

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 747 448**

51 Int. Cl.:

**B01D 11/02** (2006.01)

**C08G 69/16** (2006.01)

**C08G 69/46** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **06.11.2012 E 12191455 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **28.08.2019 EP 2727637**

54 Título: **Reactor de extracción así como procedimiento para la extracción de material granular**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**10.03.2020**

73 Titular/es:

**UHDE INVENTA-FISCHER GMBH (100.0%)  
Holzhauser Strasse 157-159  
13509 Berlin, DE**

72 Inventor/es:

**SIEBECKE, EKKEHARD;  
KATZER, JOHANNES;  
KÖNINGSMANN, BERND y  
BÄR, MIRKO**

74 Agente/Representante:

**VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro**

**ES 2 747 448 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

Reactor de extracción así como procedimiento para la extracción de material granular

5 La presente invención se refiere a un reactor de extracción con el que se puede extraer material granular, especialmente poliamida granular, y en el que durante la extracción, con un líquido de extracción se sueltan componentes solubles del material granular. En el caso de materiales de poliamida, estos son por ejemplo componentes oligoméricos o monoméricos que durante la reacción de policondensación para la elaboración de los materiales de poliamida han quedado en el material granular.

10 Los oligómeros (OM) y monómeros del material bruto caprolactama (y OM de las materias brutas que se requieren para la elaboración de copolímeros) que durante la policondensación de poliamida 6 (o poliamida 6 con una parte de copolímero < 30%) quedan en la masa fundida deben separarse en una unidad de extracción postconectada. El contenido en OM generalmente es superior a 6% en masa. La separación generalmente se realiza mediante un proceso de extracción en 1 o múltiples etapas. Durante ello, el polímero enfriado y triturado en forma de granulado se conduce en contracorriente a un líquido de extracción (generalmente, agua con diferentes contenidos de caprolactama). El líquido de extracción absorbe los monómeros y los oligómeros (sustancias extraíbles) del granulado polimérico, el contenido total de sustancias extraíbles puede reducirse en el granulado a menos de 1 % en masa. El líquido de extracción que queda en el polímero en lugar de las sustancias extraíbles debe eliminarse en una etapa de secado subsiguiente. Generalmente, el guiado del flujo es tal que el granulado se guía en un lecho filtrante desde arriba hacia abajo pasando por el depósito de extracción, siendo guiado el líquido de extracción desde abajo hacia arriba. Un flujo homogéneo de granulado y líquido de extracción debe garantizarse mediante piezas incorporadas.

25 Los documentos US4002430A, DE19752182A1, DD206999A1 y US4160647A describen un reactor y un procedimiento para la extracción por líquido para granulado de poliamida.

30 A causa de la distinta solubilidad de monómeros y oligómeros en el líquido de extracción, la extracción frecuentemente se realiza en dos (o varios) pasos. En una primera etapa, los oligómeros se separan con un líquido de extracción adecuado (generalmente agua con una parte de caprolactama de 5 a 50% en masa, preferentemente 12 a 25% en masa). En una (o varias) etapas de extracción adicionales, por medio de un líquido de extracción adecuado (generalmente agua con una parte de caprolactama inferior a 0,5% en masa, preferentemente inferior a 0,1% en masa), los monómeros y el resto de oligómeros que han quedado se eliminan del polímero.

35 En la extracción de monómeros y oligómeros de poliamida 6 (con o sin copolímeros) se observa una fuerte dependencia de la temperatura de extracción. Básicamente, se puede decir que a temperaturas elevadas aumentan fuertemente la velocidad y la efectividad de extracción. En la práctica, se ajusta una temperatura de extracción que es ligeramente inferior a la temperatura de ebullición atmosférica del líquido de extracción.

40 La temperatura de extracción máxima que no debe excederse durante la extracción por líquido se define por la hidrólisis de la poliamida 6 a altas temperaturas en un ambiente acuoso. Para evitar un daño del polímero, se debe evitar una temperatura de extracción de 140 °C, preferentemente de 130 °C, con el uso agua con un contenido en caprolactama de hasta 25% en peso como líquido de extracción y con tiempos de permanencia de más de 1 h.

45 Otro factor limitador para la temperatura de extracción es la temperatura de ebullición local dentro de la columna de extracción que se define por la presión hidrostática. Esta temperatura no debe excederse para evitar repercusiones negativas en el proceso.

