en solución relativa (viscosidad de ácido sulfúrico o SAV) en el rango de 1,7 a 4, preferentemente de 1,7 a 3, de manera especialmente preferente de 1,7 a 2,5. La determinación de la SAV en un 96% de ácido sulfúrico con la ayuda de un viscosímetro Ubbelohde (capilar II) a 25 °C es conocida para el experto y se describe por ejemplo en la DE 195 10 698 (pág. 4, líneas. 50-56), a cuyo correspondiente contenido se hace aquí referencia expresa, o en la norma DIN nº 53 727. La SAV es el cociente de la viscosidad de la disolución de poliamida y de la viscosidad del disolvente y es una medida del peso molecular medio de la poliamida.

Los prepolímeros de poliamida pueden prepararse de manera corriente conocida por el experto, habitualmente por policondensación en masa fundida o alternativamente por policondensación en disolución. Estas reacciones de policondensación son conocidas para el experto y se describen en la literatura (por ejemplo, EP 0 254 367; Bottenbruch/ Binsack (Ed.), termoplásticos de ingeniería, 4. poliamidas, Múnich 1998).

A los polímeros pueden añadirse aditivos. Como aditivos son adecuados, por ejemplo, los catalizadores, colorantes y pigmentos, bloqueadores de radiación UV, auxiliares de procesamiento, estabilizadores, modificadores de la resistencia al impacto, propelentes de tipo químico y físico, materiales de relleno, agentes nucleantes, agentes retardantes de las llamas, plastificantes, partículas de mejora de las propiedades de barrera o mecánicas, cuerpos de refuerzo como esferas o fibras, así como sustancias reactivas como por ejemplo absorbentes de oxígeno, absorbentes de acetaldehído o sustancias elevadoras del peso molecular, etc.

La poliamida se alimenta al procedimiento conforme a la invención en forma de partículas, es decir, como granulado. La producción de granulados se lleva a cabo conforme a la invención preferentemente a partir de una masa fundida de polímero. La producción de una masa fundida de polímero se lleva a cabo por medio de aparatos o reactores conocidos en el estado actual de la técnica. En principio se emplean reactores de polimerización, en los que se preparan los polímeros en fase líquida, como, por ejemplo, reactores de depósito agitado o reactores de disco jaula, o aparatos, en los que se preparan previamente polímeros en masa fundida, tales como extrusoras o amasadoras. La producción de masa fundida de polímero puede ser continua o discontinua. Para el procesamiento posterior se prefieren, sin embargo, los procesos continuos.

En un dispositivo de salida, particularmente una boquilla o placa de boquillas, a partir de la masa fundida de policondensado se forman cordones de policondensado individuales. Para la producción de granulados a partir de los cordones de policondensado pueden usarse las técnicas de granulación conocidas en el estado actual de la

técnica como granulación de hebras, granulación en anillo de agua, granulación subacuática o granulación de la cabeza (granulación de la cara caliente). En este caso, las hebras de policondensado que emergen de los canales de masa fundida se solidifican y se separan en una pluralidad de gránulos individuales, donde la separación puede tener lugar antes o después de la solidificación.

- 5 A pesar del empleo del término "agua" en el nombre de los dispositivos de granulación pueden utilizarse también otros medios líquidos. La separación se lleva a cabo por ejemplo a través de una formación de gota independiente, mediante el empleo de un medio de corte líquido o a través de una separación mecánica, particularmente un corte.

10 Mientras que en la salida de la boquilla se lleva a cabo una formación de gota independiente o forzada por medio de corte, el corte puede realizarse tanto directamente en la salida de la boquilla o sólo tras recorrer una sección de tratamiento. La solidificación de la masa fundida de policondensado se lleva a cabo mediante enfriamiento con la ayuda de uno o de varios fluidos refrigerantes, donde puede tratarse de medios refrigerantes gaseosos (por ejemplo, aire, nitrógeno o CO<sub>2</sub>) o líquidos (por ejemplo, agua o etilenglicol) o una combinación de estos. Conforme a la invención se usa al menos un medio refrigerante líquido. El policondensado, particularmente como cordones de policondensado o como gotas, puede atravesar, por ejemplo, antes de la entrada en el medio refrigerante líquido, un tramo, que contenga un gas de proceso, particularmente aire o agua nebulizada.

15 El tamaño medio de granulado debería estar entre 0.1 mm y 10 mm, preferentemente entre 0.5 mm y 6 mm y particularmente entre 1,4 mm y 5 mm.

Los granulados deberían tener preferentemente una forma de granulado definida como, por ejemplo, cilíndrica, esférica, de gota, esferoidal o una forma de diseño como la propuesta por ejemplo en la EP 0 541 674.

- 20 Los granulados de policondensado se llevan, antes de introducirse en el procedimiento conforme a la invención, a una temperatura, que se encuentre en el rango de 10 °C a 110 °C. Los granulados se llevan preferentemente o bien a temperatura ambiente o a una temperatura de 80-110 °C. Simultáneamente con el ajuste de temperatura, los granulados de policondensado pueden transportarse a otro paso de proceso. En comparación con el procedimiento del estado actual de la técnica, conforme a la invención es posible acondicionar también granulados de poliamida a temperatura ambiente de manera eficiente. Sin embargo, también en el acondicionamiento de granulados de poliamida a mayor temperatura, las ventajas conformes a la invención dan como resultado una posterior condensación ulterior.

30 Tras un enfriamiento, se separa el medio refrigerante de los granulados. Opcionalmente se lleva a cabo otro tratamiento (acondicionamiento) de los granulados en un medio líquido, para lo que puede utilizarse directamente el medio refrigerante u otro fluido. Particularmente, este otro tratamiento del granulado se realiza para eliminar los monómeros y oligómeros de bajo peso molecular, que surgen inevitablemente en la etapa de polimerización por fusión y perjudican a la procesabilidad, así como a las propiedades del granulado. La eliminación de los monómeros y oligómeros se lleva a cabo mediante extracción continua o discontinua con agua caliente (DE A 25 01 348, DE A 27 32 328), mediante destilación al vacío (US 4,376,680) o en corriente de vapor de agua sobrecalentado (EP 0 284 968 B1). Todos estos procedimientos se realizan, por motivos de protección medioambiental y económicos, preferentemente para recuperar y reutilizar el extracto. En vez de agua como fluido de extracción se ha propuesto también el uso de caprolactama (DE A 43 24 616) o de soluciones acuosas de aminonitrilo (WO 99/43407). La extracción se lleva a cabo en una o varias etapas en una torre de extracción durante varias horas. Estas torres y procedimientos de extracción se conocen bien del estado actual de la técnica. Para ejemplificar, se hace referencia a la WO 99/43407, a cuyo contenido a este respecto se hace aquí referencia. La separación de los granulados de un medio refrigerante líquido se lleva a cabo por medio de dispositivos de separación conocidos en el estado actual de la técnica. Además, pueden ser únicamente dispositivos de separación pasivos como, por ejemplo, rejillas o parrillas, a través de las que pueda pasar el medio refrigerante, pero no el granulado. Habitualmente se usan, sin embargo, dispositivos de separación activos, al menos para una parte de la separación, donde la separación se lleva a cabo, por ejemplo, debido a un flujo de gas, a una fuerza centrífuga o a un impacto. Tales dispositivos se conocen por ejemplo como dispositivos de succión, secadores de impacto o secadores centrífugos. Asimismo, una parte de la separación puede realizarse por medio de una corriente de gas insaturada, opcionalmente calentada mediante evaporación del medio refrigerante.

