

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 719 408**

51 Int. Cl.:

B29B 9/16 (2006.01)

C08J 3/12 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **24.10.2012 PCT/EP2012/071005**

87 Fecha y número de publicación internacional: **02.05.2013 WO13060699**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **24.10.2012 E 12778332 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **23.01.2019 EP 2771159**

54 Título: **Procedimiento de preparación de granulados de poliamida**

30 Prioridad:

25.10.2011 FR 1159637

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

10.07.2019

73 Titular/es:

RHODIA OPERATIONS (100.0%)

**40 rue de la Haie-Coq
93306 Aubervilliers, FR**

72 Inventor/es:

**THIERRY, JEAN-FRANÇOIS y
BOULANGER, PHILIPPE**

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 719 408 T3

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

DESCRIPCIÓN

Procedimiento de preparación de granulados de poliamida

5 La presente invención se refiere a un procedimiento de preparación de granulados de poliamida según la reivindicación 1.

10 Este procedimiento comprende en particular unas etapas de extrusión del polímero, de enfriamiento con un líquido que contiene agua, de corte del material extruido, así como de una etapa de enfriamiento de los granulados. El procedimiento de la invención es simple y rápido de realizar. Un ejemplo de procedimiento de preparación de granulados de poliamida se da mediante el documento FR 2 791 296 A1.

15 Las poliamidas son unos polímeros que presentan un interés industrial y comercial importante. Las poliamidas termoplásticas se obtienen o bien por reacción entre dos monómeros diferentes, o bien por policondensación de un único monómero. La invención se aplica, por un lado, a las poliamidas procedentes de dos monómeros diferentes, de los cuales la poliamida más importante es la poli(hexametilenadipamida). La invención se aplica, por otro lado, a las poliamidas procedentes de un único monómero, de las cuales la poliamida más importante es la policaprolactama.

20 La fabricación de polímeros de tipo poliamida se efectúa principalmente por policondensación a partir de monómeros generalmente por calentamiento a temperatura y presión elevadas de una solución acuosa de los monómeros.

25 Las poliamidas así fabricadas, principalmente en forma fundida, se ponen después generalmente forma de granulados.

Estos granulados se utilizan después en un gran número de aplicaciones, especialmente para la fabricación de hilos, fibras o filamentos, o para la conformación de artículos por moldeo, inyección, extrusión. Pueden utilizarse especialmente en el campo de los plásticos técnicos, generalmente después de una etapa de formulación.

30 Estos granulados deben presentar un contenido de agua relativamente bajo, que varía según las aplicaciones y las características de la poliamida (peso molecular, etc.). En efecto, una cantidad demasiado grande de agua presente en la poliamida puede provocar, durante una refusión por ejemplo, una disminución del peso molecular. Esta bajada de peso molecular puede llevar a una degradación de las propiedades mecánicas de los artículos finales a base de poliamida, a una degradación de sus propiedades de uso tales como el aspecto de superficie, o a una disminución de los rendimientos de los procedimientos de transformación, tales como el hilado (rupturas, etc.).

40 Ahora bien, los granulados de poliamida se obtienen principalmente por extrusión de la poliamida en estado fundido, enfriamiento y corte del material extruido en forma de granulados, utilizando generalmente el agua como medio de enfriamiento. Por lo tanto, es frecuentemente necesaria una etapa posterior de secado de los granulados a fin de obtener unos granulados con un bajo contenido de agua.

45 Esta etapa de secado se realiza generalmente en secadoras tales como torres de secado, tolvas, secadoras rotativas, durante varias horas, a temperatura elevada, generalmente superior a 80°C. Estas condiciones necesitan frecuentemente realizar el secado y el acondicionamiento en medio sin oxígeno, con la ayuda de un gas inerte, para evitar el amarilleamiento de los granulados relacionado con la oxidación de la poliamida por el oxígeno del aire, fenómeno bien conocido. De manera preferida, este se seca previamente. Estas condiciones de secado delicadas y restrictivas representan un coste no despreciable en la fabricación de la poliamida.

50 Por otro lado, se busca también, cuando se ha obtenido una poliamida en estado fundido que presente ya un contenido de agua relativamente bajo, mantener este contenido de agua bajo durante la preparación de los granulados a partir de esta poliamida, a fin de obtener un granulado de poliamida final que tenga un bajo contenido de agua.

55 A este respecto, y con el fin de remediar los inconvenientes mencionados anteriormente, la invención propone un procedimiento de preparación de granulados de poliamida que comprende las etapas siguientes:

- a) extruir la poliamida en estado fundido,
- b) enfriar el material obtenido con la ayuda de un líquido de enfriamiento que contiene agua,
- 60 c) cortar el material en forma de granulados,
- d) separar el líquido de enfriamiento y el material,
- 65 e) enfriar los granulados separados del líquido de enfriamiento hasta alcanzar una temperatura media de los granulados inferior o igual a 55°C,

- realizándose la etapa c) de corte durante la etapa b), después de la etapa b) y antes de la etapa de separación d), o después de la etapa de separación d),

5 - siendo la duración del contacto entre el material extruido y el líquido de enfriamiento inferior o igual a 10 segundos, y

- siendo la duración de la etapa e) inferior o igual a 10 minutos.

10 Este procedimiento es simple y rápido, no necesita calentamiento de los granulados, ni secado en medio inerte. Por lo tanto es económico, permite un bajo gasto energético y da acceso a una poliamida de calidad compatible con sus aplicaciones.

15 Así, ventajosamente, el procedimiento de preparación de granulados de poliamida según la invención no comprende etapa de secado en medio gas inerte de los granulados de poliamida. De manera ventajosa, el procedimiento de preparación de granulados de poliamida según la invención no comprende etapa de calentamiento de los granulados de poliamida. Preferiblemente, el procedimiento de preparación de granulados de poliamida según la invención no comprende ni etapa de secado en medio inerte de los granulados de poliamida, ni etapa de calentamiento de los granulados de poliamida.

20 Los granulados obtenidos por el procedimiento de la invención pueden ser de diferentes formas. Pueden, por ejemplo, estar en forma cilíndrica, esférica, elíptica, etc.

La poliamida de la invención puede ser una mezcla o una aleación de poliamidas, o una copoliamida.