- 50 Tras la separación de los granulados de policondensado del medio refrigerante líquido puede realizarse una transferencia directa a la siguiente primera cámara de reacción. Sin embargo, los granulados de policondensado pueden hacerse pasar opcionalmente también a través de una línea de transporte.

Antes de la entrada en la primera cámara de reacción (acondicionador), las partículas tienen

- un contenido en agua del 5 a 20% en peso, preferentemente del 9 a 16% en peso, relativo al peso seco de las partículas;

- un contenido en monómeros de hasta un 15% en peso, preferentemente de hasta un 5% en peso y de manera especialmente preferente del 0,3 al 3% en peso, relativo al peso seco de las partículas;

- una viscosidad en solución relativa (viscosidad de ácido sulfúrico o SAV) en el rango de 1,7 a 4, preferentemente de 1,7 a 3, de manera especialmente preferente de 1,7 a 2,5.

5 La primera cámara de reacción (acondicionador) del dispositivo conforme a la invención está rodeada por una carcasa. La sección transversal horizontal de la primera cámara de reacción puede tener cualquier forma. Conforme a la invención se prefiere una forma redonda o rectangular. La primera cámara de reacción está dispuesta esencialmente vertical, de forma que las partículas atraviesen la cámara bajo la influencia de la gravedad desde arriba hacia abajo. Es importante lograr un flujo de producto uniforme.

10 La primera cámara de reacción (acondicionador) del dispositivo conforme a la invención está limitada lateralmente por una camisa. La pared de esta camisa puede consistir además en segmentos cónicos o cilíndricos o una combinación de los mismos. La distribución de velocidades del gas de proceso que atraviesa a contracorriente las partículas puede verse influida por la altura de la primera cámara de reacción. Una expansión en el área del techo permite por lo tanto una reducción en la velocidad del gas, que reduce o evita la descarga del material de poliamida  
15 presente como material a granel. Un estrechamiento en la zona del techo permite, por otro lado, un aumento de la velocidad del gas, lo que conlleva una turbulencia más fuerte del material y, por consiguiente, una reducción o prevención de la adherencia de las partículas.

En el interior de la primera cámara de reacción puede disponerse al menos un cuerpo de desplazamiento, que no es  
20 atravesado por el material a granel y, por consiguiente, reduce la primera cámara de reacción. Estos cuerpos de desplazamiento pueden utilizarse, por ejemplo, para pasar el gas de proceso, para adaptar el área de sección transversal libre o para mejorar el flujo del material a granel. Además, la primera cámara de reacción puede subdividirse en varias cámaras empleando paredes separadoras, es concebible una distribución del producto en varias cámaras al mismo tiempo o de una cámara a la siguiente. Al menos una cámara de este modo de operación  
25 forma en este contexto la primera cámara de reacción conforme a la invención con las propiedades aquí descritas. La separación en cámaras puede extenderse a lo largo de toda la altura de la primera cámara de reacción, a lo largo de la altura cubierta por material a granel o sólo a lo largo de una parte de la altura de la primera cámara de reacción cubierta por material a granel. Las cámaras anteriormente descritas pueden alimentarse u operarse individualmente o conjuntamente con distribuciones periféricas como el dispositivo de descarga para el gas de proceso, el dispositivo de descarga, calentadores, ventiladores, etc.

30 La primera cámara de reacción comprende al menos una abertura de llenado para introducir el material de poliamida a tratar, que se halla preferentemente en la zona del techo de la primera cámara de reacción. En este contexto, puede ser, por ejemplo, una abertura de la carcasa o una salida de un tubo guiado en la primera cámara de reacción. Para distribuir el material a introducir puede segmentarse la abertura de llenado o puede haber varias aberturas de llenado, que preferentemente reciben una proporción uniforme de material a través de una pieza de  
35 distribución.

La primera cámara de reacción está delimitada hacia abajo por un suelo, que puede estar diseñado plano o saliendo de forma cónica. La primera cámara de reacción presenta al menos una abertura de descarga, que está dispuesta habitualmente en la zona del suelo de la cámara de reacción y es, por ejemplo, una abertura de la carcasa o una  
40 entrada de tubo. Conforme a la invención, el material acondicionado se alimenta preferentemente a la abertura de descarga a través de una zona cónica, donde el ángulo del cono de descarga así formado asciende preferentemente a de 30 a 50°. También pueden proporcionarse dispositivos de descarga mecánica como, por ejemplo, un husillo.

En la zona del suelo de la primera cámara de reacción hay al menos un dispositivo de alimentación para el gas de proceso, que presenta aberturas de salida, a través de las que el gas de proceso circula desde abajo en la primera cámara de reacción. En este contexto pueden ser líneas de alimentación. Se debe garantizar una distribución  
45 suficientemente uniforme del gas de proceso. Se prefiere una pluralidad de líneas con aberturas de salida, a través de las que el gas de proceso se distribuya a lo largo de la sección transversal de la primera cámara de reacción. El dispositivo de alimentación está habitualmente conectado directa o indirectamente con líneas y canales, mediante los que se crea una conexión con los dispositivos para el tratamiento previo del gas de proceso como dispositivos de compactación (ventiladores, sopladores, etc.), intercambiadores de calor o dispositivos de limpieza (como filtros, depuradores, etc.). Conforme a un modo de operación alternativo de la presente invención puede preverse al menos  
50 una entrada adicional del gas a media altura de la primera cámara de reacción.

El gas de reacción circula a contracorriente respecto del material a granel desde abajo hacia arriba a través de la primera cámara de reacción y la abandona a través de aberturas de salida dispuestas en la zona del techo de la primera cámara de reacción. Las aberturas de salida pueden ser líneas de extracción. En las líneas de extracción  
55 puede haber dispositivos, que permitan el paso del gas de proceso, pero dificulten o eviten el paso del producto a granel, por ejemplo, un separador en zigzag. La abertura de salida está habitualmente conectada asimismo directa o indirectamente con líneas y canales, mediante los que se crea una conexión con los dispositivos para el tratamiento

previo del gas de proceso como dispositivos de compactación (ventiladores, sopladores, etc.), intercambiadores de calor o dispositivos de limpieza (como filtros, depuradores, etc.). Entre los dispositivos de suministro y descarga del gas de proceso hay preferentemente un circuito cerrado. Este circuito sirve especialmente para la limpieza del gas de proceso y su re-temperado a la temperatura inicial descrita a continuación.