25 De manera preferida, la poliamida se selecciona entre la poliamida 6, la poliamida 11, la poliamida 12, la poliamida 4-6, la poliamida 5-6, la poliamida 6-6, la poliamida 6-10, la poliamida 6-12, la poliamida 9T, la poliamida 10T y sus copolímeros. Puede también tratarse de copolímeros que comprenden unas unidades procedentes de la utilización de monómeros diácido de tipo ácido isoftálico o tereftálico, o bien de monómeros diamina de tipo metaxililendiamina o paraxililendiamina. Se citarán, por ejemplo, las unidades 4T, 6I, MXD6, PXD6, etc.

30 Según un modo particularmente ventajoso de la invención, se prefiere la poliamida 6-6.

35 La poliamida puede estar en forma de una composición a base de poliamida como matriz y que comprende unos aditivos tales como unos tensioactivos, unos nucleantes como el talco, unos plastificantes, etc. Estos aditivos son conocidos por el experto en la materia.

40 La composición puede también comprender otros compuestos, tales como cargas de refuerzo como las fibras de vidrio, matificantes como el dióxido de titanio o el sulfuro de zinc, unos pigmentos, unos colorantes, unos estabilizantes de calor o luz, unos agentes bioactivos, unos agentes anti suciedad, unos agentes antiestáticos, unos retardantes de llama, etc. Esta lista no tiene ningún carácter exhaustivo.

Etapa a)

45 La etapa a) que consiste en extruir la poliamida al estado fundido se realiza de una manera clásica, especialmente a través de una matriz. Este método es conocido por el experto en la materia.

50 La matriz está generalmente colocada a la salida de reactor de polimerización, o a la salida de una línea de transferencia alimentada con poliamida fundida con la ayuda de una bomba, o en salida de un dispositivo de mezclado que puede generar una presión superior a la presión atmosférica, generalmente una extrusora.

55 En la salida de la matriz, se obtiene un material generalmente en forma de barras o de cintas, o directamente en forma de granulados en el caso, por ejemplo, de un corte en el cabezal sumergido como se explica más adelante en la descripción.

El caudal de extrusión de la poliamida está generalmente comprendido entre 500 y 15000 kg/h.

Etapa b)

60 La etapa b) consiste en enfriar el material obtenido después de la extrusión, por contacto con un líquido que contiene agua.

El enfriamiento del material permite especialmente solidificar al menos superficialmente este último.

65 El líquido de enfriamiento que contiene agua no es (o poco) un disolvente del polímero. Puede por ejemplo comprender un alcohol tal como el etanol, el isopropanol, el butanol.

El líquido de enfriamiento puede también comprender unos aditivos tales como unos bactericidas, unos anticales, etc.

- 5 El líquido de enfriamiento, preferentemente agua, está a una temperatura durante la etapa b) ventajosamente comprendida entre 5 y 95°C, preferentemente comprendida entre 10 y 80°C.

Los dispositivos de enfriamiento adecuados para tal etapa se conocen por el experto en la materia.

- 10 Este dispositivo de enfriamiento puede consistir en un dispositivo de pulverización de agua situado cerca del dispositivo de la placa de la matriz. Puede también tratarse de un baño o de una corriente de agua situada cerca o en contacto con el dispositivo de la placa de la matriz en el que se introduce el material extruido. También se puede utilizar un dispositivo de chorro de agua.

- 15 Etapas c) y d)

- Según un modo de realización particular del procedimiento de la invención, el material así enfriado se corta después en forma de granulados según la etapa c) del procedimiento de la invención y antes de la etapa d) de separación del líquido de enfriamiento y del material. Esta etapa de corte puede también intervenir durante la etapa b) de enfriamiento, o después de la etapa d) de separación del líquido de enfriamiento y del material.

- 20 Los dispositivos de corte convenientes para esta etapa c) son conocidos por el experto en la materia. El dispositivo de corte puede ser un sistema de fresado con dientes; puede también tratarse de un sistema que comprende unas cuchillas y un portacuchillas. El dispositivo comprende generalmente un motor para arrastrar la fresadora o el portacuchillos. El dispositivo de corte es habitualmente rotativo.

El procedimiento de la invención comprende por lo tanto una etapa d) de separación del líquido de enfriamiento y del material polimérico. Esta etapa permite eliminar la mayor parte del líquido de enfriamiento.

- 30 Modo b/c/d

- Según un primer modo de realización particular del procedimiento de la invención, la etapa c) de corte se realiza después de la etapa b) y antes de la etapa d) de separación del líquido de enfriamiento y del material. Por “después de la etapa b)” se entiende que la etapa b) ya ha empezado cuando la etapa c) se realiza. En este caso, el líquido de enfriamiento, generalmente agua, se separa del material poliamida mientras se encuentra en forma de granulados, es decir después de la etapa de corte c). La separación puede realizarse, por ejemplo, con la ayuda de una centrifugadora que separa el agua y los granulados, o con la ayuda de un dispositivo de separación ciclónica, o de cualquier otro dispositivo que utiliza la fuerza centrífuga. La separación puede también realizarse con la ayuda de un dispositivo alimentado con aire que asegura al mismo tiempo el transporte de los granulados y la expulsión del agua a través de las rejillas, por ejemplo un dispositivo de tipo Aero[®] comercializado por la compañía Automatik Plastics Machinery.

- 45 Conviene observar que en este primer modo, los granulados están en contacto con el líquido de enfriamiento hasta el final de la etapa d) de separación del líquido de enfriamiento y de los granulados. El enfriamiento efectivo de los granulados se extiende por lo tanto de la etapa b) a la etapa d) pasando por la etapa c).

Modo b/d/c

- 50 Según un segundo modo de realización particular del procedimiento de la invención, la etapa c) de corte se realiza después de la etapa d) de separación del líquido de enfriamiento y del material.

- 55 En este caso, el líquido de enfriamiento, generalmente agua, se separa de las barras o de las cintas de polímero, después las barras o cintas se cortan “en seco”. La separación se puede realizar por ejemplo mediante la salida de las barras o cintas del baño por medio de un dispositivo de arrastre. El líquido de enfriamiento se puede eliminar utilizando la gravedad, o aspirando el líquido a través de una rejilla o cualquier otro dispositivo perforado sobre el que circulan las barras o cintas. Estos dispositivos son conocidos por el experto la materia.