- 5 Conforme a la invención, la primera cámara de reacción presenta preferentemente una estructura plana, donde la altura (H) de la primera cámara de reacción y la superficie de la sección transversal (A) en la zona del fondo (en caso de salida cónica, la superficie de sección transversal aún no estrechada) forman una razón  $V=H^2/A$ , donde V es menor que 4, preferentemente menor que 2.

10 El gas de proceso es conforme a la invención preferentemente nitrógeno, que a la entrada en la primera cámara de reacción presenta un contenido en humedad del 0,8 al 20% en peso de agua (correspondiente a un punto de rocío de 10 a 70 °C), preferentemente del 0,8 al 13% en peso de agua (correspondiente a un punto de rocío de 10 a 60 °C), y más preferentemente del 1,4 al 7,8% en peso de agua (correspondiente a un punto de rocío de 20 a 50 °C). El gas de proceso posee a la entrada en la primera cámara de reacción preferentemente una temperatura de 100 a 200 °C. Conforme a la invención, se introduce una cantidad tal de gas de proceso en la primera cámara de reacción, que la razón de cantidad de gas de proceso (mg) a cantidad de material a granel en la primera cámara de reacción (mp) 15 mg/mp se encuentre en el rango de 3,0 a 20,0, preferentemente de 3,8 a 15,0 y de manera especialmente preferente de 4,0 a 10,0. El gas de proceso tiene preferentemente un contenido en oxígeno de como máximo 20 ppm.

20 Es esencial conforme a la invención, que el gas de proceso entre con una velocidad suficiente en la primera cámara de reacción. Conforme a la invención es esencial, que al menos en la zona inferior de la primera cámara de reacción la razón de la velocidad en tubo vacío del gas de proceso a la velocidad de aflojamiento de las partículas de poliamida se encuentre en el rango de 0,7 a 1.5 y las partículas de poliamida existan, al menos en la zona inferior de la primera cámara de reacción, como lecho aflojado. Esto ya se ha demostrado en detalle anteriormente.

25 Los valores a establecer conforme a la invención (temperatura del granulado, contenido en humedad del gas de proceso, razón mg/mp, razón  $v_g/v_i$ ) dependen unos de otros. Si se utilizara, por ejemplo, un granulado de poliamida a una baja temperatura (por ejemplo, temperatura ambiente) en combinación con un gas de proceso con mayor contenido en humedad, tendría que emplearse correspondientemente una mayor cantidad de gas de proceso, así como elevarse su velocidad en tubo vacío, para evitar una condensación del gas de proceso en la zona superior de la primera cámara de reacción. Esto se muestra en los siguientes ejemplos y ejemplos comparativos 1 a 3. El experto puede determinar sin la menor dificultad, en base a su capacidad de rutina, los parámetros a establecer en 30 cada caso dentro de los intervalos conformes a la invención.

35 Conforme a un modo de operación preferido de la presente invención, en la zona superior de la primera cámara de reacción se ajusta además una razón de la velocidad en tubo vacío del gas de proceso a la velocidad de aflojamiento de las partículas de poliamida en el rango de 1,2 a 4, preferentemente de 1,5 a 3, de forma que las partículas de poliamida se fluidicen al menos en la zona superior de la primera cámara de reacción. Esto puede lograrse proporcionando elementos de almacenamiento conocidos en la zona superior de la primera cámara de reacción. Por zona superior de la primera cámara de reacción debería entenderse aquí la zona de la primera cámara de reacción, que, en el caso de una división intelectual de la primera cámara de reacción en dos secciones iguales, esté situada en la superior de estas dos secciones. Por zona inferior de la primera cámara de reacción debería entenderse aquí de manera análoga la zona de la primera cámara de reacción, que, en el caso de una división 40 intelectual de la primera cámara de reacción en dos secciones igual de grandes, esté situada en la inferior de estas dos secciones.

45 Mediante esta alta velocidad del gas, en cooperación con los otros parámetros aquí discutidos en la primera cámara de reacción (contenido en humedad del gas de proceso, temperatura del granulado, razón mg/mp) se asegura, que el gas de proceso a la salida de la primera cámara de reacción presente aún una temperatura superior a su punto de rocío. Conforme a la invención, el gas de proceso tiene preferentemente, al salir de la primera cámara de reacción, una temperatura de al menos 10 °C por encima del punto de rocío del gas.

50 Conforme a la invención se hacen pasar de 100 a 12000 kg de producto a granel por hora a través de la primera cámara de reacción. El producto a granel tiene en la primera cámara de reacción preferentemente un tiempo de permanencia de 0,2 a 5 h, de manera especialmente preferente de 0,5 a 3 h. A la salida de la primera cámara de reacción, el producto a granel tiene una temperatura en el rango de 100 a 195 °C, preferentemente de 120 a 190 °C, así como un contenido en agua de como máximo un 1% en peso, relativo al peso seco del producto a granel. El material presenta en esta posición un contenido en monómeros de hasta un 5% en peso, relativo al peso seco del producto a granel. La viscosidad en solución relativa (SAV) del producto a granel al salir de la primera cámara de reacción se encuentra en el rango de 2 a 6, preferentemente de 2,3 a 4.

55 Con el procedimiento conforme a la invención es posible acondicionar tanto poliamida caliente con una temperatura de 60 a aproximadamente 110 °C a la entrada en la primera cámara de reacción como también poliamida fría con una temperatura de 0 a aproximadamente 60 °C, preferentemente de 15 a 40 °C, a la entrada en la primera cámara

de reacción, sin que se produzca una perjudicial condensación de agua del gas de proceso. Una separación del condensado del gas de proceso tendría como consecuencia picos de presión, así como distorsiones del espectro del tiempo de permanencia, pues el flujo de producto y de gas quedarían afectados negativamente y se generaría una mayor pérdida de presión del gas. El procedimiento conforme a la invención se caracteriza porque puede hacerse pasar una cantidad comparativamente grande de gas de proceso a través de la primera cámara de reacción, sin que se produzca aquí una pérdida de presión notable. En el procedimiento conforme a la invención se produce preferentemente una pérdida de presión de menos de 150 mbar, preferentemente de menos de 100 mbar.

El procedimiento para el tratamiento de poliamida anteriormente descrito puede llevarse a cabo en solitario. Conforme a la invención, sin embargo, se le une un paso para el aumento del peso molecular de la poliamida (reacción de SSP).

Aunque en principio sería posible llevar a cabo ambos pasos en diferentes secciones separadas del mismo dispositivo (es decir, ambas cámaras de reacción estarían en un único dispositivo), conforme a la invención se prefiere realizar la segunda etapa del procedimiento en un dispositivo separado. La poliamida puede transferirse en este contexto sin propulsión (es decir, exclusivamente con la ayuda de la gravedad) a través de un bajante a la segunda cámara de reacción. Conforme a un modo de operación alternativo, la poliamida, tras salir de la primera cámara de reacción, puede transferirse a la segunda cámara de reacción por vía mecánica por medio de dispositivos propulsores apropiados (por ejemplo, con la ayuda de una cinta transportadora). Conforme a otra variante conforme a la invención, la propulsión puede realizarse también con la ayuda de un gas propelente. Estas variantes son conocidas para el experto del ámbito de la reacción de SSP (por ejemplo, propulsión desde un cristizador a un reactor de SSP) y no han de describirse aquí más a fondo.

Antes de la entrada en la segunda cámara de reacción, si fuera necesario, el material de poliamida puede calentarse y/o desempolvarse en dispositivos adicionales. Los sistemas de calentamiento y desempolvado son bien conocidos por los expertos en la técnica (por ejemplo, WO 2010/094807) y no han de describirse aquí más a fondo.

Al entrar en la segunda cámara de reacción, el material de poliamida tiene una temperatura en el rango de 100 a 195°C, preferentemente de 120 a 190 °C, así como un contenido en agua de como máximo un 1% en peso, relativo al peso seco del producto a granel. El material presenta en esta posición un contenido en monómeros de hasta el 5% en peso, relativo al peso seco del producto a granel. La viscosidad en solución relativa (SAV) del producto a granel al salir de la primera cámara de reacción se encuentra en el rango de 2 a 6, preferentemente de 2,3 a 4.

La segunda cámara de reacción está en un dispositivo, como el usado habitualmente para la implementación de la reacción de SSP (para poliésteres o poliamidas). Estos dispositivos se conocen (por ejemplo, DE 10 2005 025 972 A1) y no han de describirse aquí más a fondo.

El material de poliamida atraviesa la segunda cámara de reacción verticalmente de arriba hacia abajo. Conforme a la invención se pasan de 100 a 12000 kg de producto a granel por hora a través de la segunda cámara de reacción. Dentro de la segunda cámara de reacción, el material de poliamida se encuentra como lecho fijo y tiene un tiempo de permanencia de 2 a 30 h, preferentemente de 4 a 20 h, en función de las condiciones de reacción en la segunda cámara de reacción y del peso molecular deseado. Conforme a la invención se prefiere la implementación de la reacción de SSP, hasta que el peso molecular de la poliamida haya aumentado a una viscosidad en solución relativa (SAV) de 2 a 6, preferentemente de 2,3 a 4,0, donde sin embargo se ha obtenido al menos un aumento de la SAV en un valor de más de 0,2, particularmente de más de 0.5.

En la segunda cámara de reacción se trata la poliamida de manera conocida mediante gas de proceso a contracorriente. Conforme a la presente invención, el gas de proceso tiene, al entrar en la zona del fondo de la segunda cámara de reacción, una temperatura de 10 a 200 °C, preferentemente de 20 a 195 °C. Conforme a la invención se prefiere emplear nitrógeno como gas de proceso con un contenido en humedad de como máximo un 10% en peso de agua, relativo al peso total del gas de proceso. Por consiguiente, el gas de proceso presenta a la entrada en la segunda cámara de reacción un punto de rocío de -60 a +50 °C. Preferentemente se conduce una cantidad tal de gas de proceso en la segunda cámara de reacción, que la razón de cantidad de gas de proceso (mg) respecto a la cantidad de material a granel (mp) mg/mp en la segunda cámara de reacción se encuentre en el rango de 0,05 a 4,0, preferentemente por debajo de 1,5, de manera especialmente preferente por debajo de 1.

La segunda cámara de reacción puede calentarse, según un modo de operación alternativo conforme a la invención, con la ayuda de un dispositivo calefactor conocido a una determinada temperatura, para reforzar el proceso de condensación ulterior.

El gas de proceso atraviesa la segunda cámara de reacción preferentemente con una velocidad de 0,05 a 0,7 m/s.

El gas de proceso abandona la segunda cámara de reacción en su zona del techo. En esta posición tiene una temperatura de 10 a 200 °C, preferentemente de 50 a 195°C. El contenido en agua del gas de proceso asciende en



esta posición a del 0,8 al 20% en peso, relativo al peso total del gas de proceso, correspondiente a un punto de rocío de 10 a 70 °C. Este gas de proceso se limpia, seca y regenera (templa) de manera conocida y puede utilizarse asimismo de manera conocida como gas de proceso en la primera cámara de reacción.

5 Se ha comprobado sorprendentemente, que un granulado de poliamida acondicionado conforme a la invención puede someterse de manera favorable a una condensación posterior. El granulado de poliamida acondicionado conforme a la invención presenta particularmente un contenido en humedad tan bajo (como máximo un 1% en peso, relativo al peso seco del producto a granel), que, a la entrada en la segunda cámara de reacción, en la que se verifica la condensación posterior, no provoque un enfriamiento del granulado provocado por la evaporación. El  
10 granulado de poliamida acondicionado conforme a la invención conserva más bien sustancialmente su temperatura de la etapa de acondicionamiento y puede calentarse más rápido a la temperatura de condensación posterior. En general, para un granulado de poliamida acondicionado conforme a la invención se logra un tiempo de permanencia claramente reducido en la segunda cámara de reacción, hasta alcanzar el punto final deseado (valor de la SAV o contenido en agua de la poliamida). Esto se muestra a continuación en los ejemplos y ejemplos comparativos 6 a 10.

15 Particularmente no es tampoco necesario conforme a la invención, debido al acondicionamiento favorable del granulado de poliamida, conducir el gas de proceso por varios puntos en la segunda cámara de reacción. De este modo se origina en técnica de aparatos y de procesos una considerable simplificación respecto de las enseñanzas de la EP 2 297 228 B1.

20 A la salida de la segunda cámara de reacción, el producto tiene habitualmente una temperatura en el rango de 60 a 195°C, preferentemente de 100 a 190 °C, un contenido en agua de como máximo un 0,5% en peso, preferentemente del 0,01 al 0,2% en peso, particularmente menos del 0,1% en peso, relativo al peso seco del material, así como un contenido en monómeros de como máximo un 1,5% en peso, preferentemente del 0,1 al 1,3% en peso, relativo al peso seco del material. El material puede tratarse, cuando sea necesario, de manera conocida, por ejemplo, enfriarse en un dispositivo de refrigeración a de 20 a 120 °C, preferentemente de 30 a 60 °C, u opcionalmente también seguirse procesando directamente para dar un producto deseado.

25 La presente invención se describe a continuación más a fondo en base a ejemplos y figuras no limitantes. Muestra:

Fig. 1 una representación esquemática de un dispositivo utilizable conforme a la invención para acondicionar poliamidas.