- 60 Cabe señalar que en este segundo modo, el material poliamida está en contacto con el líquido de enfriamiento hasta el final de la etapa d) de separación del líquido de enfriamiento y del material. El enfriamiento efectivo del material tiene por lo tanto lugar durante unas etapas b) y d).

Modo b+c/d

- 65 Según un tercer modo de realización particular del procedimiento de la invención, las etapas b) y c) empiezan simultáneamente.

Según este modo de realización, las etapas b) y c) se realizan ventajosamente con la ayuda de un dispositivo de corte dispuesto inmediatamente a la salida de la matriz. Tal dispositivo de granulación es conocido por el experto en la materia. Comprende al menos un dispositivo de corte que hace frente a la placa de la matriz a través de la cual se extruye el polímero, y un dispositivo de enfriamiento. El dispositivo de corte comprende generalmente unas cuchillas, un portacuchillas, y un motor para arrastrar el portacuchillas. El portacuchillas es habitualmente rotativo. El dispositivo de enfriamiento puede consistir en un dispositivo de pulverización o de circulación de líquido de enfriamiento situado cerca del dispositivo de la placa de la matriz. Es el caso de los granuladores a “corte en cabeza” conocidos por el experto en la materia. El dispositivo de corte y la placa de la matriz pueden también estar dispuestos en una cámara llena de líquido de enfriamiento, se trata en este caso de un granulador con “corte del cabezal sumergido”. En esta cámara llena de líquido de enfriamiento, el líquido de enfriamiento está generalmente en circulación y asegura el enfriamiento y el transporte de los granulados de poliamida formados a nivel del dispositivo de corte hacia un separador, en el que se realiza la etapa d). La separación puede realizarse con la ayuda de una centrifugadora que separa el líquido de enfriamiento y los granulados, o por ejemplo con la ayuda de un dispositivo de separación ciclónica. Tales dispositivos de granuladores con “corte del cabezal sumergido” se describen por ejemplo en la patente americana US 5 059 103.

Según otro modo de realización particular del procedimiento de la invención, las etapas b) a d) del procedimiento se realizan en una plataforma de granulación, que comprende generalmente un dispositivo de guiado y de enfriamiento del material extruido, un dispositivo de corte y un dispositivo de transferencia hacia un dispositivo de separación. Estas plataformas de granulación son conocidas por el experto en la materia. El dispositivo de guiado puede ser horizontal, vertical o inclinado de un ángulo que va de 0 a 90° con respecto a la horizontal.

La duración del contacto entre el material polimérico y el líquido de enfriamiento, según el procedimiento de la invención, es inferior a 10 segundos, preferentemente inferior a 8 segundos, y ventajosamente inferior o igual a 6 segundos. Esta duración de contacto entre el material polimérico y el líquido de enfriamiento es suficiente para solidificar al menos superficialmente el material, y optimizada para minimizar la cantidad de agua absorbida en la superficie del material, permitiendo al mismo tiempo alcanzar una temperatura antes de la etapa e) de forma que se facilita la eliminación por evaporación del agua presente en la superficie del granulado.

Por “duración del contacto entre el material y el líquido de enfriamiento”, se comprenderá que se trata de la suma de los tiempos de contacto entre material polimérico y líquido de enfriamiento que corresponde a cada una de las etapas durante las cuales el material y el líquido de enfriamiento están en contacto. En otras palabras, esta duración incluye la etapa b) y la etapa d) y, llegado el caso, la etapa c) cuando esta última se realiza durante la etapa b) o entre la etapa b) y la etapa d).

Estos tiempos de contacto son equivalentes a los tiempos de estancia del material polimérico en cada una de las etapas, y pueden medirse fácilmente mediante unas técnicas conocidas por el experto en la materia, o calculados a partir de los caudales volúmenes de material y de líquido de enfriamiento, y de la geometría de los diferentes conductos, canales, etc., en los que se efectúan los flujos.

Etapas e)

El procedimiento de la invención comprende una etapa e) de enfriamiento de los granulados separados del líquido de enfriamiento, hasta alcanzar una temperatura media de los granulados inferior o igual a 55°C, preferentemente inferior o igual a 45°C.

Por “temperatura media de los granulados” se entiende la temperatura alcanzada por los granulados cuando se colocan en un recipiente aislado térmicamente durante una cierta duración de uniformización. Por ejemplo, en la práctica, una muestra de granulados se introduce en un recipiente aislado térmicamente de tipo Dewar, y la temperatura dentro del lecho de granulados se mide después de una duración de uniformización de algunos minutos. Puede hacerse referencia a los ejemplos de la invención para más detalles sobre este método de medición.

La temperatura media de los granulados antes de la etapa e) está ventajosamente comprendida entre 60 y 150°C, preferentemente comprendida entre 70 y 130°C, y aún más preferiblemente entre 70 y 120°C. Según el procedimiento de la invención, los granulados están por lo tanto preferentemente a una temperatura relativamente elevada antes de la etapa e), lo que favorece la eliminación por evaporación del agua presente en la superficie del granulado. En efecto, por debajo de 60°C, los granulados no poseen suficientemente energía térmica interna para poder eliminar correctamente el agua de superficie. Más allá de 150°C, las reacciones de degradación termooxidante son muy rápidas, generando así un riesgo de amarilleamiento demasiado elevado.

Cualquier dispositivo de enfriamiento de un material sólido puede utilizarse en el ámbito de la invención, con la condición de que asegure un enfriamiento suficientemente rápido (en 10 minutos o menos) de los granulados hasta una temperatura media de los granulados inferior o igual a 55°C, y que este dispositivo de enfriamiento no ponga en contacto el material poliamida con una fase líquida que contiene agua.

Es importante que la etapa e) permita enfriar al menos hasta una temperatura media de los granulados inferior a 55°C, ya que si los granulados se recuperan a una temperatura superior mientras que el riesgo de amarilleamiento durante unas operación posteriores de almacenamiento, de transporte, aumenta considerablemente.

- 5 Es también necesario que el enfriamiento sea rápido (en 10 minutos o menos), para evitar un amarilleamiento demasiado importante durante el enfriamiento y el almacenamiento ulterior y también para limitar la recogida de humedad cuando los granulados se ponen en contacto con un gas (aire ambiente, por ejemplo) no secado.