30 En la Fig. 1 se muestra un dispositivo utilizable conforme a la invención para acondicionar poliamidas. El granulado de poliamida (P) circula, tal y como se indica en la Fig. 1 con las flechas de trazo continuo, a través de un aparato a contracorriente (1), que corresponde a la primera cámara de reacción conforme a la invención y en el que se lleva a cabo un tratamiento térmico (secado) de la poliamida. Para este propósito, se trata la poliamida (P) en el aparato a contracorriente (1) con un gas de proceso (G), que se guía opuestamente a la dirección de flujo de la poliamida (P) a través del aparato a contracorriente (1). La dirección de flujo del gas de proceso (G) se sugiere en la Fig. 1 mediante  
35 líneas discontinuas. El gas de proceso (G) entra por el extremo inferior del aparato a contracorriente (1) y abandona el aparato a contracorriente (1) por su extremo superior. A continuación, se recicla preferentemente el gas de proceso (G), tal y como se muestra en la Fig. 1, conduciéndolo a través de un separador de polvo (3) (por ejemplo, un filtro o separador ciclónico). Antes de la entrada en el aparato a contracorriente (1), se lleva el gas de proceso (G) con la ayuda de una unidad de templado (4), por ejemplo, un calentador de vapor, calentador de HTM o un dispositivo calefactor eléctrico, a la temperatura deseada, antes de que el gas de proceso (G) se conduzca de nuevo  
40 al aparato a contracorriente (1).

45 Los aparatos a contracorriente se conocen bien y no necesitan describirse aquí más a fondo. Conforme a la presente invención, en vez de un aparato a contracorriente, puede utilizarse también otro dispositivo de secado, por ejemplo, un aparato de lecho fluidizado, que es atravesado horizontalmente por el granulado de poliamida. El gas de proceso se conduce en el aparato de lecho fluidizado típicamente en flujo cruzado respecto a la poliamida a través del fondo del aparato de lecho fluidizado.

La poliamida (P), tras salir de la unidad de secado, preferentemente del aparato a contracorriente (1), se conduce a un secador de cuba (2). En el secador de cuba (2) tiene lugar otro tratamiento térmico para aumentar el peso molecular de la poliamida. La poliamida (P) atraviesa el secador de cuba (2) desde arriba hacia abajo. A través del  
50 secador de cuba (2) se guía a contracorriente gas de proceso (G). El gas de proceso entra en el secador de cuba (2), en el dispositivo conforme a la invención, sólo a través de un tubo de entrada dispuesto por el extremo inferior del secador de cuba (2) y lo abandona por su extremo superior. A continuación, el gas de proceso (G) preferentemente se recicla, tal y como se muestra en la Fig. 1, conduciéndolo a través de un separador de polvo (3) (por ejemplo, usando un filtro o separador ciclónico). El gas de proceso (G) se conduce antes de la entrada en el secador de cuba (2) además a través de un refrigerador/separador de agua (5), donde se temple, se seca y se limpia mediante lavado. A continuación, el gas de proceso (G) se conduce preferentemente a través de un separador de  
55 polvo adicional (3) y con la ayuda de una unidad de templado (4), por ejemplo, un calentador de vapor, calentador de

HTM o un dispositivo calefactor eléctrico, se lleva a la temperatura deseada, antes de llevar el gas de proceso (G) de nuevo al secador de cuba (2).

Los secadores de cuba se conocen bien y no necesitan describirse aquí más a fondo. La presente invención no se limita al aparato mostrado en la Fig. 1. También pueden utilizarse otros dispositivos comunes conocidos por el experto.

#### Ejemplo 1:

En un secador a contracorriente con una sección transversal (A) de 0,26 m<sup>2</sup> y una altura de capa de producto (H) de 0,9 m ( $V=H^2/A=3,1$ ) se dosificó granulado de poliamida 6 con una SAV de 2.3, así como una humedad (contenido en agua) del 15,5% en peso a un rendimiento de 108 kg/h (base seca) y con una temperatura de 20°C desde arriba y se desplazó verticalmente desde arriba hacia abajo por influencia de la gravedad. 520 de nitrógeno (a 0 °C y 1 bar) con una temperatura de 165 °C y un contenido en agua del 4,9% en peso (punto de rocío 40 °C) se introdujeron por abajo a través de una serie de canales, que proporcionan una distribución uniforme del gas, y atravesaron el secador desde abajo hacia arriba, es decir a contracorriente respecto al granulado. El tiempo de permanencia del granulado en el secador alcanzó 1,4 h. El granulado fluyó libremente y abandonó el secador con casi la temperatura de entrada del gas de 165 °C, una SAV de 2,4, así como una humedad final (contenido en agua) del 0,30% en peso. El gas tuvo a la salida de la zona superior del secador una temperatura de salida de 57 °C y un contenido en agua del 7,3% en peso (punto de rocío 47 °C). La velocidad en tubo vacío del gas en el secador alcanzó 0.89 m/s a 160 °C (entrada del gas) y 0.66 m/s a 50 °C (salida del gas). El granulado empezó a fluidizarse ligeramente a 530 m<sup>3</sup>/h en el secador, lo que era equivalente a alcanzar la velocidad de aflojamiento. La razón de la velocidad en tubo vacío a la velocidad de aflojamiento alcanzó 0.98. La pérdida de presión a lo largo de todo el aparato a contracorriente alcanzó de 63 a 68 mbar.

#### Ejemplo 2:

De manera análoga al procedimiento conforme al Ejemplo 1 se dosificó granulado de poliamida 6 con una SAV de 2.3, así como una humedad (contenido en agua) del 15,5% en peso a un rendimiento de 96 kg/h (base seca) y con una temperatura de 20 °C desde arriba al secador y se desplazó verticalmente desde arriba hacia abajo por influencia de la gravedad. 480 m<sup>3</sup>/h de nitrógeno (a 0 °C y 1 bar) con una temperatura de 155°C y un contenido en agua del 10.8% en peso (punto de rocío 54 °C) atravesaron el secador a contracorriente respecto al granulado. El tiempo de permanencia del granulado en el secador alcanzó 1,6 h. El granulado no fluyó libremente en la primera mitad del secador, pues en estas condiciones se produjo ya una ligera condensación de agua en la superficie del granulado. A pesar de ello, el granulado abandonó el secador con casi la temperatura de entrada del gas de 155 °C, una SAV de 2,5 y una humedad final (contenido en agua) del 0,40% en peso. El gas tenía a la salida de la zona superior del secador una temperatura de salida de 55 °C y un contenido en agua del 13,1% en peso (punto de rocío 57 °C). La velocidad en tubo vacío del gas en el secador alcanzó 0.80 m/s a 155°C (entrada del gas) y 0.62 m/s a 55 °C (salida del gas). La razón de la velocidad en tubo vacío a la velocidad de aflojamiento alcanzó 0.91. La pérdida de presión a lo largo de todo el aparato a contracorriente alcanzó de 62 a 67 mbar.

#### Ejemplo 3 (comparativo):

De manera análoga al procedimiento conforme al Ejemplo 1 se dosificó granulado de poliamida 6 con una SAV de 2.3, así como una humedad (contenido en agua) del 15,5% en peso a un rendimiento de 108 kg/h (base seca) y con una temperatura de 20°C desde arriba al secador y se desplazó verticalmente desde arriba hacia abajo por influencia de la gravedad. 480 m<sup>3</sup>/h de nitrógeno (a 0 °C y 1 bar) con una temperatura de 155°C y un contenido en agua del 10.8% en peso (punto de rocío 54 °C) atravesaron el secador a contracorriente respecto al granulado. El tiempo de permanencia del granulado en el secador alcanzó 1,4 h. El granulado no fluyó libremente en la primera mitad del secador, pues se produjo una condensación significativa de agua en la superficie del granulado. El ensayo tuvo que detenerse. El gas tenía una temperatura de salida de 50°C y un contenido en agua estimado de aproximadamente un 11,4% en peso (punto de rocío 55 °C). La velocidad en tubo vacío del gas en el secador alcanzó 0.80 m/s a 155°C (entrada del gas) y 0.62 m/s a 50°C (salida del gas). La razón de la velocidad en tubo vacío a la velocidad de aflojamiento alcanzó 0.91.