Enfriamiento con un gas

- 10 Según un primer modo de realización de la etapa e) del procedimiento, dicha etapa e) se realiza mediante tratamiento de los granulados con un gas a una temperatura comprendida entre 0 y 40°C.

- 15 Puede utilizarse cualquier dispositivo de tratamiento de un material sólido con un gas, conocido por el experto en la materia para realizar el tratamiento de la etapa e). Puede tratarse de un dispositivo de proyección de gas sobre un sólido. Generalmente, se realiza una agitación de los granulados; puede o bien inducirse por el gas en sí o bien generarse con la ayuda de un aparato de agitación. Esta agitación permite una buena eficacia y una buena homogeneidad del enfriamiento de los granulados.

- 20 El gas del tratamiento de la etapa e) es ventajosamente aire, en particular aire ambiente. Por aire ambiente, se entiende, en el sentido de la invención, que el aire no ha sufrido ningún tratamiento de calentamiento o de enfriamiento, ni ningún secado ni tratamiento para librarse del oxígeno que contiene. Esto representa también una ventaja del procedimiento de la invención. En efecto, se conoce que la poliamida amarillea cuando se somete a unas temperaturas elevadas durante un largo periodo, lo que es problemático. Así, en los procedimientos de secado de la técnica anterior, que utilizan unas temperaturas elevadas y unas duraciones importantes, se realiza generalmente el secado en una atmósfera sin oxígeno con la ayuda de un gas inerte, para evitar este problema de amarilleamiento.
- 25 Ahora bien, en el procedimiento de la invención, el enfriamiento de la etapa e) es rápido y realizado a temperaturas bajas; por lo tanto no es necesario realizar el enfriamiento en atmósfera inerte, lo que simplifica mucho el procedimiento. Además, al contrario de los procedimientos de la técnica anterior, el gas no necesita ser acondicionado: no necesita, por ejemplo, secarse, enfriarse, calentarse o liberarse del oxígeno que contiene.
- 30

Así, una de las ventajas del procedimiento de la invención es que esta etapa e) no necesita, o necesita poco, calentamiento, al contrario de los procedimientos de la técnica anterior.

- 35 Según un primer modo de realización de la etapa e) por tratamiento con un gas, ésta se realiza en un lecho fluidizado o un lecho hirviendo, preferentemente un lecho fluidizado. Estos dispositivos son conocidos por el experto en la materia.

- 40 Según otro modo de realización de la etapa e) por tratamiento con un gas, la etapa e) se realiza con la ayuda de un transportador equipado de un sistema de enfriamiento directo por inyección de aire. Puede tratarse de un transportador helicoidal vibrante, es decir un transportador vibrante que comprende al menos una espira que forma un canal helicoidal y un medio de enfriamiento por inyección directa de aire sobre los granulados. Este tipo de transportador vibrante es conocido por el experto en la materia.

- 45 Pueden considerarse otros modos de realización de la etapa e) por tratamiento con un gas. El experto en la materia sabrá fácilmente encontrar unos medios equivalentes utilizables para la realización de esta etapa.

Enfriamiento por contacto con una superficie enfriada

- 50 Según un segundo modo de realización de la etapa e) del procedimiento, dicha etapa e) se realiza poniendo en contacto los granulados con una superficie cuya temperatura está comprendida entre 5 y 35°C.

- 55 En este segundo modo, la humedad que sale de los granulados para ir en fase gas se elimina ventajosamente, por ejemplo por convección natural; en otras palabras, la atmósfera por encima de los granulados es ventajosamente una atmósfera "abierta" y no "cerrada", es decir un enfriador al aire libre por ejemplo.

- 60 Según este modo de realización, la etapa e) se realiza con la ayuda de un transportador, por ejemplo un transportador helicoidal vibrante, equipado de un sistema de enfriamiento indirecto por doble capa en la cual circula un fluido de enfriamiento a una temperatura comprendida entre 5 y 35°C.

- 65 En el caso particular en el que el dispositivo de enfriamiento de los granulados es un transportador helicoidal vibrante, es decir un transportador vibrante que comprende al menos una espira que forma un canal helicoidal, una parte al menos de la pared metálica de este canal en contacto con los granulados es una pared equipada de una doble envoltura en la cual circula un fluido de enfriamiento a una temperatura comprendida entre 5 y 35°C. Este tipo de transportador es conocido por el experto en la materia.

Otros tipos de transportadores son utilizables para poner en contacto los granulados con una superficie cuya temperatura está comprendida entre 5 y 35°C. Se podrán citar, por ejemplo, unos transportadores de tornillo de Arquímedes. La geometría del transportador puede variar en una amplia medida, prefiriéndose el transportador helicoidal vibrante.

5 La duración de la etapa e) de enfriamiento es inferior a 10 minutos, preferentemente inferior a 5 minutos. Esto representa otra ventaja del procedimiento de la invención, que utiliza una etapa de enfriamiento muy corta, del orden de algunas decenas de segundos, al contrario de los procedimientos de la técnica anterior que necesitan un secado frecuentemente de varias horas. En el modo descrito anteriormente en el que se enfría con la ayuda de un lecho fluidizado, la duración de la etapa e) es incluso ventajosamente inferior a 2 minutos.

10 El procedimiento de la invención comprende varios dispositivos: unos dispositivos de extrusión, de enfriamiento, de corte, de separación, etc. Dentro de, y entre, estos diferentes dispositivos, pueden utilizarse unos medios de guiado y de transporte del material extruido y de los granulados. Se trata de medios conocidos por el experto en la materia. Por ejemplo, se pueden utilizar unas cintas transportadoras, unas guías de barras/cintas con o sin ranuras. Los granulados pueden transportarse con la ayuda de un líquido tal como el agua, etc.

15 Por supuesto, es posible realizar unos tratamientos suplementarios de los granulados aguas abajo del enfriador, como por ejemplo unas operaciones de tamizado, mezclado, tratamiento de recubrimiento en superficie, etc.

20 El procedimiento de la invención puede ser continuo o discontinuo.

25 Después de la etapa e), los granulados presentan ventajosamente un porcentaje de humedad comprendido entre el 0,1 y el 0,4% en masa de agua (con respecto a la masa de granulados). Es la combinación de las etapas del procedimiento de la invención que permite obtener las características de humedad antes citadas y así, en particular, proporcionar unos granulados de poliamida adaptados para la fabricación de formulaciones destinadas a la inyección/moldeo de manera simple y rápida, utilizando unas condiciones muy suaves que limitan el riesgo de degradación de la poliamida (ningún amarilleamiento y conservación de las propiedades mecánicas).

30 Por ello, la presente invención tiene también como objetivo la utilización del procedimiento de la invención para la preparación de granulados que tienen un porcentaje de humedad comprendido entre el 0,1 y el 0,4% en masa de agua (con respecto a la masa de granulados). De manera ventajosa, dicha utilización es particularmente adecuada para la preparación de granulados de poliamida que tienen una masa media de granulados comprendida entre 1,0 y 5,0 g por 100 granulados, preferentemente comprendida entre 1,5 y 4,0 g para 100 granulados.

35 Los granulados así obtenidos pueden almacenarse después o transportarse, para utilizarse en un gran número de aplicaciones, en particular para la fabricación de hilos, fibras o filamentos, o para conformaciones de artículos por moldeo, inyección, extrusión. Pueden utilizarse especialmente en el campo de los plásticos técnicos. En estas aplicaciones, generalmente se funden y después se dan forma.

40 Otros detalles o ventajas de la invención aparecerán más claramente a la vista de los ejemplos dados a continuación.

45 Ejemplos

Descripción de los métodos de caracterización

Medición de la temperatura de los granulados

50 Se llena un recipiente aislado térmicamente de tipo Dewar, de 500 ml de volumen, con unos granulados de los cuales se desea medir la temperatura media. Una sonda de temperatura de tipo termopar se introduce en el núcleo del lecho de granulados. La temperatura se lee después de un tiempo de uniformización de 3 minutos. El recipiente Dewar se vacía, y el procedimiento de medición se repite inmediatamente. El resultado seleccionado es el de la segunda medición.

55 Porcentaje de humedad

60 La concentración de agua en los granulados se mide por titración Karl Fisher, mediante un horno de tipo Metrohm KF 768 o equivalente, y de un coulómetro de tipo Metrohm KF 756 o equivalente, según la norma ISO 15512 2ª edición (15-05-2008).

Índice de viscosidad

65 El índice de viscosidad de la poliamida 66 se mide a una concentración de 0,005 g.ml⁻¹, en solución en ácido fórmico al 90% en masa, según la norma ISO 307. El resultado se expresa en ml.g⁻¹.

Masa media de granulados

La masa media de granulados se determina por pesada simple de 100 granulados, mediante una balanza de precisión. El resultado se expresa en gramos por 100 granulados, redondeando al múltiplo de 0,05 más próximo.

Índice de amarilleamiento

El color de los granulados de polímero se determina mediante un cromámetro Konica Minolta CR-310 o equivalente, por medición con iluminante C de los componentes tricromáticos Yxy de un lecho de granulados, a partir de los cuales el índice de amarillo se puede calcular. El límite máximo aceptable corresponde a un valor del índice de amarillo de +1.

Ensayos

Ejemplo 1 (invención)

Preparación de poliamida 66

Una solución acuosa al 52% en masa de Sel N (mezcla equimolar de hexametildiamina y de ácido adípico) se carga en un evaporador con el 0,39% en peso de una solución acuosa de hexametildiamina al 32,4% en peso, el 0,10% en peso de una solución acuosa de ácido acético al 75% en peso, el 0,009% en peso de una solución acuosa de hipofosfito de sodio monohidratado al 15% en peso, y 9 ppm de antiespumante (composición de silicona). La mezcla se concentra en el evaporador hasta una concentración del 87% en peso. Esta solución concentrada se transfiere entonces en un autoclave. El autoclave se calienta a fin de obtener una presión autógena de 1,85 MPa, después bajo una presión mantenida a 1,85 MPa, evacuándose el agua en forma de vapor continuamente del medio de reacción mediante una válvula de regulación. Cuando la temperatura del medio de reacción alcanza 245°C, la presión se reduce gradualmente, hasta la presión atmosférica. Durante esta fase de descompresión, se prosigue el calentamiento y la temperatura de la masa sigue subiendo. El reactor se mantiene después bajo presión atmosférica durante 18 minutos (fase de acabado); la temperatura alcanzada por la masa de reacción al final de esta etapa es de 276°C. El reactor se pone después bajo una presión de nitrógeno comprendida entre 0,40 y 0,45 MPa para permitir la extrusión del polímero.

Extrusión, granulación y enfriamiento del polímero

El polímero fundido contenido en el autoclave se extruye en forma de barras a través de una matriz que comprende 66 orificios, al caudal de 1,3 kg por minuto y por barra (etapa a)). Las barras de polímero fundido que salen de la matriz se reciben por una plataforma de granulación, en la que se realizan las operaciones sucesivas siguientes:

Transporte de las barras en una zona de guiado recubierta de una película de agua (etapa b)); este agua se alimenta a una temperatura de 15°C por un borde situado en la parte superior de la zona, y también por varias rampas equipadas de conductos de pulverización situados por encima de la zona. La longitud recorrida por las barras sobre la zona es de 1,40 m.

- Alimentación de las barras parcialmente enfriadas en un bloque de corte (tipo: USG600, de la compañía Automatik Plastics Machinery) que comprende un dispositivo de arrastre de las barras, que asegura una velocidad de suministro de las barras de 180 m.min⁻¹, y un dispositivo de corte mediante una fresadora y de una contra-cuchilla. Las barras se cortan en el dispositivo de corte (etapa c)) y los granulados restantes se arrastran por el agua.

- Transporte de los granulados en mezcla con agua, en un conducto de longitud igual a 5 m (continuación de la etapa b)); el tiempo de paso de los granulados en este conducto es igual a 4 s.

- Separación de los granulados del agua de enfriamiento (etapa d)), en un dispositivo de impacto alimentado con aire que permite el transporte de los granulados a lo largo de un canal curvilíneo al mismo tiempo que la eliminación del agua a través de varias rejillas (aparato de tipo GT 800/2, de la compañía Automatik Plastics Machinery). El aire utilizado para esta separación es el aire ambiente extraído en el taller, a la temperatura de 20°C y al caudal de 7800 m³.h⁻¹. El tiempo de estancia de los granulados en el aparato separador es del orden de 1 s.