Se reconoce en base a este Ejemplo, que, al acondicionar un granulado de poliamida presente a temperatura ambiente, de una humedad (contenido en agua) del gas de más del 10% en peso y a una razón mg/mp de menos de 6, la razón de velocidad en tubo vacío a velocidad de aflojamiento ( $V_g/V_i$ ) no puede encontrarse por debajo de 1, debería evitarse una condensación del gas de proceso en la primera cámara de reacción.

#### Ejemplo 4 (comparativo):

En un secador de lecho fluidizado con pulsador, una sección transversal de 0,3 m<sup>2</sup> y una altura de capa de producto de hasta 0,2 m se dosificó granulado de poliamida 6 con una SAV de 2.3, así como una humedad (contenido en

agua) del 16% en peso a un rendimiento de 103 kg/h (base seca) y con una temperatura de 20°C. El granulado fluyó en dirección horizontal a lo largo de una placa perforada, a través de la que circuló gas en el secador. La altura de capa se ajustó a la salida del granulado con la ayuda de una placa de ajuste. El pulsador condujo el gas alternativamente a través de dos mitades de la placa perforada, por lo cual se ajustó en la zona atravesada por el gas una velocidad del gas, que conllevaba la turbulencia del granulado. 810m<sup>3</sup>/h (a 0 °C y 1 bar) de nitrógeno con una temperatura de 150 °C y un contenido en agua del 10,8% en peso (punto de rocío 54 °C) circularon a través de la placa perforada y calentaron el granulado. La altura de capa y el tiempo de permanencia alcanzaron 20 cm y 0,33 h, respectivamente. El granulado abandonó el secador con una temperatura de 104 °C y una humedad final (contenido en agua) del 6,4% en peso. La velocidad en tubo vacío del gas en el secador alcanzó 2.32 m/s. La razón de la velocidad en tubo vacío a la velocidad de aflojamiento alcanzó 2.55.

#### **Ejemplo 5 (comparativo):**

De manera análoga al procedimiento conforme al Ejemplo 4 se dosificó granulado de poliamida 6 con una SAV de 2.3, así como una humedad (contenido en agua) del 16% en peso a un rendimiento de 69 kg/h (base seca) y con una temperatura de 20°C. 790 m<sup>3</sup>/h (a 0 °C y 1 bar) de nitrógeno con una temperatura de 170 °C y un contenido en agua del 8,6% en peso (punto de rocío 50°C) circularon a través de la placa perforada y calentaron el granulado. La altura de capa y el tiempo de permanencia alcanzaron 14 cm y 0,33 h, respectivamente. El granulado abandonó el secador con una temperatura de 132 °C y una humedad final (contenido en agua) del 3,2% en peso. La velocidad en tubo vacío del gas en el secador alcanzó 2.37 m/s. La razón de la velocidad en tubo vacío a la velocidad de aflojamiento alcanzó 2.61.

Los ejemplos comparativos 4 y 5 muestran, que a una razón demasiado alta de velocidad en tubo vacío a velocidad de aflojamiento no es posible un secado eficiente del granulado.

#### **Ejemplo 6 (comparativo):**

El granulado de poliamida 6 (SAV de 2.3, humedad del 15% en peso) se secó previamente de manera análoga al anterior Ejemplo 5 y se llevó a una temperatura de 122°C y una humedad del 3,0% en peso. La SAV alcanzó entonces 2,4. A continuación se trató el granulado en un secador de cuba con gas en contracorriente. El secador de cuba tenía un diámetro de 0,43 m, una altura de capa de 4,4 m, y sólo una entrada del gas en la parte inferior del secador de cuba. El granulado entró con un rendimiento de 40kg/h (base seca) en el secador de cuba y se trató ulteriormente con 108 m<sup>3</sup>/h de nitrógeno con una temperatura de 140°C y un contenido en agua del 2,7% en peso (punto de rocío 30°C) durante 12,5h. A la entrada en el secador de cuba, la temperatura del granulado cayó debido a la evaporación del contenido en agua residual a aproximadamente 105°C, antes de que entonces, tras aproximadamente 5,5h, se calentara lentamente de nuevo a la temperatura de entrada del gas de 140°C. La temperatura del producto aumentó, por consiguiente, sólo tras aproximadamente 2,3 m (H/D de 5,4) a una razón de masas de 3,4 a la temperatura de entrada del gas. La caída de temperatura en la cuba ralentiza el aumento de la SAV y el secado. Al salir del secador, el granulado tenía una SAV de 2,6 y una humedad final del 0,06% en peso.

#### **Ejemplo 7 (comparativo):**

De manera análoga al anterior Ejemplo 6 se secó granulado de poliamida 6 (SAV de 2.3, humedad del 15% en peso) de manera análoga al anterior Ejemplo 5 y se llevó a una temperatura de 122°C y una humedad del 4,0% en peso. La SAV alcanzó entonces 2,4. El granulado entró con un rendimiento de 45 kg/h (base seca) en el secador de cuba y se trató ulteriormente con 95 m<sup>3</sup>/h de nitrógeno con una temperatura de 140 °C y un contenido en agua del 2,7% en peso (punto de rocío 30 °C) durante 11 h. A la entrada en el secador de cuba, la temperatura del granulado cayó debido a la evaporación del contenido en agua residual a aproximadamente 68 °C, antes de que entonces tras aproximadamente 9,6 h aumentara lentamente de nuevo a la temperatura de entrada del gas de 140 °C. La temperatura del producto aumentó, por consiguiente, sólo tras aproximadamente 4,6 m (H/D de 11) a una razón de masas de 2,6 a la temperatura de entrada del gas. La caída de temperatura en la cuba ralentiza el aumento de la SAV y el secado. Al salir del secador, el granulado tenía una SAV de 2,5 y una humedad final del 0,07% en peso.

#### **Ejemplo 8:**

El granulado de poliamida 6 se secó previamente de manera análoga al anterior Ejemplo 1 y se llevó a una temperatura de 122 °C y una humedad del 1,0% en peso. El granulado entró con un rendimiento de 40 kg/h (base seca) en el secador de cuba y se trató ulteriormente con 108 m<sup>3</sup>/h de nitrógeno con una temperatura de 140 °C y un contenido en agua del 2,7% en peso (punto de rocío 30 °C) durante 9 h. A la entrada en el secador de cuba cayó la temperatura del granulado debido a la evaporación del contenido en agua residual a aproximadamente 118 °C, antes de que entonces tras aproximadamente 4 h aumentara de nuevo lentamente a la temperatura de entrada del gas de 140 °C. La temperatura del producto aumentó, por consiguiente, sólo tras aproximadamente 1,7m (H/D de 3,9) a una razón de masas de 3,4 a la temperatura de entrada del gas. Al salir del secador, el granulado tenía una humedad final del 0,06% en peso.