El caudal total de agua de enfriamiento utilizado sobre la plataforma es de 20 m³.h⁻¹. La temperatura del agua en salida de la plataforma es de 45°C.

La duración del contacto entre el material extruido y el líquido de enfriamiento (etapas b+c+d) es igual a 6 segundos.

Los granulados que salen del separador alimentan directamente un enfriador de tipo lecho fluidizado (etapa e)) (comercializado por la compañía Comessa). Este enfriador comprende una solera de ancho de 0,8 m y de longitud 4 m perforado de orificios, a través de los cuales se inyecta aire ambiente extraído al exterior del taller (caudal 18000

$\text{m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$; temperatura 20°C; humedad relativa 60%). El tiempo de estancia de los granulados en el enfriador es de 25 s.

5 A la salida del enfriador, los granulados pasan por una criba, después se envía a un silo de almacenamiento mediante un dispositivo de transporte neumático.

10 Durante la operación de granulación, la temperatura y el porcentaje de humedad de los granulados se miden sobre varias muestras, extraídas a la salida del separador (que corresponde a la entrada del enfriador), o a la salida del enfriador. Los resultados obtenidos se resumen en la tabla 1.

15 Otras características (índice de viscosidad, masa media de granulados e índice de amarilleamiento) se miden en una muestra media, extraída a la salida del enfriador. El índice de amarilleamiento se mide también en una muestra representativa del lote de poliamida fabricado, extraída a la salida del silo después de 48h de almacenamiento. Los resultados correspondientes se reúnen en la tabla 2.

15 **Ejemplo 2 (invención)**

Preparación de poliamida 66

20 Se prepara una poliamida 66 según un método idéntico al del ejemplo 1, con las diferencias siguientes:

- Se carga en el evaporador sólo la solución acuosa de Sel N al 52% en masa y el antiespumante, a un grado de 9 ppm,

25 - La duración de la etapa de acabado bajo presión atmosférica es de 23 min (en lugar de 18 minutos),

- después de la etapa de acabado, el reactor se pone bajo una presión de nitrógeno comprendida entre 0,65 y 0,70 MPa (en lugar de 0,40-0,45 MPa).

30 Extrusión, granulación y enfriamiento del polímero

Después, el polímero se extruye, se granula y se enfría según un procedimiento idéntico al del ejemplo 1, con la diferencia de que la longitud del conducto en el cual se efectúa el transporte de los granulados en mezcla con agua, a la salida del bloque de corte, es de 3 m en lugar de 5 m. Así, el tiempo de paso de los granulados en este

35 conducto es de 3 segundos, en lugar de 4 segundos.

La duración del contacto entre el material extruido y el líquido de enfriamiento (etapas b+c+d) es igual a 5 segundos.

40 La temperatura y el porcentaje de humedad de los granulados, medidos durante la operación de granulación, se resumen en la tabla 1. El índice de viscosidad, la masa media de granulados y el índice de amarillo, medidos en una muestra media extraída en la salida del enfriador, se reúnen en la tabla 2. El índice de amarillo medido sobre una muestra representativa del lote de poliamida fabricado, extraída en la salida de silo después de 48h de almacenamiento, está también detallado en la tabla 2.

45 **Ejemplo 3 (comparativo)**

Preparación de poliamida 66

50 Una solución acuosa al 62% en masa de Sel N (mezcla equimolar de hexametildiamina y de ácido adípico) se carga en un evaporador con 40 ppm de una emulsión acuosa de antiespumante (composición silicona al 20% de producto activo). La mezcla se concentra en el evaporador hasta una concentración del 85% en peso. Esta solución concentrada se transfiere entonces en un autoclave. El autoclave se calienta a fin de obtener una presión autógena de 1,85 MPa, después bajo una presión mantenida a 1,85 MPa, evacuándose el agua en forma de vapor continuamente del medio de reacción mediante una válvula de regulación. Cuando la temperatura del medio de

55 reacción alcanza 245°C, la presión se reduce gradualmente, hasta la presión atmosférica. Durante esta fase de descompresión, se prosigue el calentamiento y la temperatura de la masa sigue subiendo. El reactor se mantiene después bajo presión atmosférica durante 19 minutos (fase de acabado); la temperatura alcanzada por la masa de reacción al final de esta etapa es de 276°C. El reactor se pone después bajo una presión de nitrógeno comprendida entre 0,50 y 0,55 MPa para permitir la extrusión del polímero.

60 Extrusión, granulación y enfriamiento del polímero

El polímero fundido contenido en el autoclave se extruye en forma de barras a través de una matriz que comprende 60 orificios, al caudal de 1,6 kg por minuto y por barra. Las barras de polímero fundido que salen de la matriz se

65 recogen por una plataforma de granulación, en la que se realizan las operaciones sucesivas siguientes

- Transporte de las barras sobre una zona de guiado recubierta de una película de agua; este agua se alimenta a una temperatura de 17°C por borde labio situado en la parte superior de la zona, y también por varias rampas equipadas de conductos de pulverización situados por encima de la zona. La longitud recorrida por las barras sobre la zona es de 3 m.

5 - Alimentación de las barras parcialmente enfriadas en un bloque de corte (tipo: USG600, de la compañía Automatik Plastics Machinery) que comprende un dispositivo de arrastre de las barras, que asegura una velocidad de suministro de las barras de 180 m.min⁻¹, y un dispositivo de corte mediante una fresadora y de una contra-cuchilla. Las barras se cortan en el dispositivo de corte y los granulados restantes se arrastran por el agua.

10 - transporte de los granulados en mezcla con agua en un conducto de longitud igual a 14 m; el tiempo de paso de los granulados en este conducto es de aproximadamente 11 s.

15 - Separación de los granulados del agua de enfriamiento, en un dispositivo de impacto alimentado con aire que permite el transporte de los granulados a lo largo de un canal curvilíneo al mismo tiempo que la eliminación del agua a través de varias rejillas (aparato de tipo GT 800/2, de la compañía Automatik Plastics Machinery). El aire utilizado es el aire ambiente extraído en el taller, a la temperatura de 20°C y al caudal de 8000 m³.h⁻¹. El tiempo de estancia de los granulados en el aparato separador es del orden de 1 s.