Debido al tratamiento previo más eficiente de la poliamida (menor humedad) se produjo un enfriamiento claramente menor del granulado a la entrada en el secador de cuba. El tratamiento ya había concluido, por tanto, tras un tiempo claramente más corto (9 h en vez de 11 h y/o 12.5 h en los ejemplos 6 y 7).

**Ejemplo 9:**

5 El granulado de poliamida 6 se secó previamente de manera análoga al anterior Ejemplo 1 y se llevó a una temperatura de 122 °C y una humedad del 0,5% en peso. El granulado entró con un rendimiento de 40 kg/h (base seca) en el secador de cuba y se trató ulteriormente con 108 m<sup>3</sup>/h de nitrógeno con una temperatura de 140 °C y un contenido en agua del 2,7% en peso (punto de rocío 30 °C) durante 7 h. A la entrada en el secador de cuba no se produjo ninguna caída de temperatura. El granulado se calentó más bien durante un periodo de 2 h a la temperatura de entrada del gas de 140 °C. La temperatura del producto aumentó, por consiguiente, sólo tras aproximadamente 0.8 m (H/D de 2) a una razón de masas de 3,4 a la temperatura de entrada del gas. Al salir del secador, el granulado tenía una humedad final del 0,06% en peso.

Debido al tratamiento previo más eficiente de la poliamida (menor humedad) no se produjo ningún enfriamiento del granulado a la entrada en el secador de cuba. El tratamiento ya había concluido, por tanto, tras un tiempo claramente más corto (7 h en vez de 11 h y/o 12.5 h en los ejemplos 6 y 7).

**Ejemplo 10 (comparativo):**

Granulado de poliamida 6 con un contenido en agua del 12,5% en peso y una temperatura de 95 °C se trató previamente a un rendimiento de 5,3 t/h (base seca) en un lecho fluidizado. El granulado cayó posteriormente con un contenido en agua del 6,0% en peso y una temperatura de 110°C en un secador de cuba. El secador de cuba tenía un diámetro de 4,2 m y dos entradas del gas: una entrada del gas se encontraba 12 m bajo la superficie del lecho de material (H/D=2,85; tiempo de permanencia aproximadamente 20 h). Otra entrada del gas se encontraba en el cono 9 m por debajo del segundo cono (tiempo de permanencia 15h). A través de la entrada superior del gas se introdujeron aproximadamente 200 m<sup>3</sup>/min de N<sub>2</sub> a 120 °C y un contenido en agua de aproximadamente un 3,7% en peso (punto de rocío 35 °C). A través de la segunda entrada, inferior, del gas se introdujeron 70m<sup>3</sup>/min a 120 °C y un contenido en agua de aproximadamente un 0,75% en peso (punto de rocío 10 °C). La pérdida de presión a lo largo del lecho en la parte más alta alcanzó 250mbar y en la parte más baja aproximadamente 50mbar. A la entrada en el secador de cuba, la temperatura del granulado cayó debido a la evaporación del contenido en agua residual, a aproximadamente 60°C, antes de que entonces tras 13 h aumentara de nuevo a la temperatura de entrada del gas de 120 °C. Tras la parte más alta, la humedad del producto alcanzó aproximadamente el 0,14% en peso. Al salir del secador, el granulado tenía una humedad final del 0,05% en peso.

**Ejemplo 11:**

El granulado de poliamida 6 empleado conforme al ejemplo 10 se trató en un aparato a contracorriente con una sección transversal de 14 m<sup>2</sup> y una altura de capa de producto de 1,0m (V= 0,07). El granulado se trató en el aparato a contracorriente con 480 m<sup>3</sup>/min de N<sub>2</sub> con una temperatura de 130°C y un contenido en agua de aproximadamente un 3,7% en peso (punto de rocío 35 °C) a lo largo de un tiempo de permanencia de 1,7 h. La velocidad en tubo vacío alcanzó 0,8 m/s. El granulado abandonó el aparato a contracorriente con una temperatura de casi 130°C y una humedad del 0,75% en peso. La pérdida de presión a lo largo del lecho alcanzó aproximadamente 80 mbar.

A continuación se introdujo el granulado en un secador de cuba de 2,0 m de diámetro, 15 m de altura cilíndrica (tiempo de permanencia 13 h) con una entrada del gas en el cono. El granulado se secó con 32 m<sup>3</sup>/min de N<sub>2</sub> con una temperatura de 120 °C y un contenido en agua de aproximadamente un 3,7% en peso (punto de rocío 35 °C). La temperatura del granulado cayó lentamente de 130°C a aproximadamente 120 °C. Al salir del secador de cuba, el granulado tenía una humedad final del 0,05% en peso.

Debido al tratamiento previo más eficiente de la poliamida (menor humedad) no se produjo en la práctica ningún enfriamiento del granulado a la entrada en el secador de cuba. El tratamiento ya había concluido, por tanto, tras un tiempo claramente más corto (13 h en vez de 20 h en el ejemplo 10). Mediante la elevada temperatura durante la etapa de tratamiento pudo reducirse además significativamente la cantidad de gas necesaria.

**Ejemplo 12:**

Granulado de poliamida 6 con un contenido en humedad del 15,0% en peso se introdujo a un rendimiento de 40kg/h (base seca) y con una temperatura de 30 °C en el secador a contracorriente del ejemplo 1. 480 m<sup>3</sup>/h (a 0 °C y 1 bar) de nitrógeno con una temperatura de 130°C y un contenido en agua del 2,7% en peso (punto de rocío 30°C) calentaron el granulado. La altura del lecho y el tiempo de permanencia fueron de 0,4 m y 1,6 h, respectivamente. El granulado se desplazaba en el secador a contracorriente fluyendo libremente y abandonó el secador con una temperatura de 130°C y una humedad final del 1,0% en peso. El gas tuvo una temperatura de salida de 94 °C y un

contenido en agua del 3,6% en peso (punto de rocío 35 °C). La velocidad en tubo vacío alcanzó 0.8m/s a 130°C (entrada del gas). La pérdida de presión a lo largo de todo el aparato a contracorriente alcanzó aproximadamente 40 mbar.

5 El granulado cayó a continuación en un secador de cuba con un diámetro de 0,43 m y se trató allí ulteriormente con 19 m<sup>3</sup>/h de nitrógeno con una temperatura de 110°C y un contenido en agua del 2,7% en peso (punto de rocío 10 °C) durante 10 h. A la entrada en la cuba, la temperatura del granulado disminuyó lentamente a 112 °C. El gas se alimentó en el cono de la cuba. Al salir del secador, el granulado tenía una humedad final del 0,09% en peso. El secador de cuba tenía un calentamiento eléctrico de los conductos, para compensar la pérdida de calor que pudiera aparecer.