20 El caudal total de agua de enfriamiento utilizado sobre la plataforma es de 37 m³.h⁻¹. La temperatura del agua en salida de la plataforma es de 35°C.

Los granulados que salen del separador no están sometidos a ningún tratamiento complementario de enfriamiento.

25 La duración del contacto entre el material extruido y el líquido de enfriamiento (etapas b+c+d) es igual a 14 segundos.

En la salida del enfriador, los granulados pasan por una criba, después se envían a un silo de almacenamiento mediante un dispositivo de transporte neumático.

30 La temperatura y el porcentaje de humedad de los granulados, medidos durante la operación de granulación, se resumen en la tabla 1. El índice de viscosidad, la masa media de granulados y el índice de amarillo, medidos en una muestra media extraída en la salida del separador, se reúnen en la tabla 2. El índice de amarillo medido en una muestra representativa del lote de poliamida fabricado, extraída en la salida de silo después de 48h de almacenamiento, se detalla también en la tabla 2.

Ejemplo 4 (invención)

Preparación de poliamida 66

40 Se prepara una poliamida 66 a partir de una solución acuosa de Sel N (mezcla equimolar de hexametildiamina y de ácido adípico), mediante un procedimiento continuo estándar conocido por el experto en la materia. Este procedimiento comprende las etapas sucesivas siguientes: concentración por evaporación de la solución de Sel N hasta una concentración del 75% en masa; amidificación bajo presión de 1,85 MPa con eliminación continua de vapor de agua; expansión hasta una presión próxima a la presión atmosférica acompañada de un calentamiento hasta 275°C y eliminación de vapor de agua; acabado a temperatura constante bajo presión próxima a la presión atmosférica. Durante esta etapa de acabado, el polímero fundido se mantiene en un reactor (acabador) a 275°C, bajo atmósfera autógena regulada a 102 kPa. El tiempo de estancia en el acabador es de 30 minutos. En la salida del aparato, una bomba de engranajes permite sustraer el polímero fundido y alimentar un conducto de transferencia, permitiendo así el transporte del polímero hasta el dispositivo de granulación. El caudal de polímero es de 1500 kg.h⁻¹.

Extrusión, granulación y enfriamiento del polímero

55 En la salida del conducto de transferencia, el polímero fundido se extruye en forma de barras a través de una matriz que comprende 28 orificios (etapa a)). Se realizan entonces las operaciones sucesivas siguientes:

60 - Transporte de las barras sobre una zona de guiado recubierta de una película de agua (etapa b)); este agua se alimenta a una temperatura de 22°C por un borde situado en la parte superior de la zona, y también por varias rampas equipadas de conductos de pulverización situados por encima de la zona. La longitud recorrida por las barras sobre la zona es de 1,2 m.

65 - Alimentación de las barras parcialmente enfriadas en un bloque de corte (tipo: USG 300, de la compañía Automatik Plastics Machinery) que comprende un dispositivo de arrastre de las barras, que asegura una velocidad de suministro de las barras de 114 m.min⁻¹, y un dispositivo de corte mediante una fresadora y de una contra-cuchilla. Las barras se cortan en el dispositivo de corte (etapa c)) y los granulados restantes se arrastran por el agua.

- Transporte de los granulados en mezcla con agua, en un conducto de longitud igual a 2,1 m (continuación de la etapa b)); el tiempo de paso de los granulados en este conducto es igual a 3 s aproximadamente.

5 - Separación de los granulados del agua de enfriamiento (etapa d)), en un dispositivo de impacto alimentado con aire que permite el transporte de los granulados a lo largo de un canal curvilíneo al mismo tiempo que la eliminación del agua a través de varias rejillas (aparato de tipo GT 400/2, de la compañía Automatik Plastics Machinery). El aire utilizado para esta separación es el aire ambiente extraído en el taller, a la temperatura de 20°C y al caudal de 2700 m³.h⁻¹. El tiempo de estancia de los granulados en el aparato separador está comprendido entre 1 y 2 s.

10 El caudal total de agua de enfriamiento utilizado sobre la plataforma es de 11 m³.h⁻¹. La temperatura final del agua de enfriamiento es de 36°C.

15 La duración del contacto entre el material extruido y el líquido de enfriamiento (etapas b+c+d) es igual a 5 segundos.

Los granulados que salen del separador alimentan un enfriador de tipo transportador helicoidal vibrante (etapa e)) (comercializado por la compañía Vibra Maschinenfabrik). Este enfriador comprende una trayectoria helicoidal ascendente de 19 espiras de longitud desarrollada de 39 m, a lo largo de un perfil abierto de sección rectangular. La pared metálica de este canal se enfría mediante circuitos de enfriamiento de tipo semi-carcasa, añadidos sobre la cara externa del canal; estos circuitos se alimentan con agua a una temperatura de 22°C, al caudal total de 2 m³.h⁻¹. La temperatura de salida del agua de enfriamiento es de 36°C. El tiempo de estancia de los granulados en el enfriador es de 4 minutos. Los granulados que salen del enfriador se envasan directamente en contenedores de cartón (octabin) forrados con bolsas de plástico. Estos contenedores, de una capacidad de 1000 kg, se almacenan después en el taller, después del cierre.

25 La temperatura y el porcentaje de humedad de los granulados se miden sobre varias muestras, extraídas a la salida del separador (que corresponde a la entrada del enfriador), o a la salida del enfriador. Los resultados obtenidos se resumen en la tabla 1.

30 Otras características (índice de viscosidad, masa media de granulados e índice de amarillo) se miden sobre una muestra extraída a la salida del enfriador. El índice de amarillo se mide también en una muestra representativa del lote de poliamida fabricado, extraída en una bolsita después de 48h de almacenamiento. Los resultados correspondientes se reúnen en la tabla 2.

35 **Ejemplo 5 (comparativo)**

Se reproducen las características del ejemplo 4, con la diferencia de que el transportador helicoidal vibrante no se enfría aquí por un circuito de agua. El único enfriamiento de los granulados observado está relacionado con los intercambios térmicos por convección natural con el aire ambiente del taller, durante el recorrido de 4 minutos en el transportador helicoidal vibrante.

Los granulados que salen del transportador helicoidal vibrante se envasan directamente en contenedores de cartón (octabin) forrados con bolsas de plástico. Estos contenedores, de una capacidad 1000 kg, se almacenan después en el taller, después del cierre.

45 Como en el ejemplo 4, la duración del contacto entre el material extruido y el líquido de enfriamiento (etapas b+c+d) es igual a 5 segundos. Se suprime aquí la etapa e).

50 La temperatura y el porcentaje de humedad de los granulados se miden sobre varias muestras, extraídas a la salida del separador (que corresponde a la entrada del enfriador), o a la salida del enfriador. Los resultados obtenidos se resumen en la tabla 1.

55 Otras características (índice de viscosidad, masa media de granulados e índice de amarillo) se miden sobre una muestra extraída en la salida del enfriador. El índice de amarillo se mide también en una muestra representativa del lote de poliamida fabricado, extraído en una bolsita después de 48h de almacenamiento. Los resultados correspondientes se reúnen en la tabla 2.

Tabla 1: Temperatura y porcentaje de humedad medidos sobre los granulados en diferentes puntos del procedimiento

Ejemplo	Temperatura (°C)		Porcentaje de humedad (% másico)	
	Entrada del enfriador *	Salida del enfriador *	Entrada del enfriador *	Salida del enfriador *
1 (invención)	80 ± 2	27 ± 3	0,65	0,34
2 (invención)	89 ± 5	29 ± 2	0,47	0,32

ES 2 719 408 T3

3 (comparativo)	38 ± 1**	-	0,60 ± 0,15**	-
4 (invención)	100 ± 1	48 ± 1	0,36	0,24
5 (comparativo)	100 ± 1	77 ± 2	0,37	0,22

* En el caso del ejemplo comparativo 5, la eficacia del enfriamiento es mala; se ha conservado no obstante el término de enfriador.

** se trata en este caso de mediciones efectuadas sobre los granulados en final de etapa d) de separación agua/granulados, ya que la etapa e) de enfriamiento después de la separación está aquí ausente.

Tabla 2: características del polímero final

Ejemplo	Índice de viscosidad (ml.g ⁻¹)	Masa media de granulados (g/100 granulados)	Índice de amarillo (en la salida del enfriador)	Índice de amarillo (polímero, después de 48h de almacenamiento)
1 (invención)	112	2,40	-4,5 (conforme)	-4 (conforme)
2 (invención)	129	2,45	-4 (conforme)	-4 (conforme)
3 (comparativo)	128	2,50	-4 (conforme)	-3,5 (conforme)
4 (invención)	129	2,35	-3,5 (conforme)	-3 (conforme)
5 (comparativo)	129	2,35	-3,5 (conforme)	+2 (non conforme)

- 5 A la lectura de los resultados descritos en los ejemplos, aparece claramente que la realización de una etapa e) de enfriamiento de los granulados después de las diferentes etapas a) a d) permite, cuando las diferentes etapas se realizan en las condiciones de temperatura y de tiempo de estancia especificadas, alcanzar unos contenidos de humedad bajos, en el intervalo deseado, sin perjuicio para la calidad final de la poliamida.
- 10 El ejemplo comparativo 3 pone en evidencia que un tiempo de contacto demasiado largo entre el líquido de enfriamiento que contiene agua y los granulados, si permite evitar la etapa e) de enfriamiento, conduce a un contenido de humedad mucho más elevado.
- 15 El ejemplo comparativo 5 demuestra que un enfriamiento ineficaz, que no permite alcanzar una temperatura final en el campo deseado, conduce a una alteración inaceptable del color de los granulados de poliamida (amarilleamiento).

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento de preparación de granulados de poliamida, que comprenden las etapas siguientes:
- 5 a) extruir la poliamida al estado fundido,
- b) enfriar el material obtenido con la ayuda de un líquido de enfriamiento que contiene agua y que está a una temperatura comprendida entre 10 y 80°C,
- 10 c) cortar el material en forma de granulados,
- d) separar el líquido de enfriamiento y el material,
- 15 e) enfriar los granulados separados del líquido de enfriamiento hasta alcanzar una temperatura media de los granulados inferior o igual a 55°C,
- realizándose la etapa c) de corte durante la etapa b), después de la etapa b) y antes de la etapa de separación d), o después de la etapa de separación d),
- 20 - estando la duración del contacto entre el material extruido y el líquido de enfriamiento superior o igual a 10 segundos, y
- siendo la duración de la etapa e) inferior o igual a 10 minutos.
- 25 2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por que el líquido de enfriamiento es agua.
3. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 o 2, caracterizado por que la temperatura media de los granulados antes de la etapa e) está comprendida entre 60 y 150°C.
- 30 4. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que la etapa e) se realiza por tratamiento de los granulados con un gas a una temperatura comprendida entre 0 y 40°C.
5. Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado por que el gas de la etapa e) es aire, preferentemente el aire ambiente.
- 35 6. Procedimiento según la reivindicación 4 o 5, caracterizado por que la etapa e) se realiza con la ayuda de un lecho fluidizado.
7. Procedimiento según la reivindicación 4 o 5, caracterizado por que la etapa e) se lleva a cabo con la ayuda de un transportador equipado de un sistema de enfriamiento directo por inyección de aire.
- 40 8. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por que la etapa e) se realiza poniendo en contacto los granulados con una superficie cuya temperatura está comprendida entre 5 y 35°C.
- 45 9. Procedimiento según la reivindicación 8, en el que se elimina la humedad que sale de los granulados para ir en fase gas, por ejemplo por convección natural.
10. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 8 o 9, caracterizado por que la etapa e) se lleva a cabo con la ayuda de un transportador equipado de un sistema de enfriamiento indirecto por doble envoltura en la que circula un fluido de enfriamiento a una temperatura comprendida entre 5 y 35°C.
- 50 11. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que no comprende etapa de secado en medio gas inerte de los granulados de poliamida.
- 55 12. Utilización del procedimiento tal como se define en una de las reivindicaciones 1 a 11 para la preparación de granulados de poliamida que tienen un porcentaje de humedad comprendido entre el 0,1 y el 0,4% en peso de agua, con respecto al peso de granulados.
- 60 13. Utilización según la reivindicación 12, para la preparación de granulados de poliamida que tienen una masa media de granulados comprendida entre 1,0 y 5,0 g por 100 granulados, preferentemente 1,5 y 4,0 g para 100 granulados.