#### 10 **Ejemplo 13:**

15 Granulado de poliamida 6 con un contenido en humedad del 15,0% en peso se introdujo a un rendimiento de 40kg/h (base seca) y con una temperatura de 30 °C en el secador a contracorriente del ejemplo 1. 480 m<sup>3</sup>/h (a 0 °C y 1 bar) de nitrógeno con una temperatura de 115°C y un contenido en agua del 2,7% en peso (punto de rocío 30°C) calentaron el granulado. La altura del lecho y el tiempo de permanencia fueron de 0,7 m y 2,8 h, respectivamente. El granulado se desplazaba en el secador a contracorriente fluyendo libremente y abandonó el secador con casi la temperatura de entrada del gas de 115 °C y una humedad final del 1,0% en peso. El gas tuvo una temperatura de salida de 85 °C y un contenido en agua del 3,6% en peso (punto de rocío 35 °C). La velocidad en tubo vacío alcanzó 0.76 m/s a 115°C (entrada del gas). La pérdida de presión a lo largo de todo el aparato a contracorriente alcanzó aproximadamente 65 mbar.

20 El granulado cayó a continuación en un secador de cuba con un diámetro de 0,43 m y allí se trató ulteriormente 10 h con 19 m<sup>3</sup>/h de nitrógeno con una temperatura de 110°C y un contenido en agua del 2,7% en peso (punto de rocío 10 °C). A la entrada en la cuba, la temperatura del granulado disminuyó ligeramente a 98 °C. El gas se alimentó en el cono de la cuba. Al salir del secador, el granulado tenía una humedad final del 0,19% en peso. El secador de cuba tenía un calentamiento eléctrico de los conductos, para compensar la pérdida de calor que pudiera aparecer.

#### 25 **Ejemplo 14:**

30 Granulado de poliamida 6 con un contenido en humedad del 15,0% en peso se introdujo a un rendimiento de 60kg/h (base seca) y con una temperatura de 30 °C en el secador a contracorriente del ejemplo 1. 450 m<sup>3</sup>/h (a 0 °C y 1 bar) de nitrógeno con una temperatura de 130°C y un contenido en agua del 8,6% en peso (punto de rocío 50°C) calentaron el granulado. La altura del lecho y el tiempo de permanencia fueron de 0,4 m y 1,0 h, respectivamente. El granulado se desplazaba en el secador a contracorriente fluyendo libremente y abandonó el secador con una temperatura de 129 °C y una humedad final del 1,0% en peso. El gas tuvo una temperatura de salida de 80 °C y un contenido en agua del 10,0% en peso (punto de rocío 53 °C). La velocidad en tubo vacío alcanzó 0.70 m/s a 130°C (entrada del gas). La pérdida de presión a lo largo de todo el aparato a contracorriente alcanzó aproximadamente 40 mbar.

35 El granulado cayó a continuación en un secador de cuba con un diámetro de 0,43 m y allí se trató ulteriormente 10 h con 19 m<sup>3</sup>/h de nitrógeno con una temperatura de 110°C y un contenido en agua del 2,7% en peso (punto de rocío 10 °C). A la entrada en la cuba, la temperatura del granulado disminuyó ligeramente a 96 °C. El gas se alimentó en el cono de la cuba. Al salir del secador, el granulado tenía una humedad final del 0,4% en peso. El secador de cuba tenía un calentamiento eléctrico de los conductos, para compensar la pérdida de calor que pudiera aparecer.

40

## REIVINDICACIONES

1. Procedimiento continuo para el tratamiento térmico de una poliamida, comprendiendo los pasos de introducir las partículas de poliamida, que tienen un contenido en agua del 5 al 20% en peso relativo al peso seco de las partículas, en la zona superior de una primera cámara de reacción y descargar las partículas de poliamida de una zona inferior de la primera cámara de reacción, donde las partículas de poliamida presentan como producto a granel a la salida de la primera cámara de reacción una temperatura en el rango de 100 a 195°C y un contenido en agua de como máximo el 1% en peso, relativo al peso seco del producto a granel, donde las partículas de poliamida, durante el descenso gravimétrico a través de la primera cámara de reacción, se ponen en contacto en contracorriente con un gas de proceso, que, a la entrada en la primera cámara de reacción, presenta un contenido en agua del 0.8 al 20% en peso, relativo al peso total del gas de proceso, así como una temperatura de 100 a 200 °C, caracterizado porque, al menos en la zona inferior de la primera cámara de reacción, la razón de la velocidad en tubo vacío del gas de proceso a la velocidad de aflojamiento de las partículas de poliamida se encuentra en el rango de 0,7 a 1.5 y las partículas de poliamida, al menos en la zona inferior de la primera cámara de reacción, existen como lecho aflojado, y porque la razón del flujo másico del gas de proceso mg al flujo másico de las partículas de poliamida mp se encuentra en el rango de 3,0 a 20,0 y los anteriores parámetros se seleccionan de tal forma que no se produzca ninguna condensación del gas de proceso en la zona superior de la primera cámara de reacción.
2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque las partículas de poliamida, tras abandonar la primera cámara de reacción, se introducen en una segunda cámara de reacción, en la que entran en contacto con un gas de proceso a contracorriente, de forma que la viscosidad en solución relativa (SAV) de las partículas de poliamida al salir de la segunda cámara de reacción se encuentre en un rango de 2 a 6 y en la segunda cámara de reacción haya aumentado al menos en un valor de más de 0,2.
3. Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque la primera y la segunda cámaras de reacción son diferentes zonas del mismo reactor.
4. Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque la primera y la segunda cámaras de reacción están dispuestas en diferentes reactores.
5. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque las partículas de poliamida presentan a la entrada en la primera cámara de reacción un contenido en monómeros del 0,3 al 15% en peso, relativo al peso seco de la poliamida.
6. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque la razón de la velocidad en tubo vacío del gas de proceso en la zona superior de la primera cámara de reacción a la velocidad de aflojamiento de las partículas de poliamida se encuentra en el rango de 1,2 a 4 y las partículas de poliamida se fluidizan al menos en la zona superior de la primera cámara de reacción.
7. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque el tiempo de permanencia de las partículas de poliamida en la primera cámara de reacción se encuentra en el rango de 0,5 a 5 h.
8. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado porque el tiempo de permanencia de las partículas de poliamida en la segunda cámara de reacción se encuentra en el rango de 2 a 30 h.
9. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado porque la temperatura de las partículas de poliamida a la entrada en la primera cámara de reacción asciende a de 10°C a 110°C.
10. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 9, caracterizado porque el gas de proceso es nitrógeno.
11. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 10, caracterizado porque la segunda cámara de reacción se calienta además con la ayuda de un dispositivo calefactor.
12. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 11, caracterizado porque en la primera cámara de reacción aparece una pérdida de presión de menos de 150 mbar.
13. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 12, caracterizado porque la razón de la cantidad de gas de proceso (mg) a la cantidad de material a granel (mp) mg/mp en la segunda cámara de reacción se encuentra en el rango de 0,05 a 4,0.

FIG. 1