50 Para seguir aumentando la temperatura de extracción por encima del punto de ebullición atmosférico del líquido de extracción se usan varias posibilidades.

1. El aprovechamiento de la altura hidrostática del reactor de extracción, la temperatura del líquido de extracción en la entrada es ligeramente inferior a la temperatura de ebullición local del líquido de extracción en la entrada a la columna de extracción, pero superior a la temperatura de ebullición atmosférica en la cabeza de la columna de extracción. El enfriamiento del líquido de extracción por el granulado que fluye en contracorriente, de manera que en la salida, la temperatura del líquido de extracción es en todo momento inferior a la temperatura de ebullición atmosférica. Usando un depósito de pre-extracción para la separación de oligómeros, la temperatura de entrada del granulado, sin embargo, es tan alta que apenas puede producirse un enfriamiento del líquido de extracción. La efectividad es baja, ya que es posible sólo un ligero sobrecalentamiento del líquido de extracción entrante. La extracción se realiza en un depósito sin presión.

60 Por una menor temperatura y una creciente concentración de monómeros en la parte superior del extractor aumenta la densidad del líquido de extracción. Existe el peligro de una inversión del flujo, en cuyo caso, el líquido pesado de la parte superior del extractor fluye rápidamente a la parte inferior del extractor. Se perturba la distribución de flujo del granulado y resulta una distribución inhomogénea del tiempo de permanencia con pérdidas de calidad.

65 2. El aprovechamiento de la altura hidrostática del reactor de extracción, la temperatura del líquido de extracción

en la entrada es notablemente superior a la temperatura de ebullición atmosférica del líquido de extracción en la cabeza de la columna de extracción, pero inferior a la temperatura de ebullición local. En la zona central del extractor, una parte del líquido de extracción se retira y se enfría fuera del extractor. A continuación, el flujo de líquido se vuelve a introducir en el extractor por encima del punto de toma, por lo que resulta una temperatura de mezcla del líquido de extracción que es igual o inferior a la temperatura de ebullición local del líquido de extracción (véase por ejemplo el documento US-2010/0048860A1). De esta manera, en la parte inferior del extractor se puede alcanzar una temperatura de extracción máxima superior a 120 °C, resultando prácticamente una extracción en 2 etapas. La efectividad de la extracción es alta, ya que la parte inferior del extractor puede hacerse funcionar a una alta temperatura. La extracción se realiza en un depósito sin presión.

Por una temperatura claramente menor y una creciente concentración de monómeros en la parte superior del extractor aumenta fuertemente la densidad del líquido de extracción. Resulta un claro límite de temperatura que aumenta aún notablemente más el peligro de una inversión de flujo en comparación con el procedimiento según 1. De ello resulta un peligro para el personal operario, ya que el líquido sobrecalentado fluye hacia la superficie y allí entra espontáneamente en ebullición intensa. Se perturba la distribución de flujo del granulado y resulta una distribución inhomogénea del tiempo de permanencia con pérdidas de calidad.

3. El funcionamiento del reactor de extracción como extracción a presión. El granulado de una etapa de pre-extracción se bombea por medio de presión de bomba al extractor, donde a causa de la mayor presión se puede ajustar durante el curso total de la extracción una mayor temperatura (véase el documento DE10124579A1), sin que se produzca una ebullición local. De esta manera, resulta una efectividad muy alta de la extracción, ya que la temperatura puede elevarse a través de la altura total del extractor. Por la realización del extractor como depósito a presión resultan mayores gastos y costes.

Por una menor temperatura y una creciente concentración de monómeros en la parte superior del extractor aumenta la densidad del líquido de extracción. Existe el peligro de una inversión del flujo, en cuyo caso, el líquido pesado de la parte superior del extractor fluye rápidamente a la parte inferior del extractor. Se perturba la distribución de flujo del granulado y resulta una distribución inhomogénea del tiempo de permanencia con pérdidas de calidad.

Todas las variantes tienen en común que tienen un perfil de temperatura interno que depende sólo de la temperatura de entrada del granulado y del líquido de extracción así como de las pérdidas de calor a través de la superficie del reactor de extracción. No es posible ajustar un gradiente de temperatura regulado individualmente, en el caso óptimo a cualquier altura del extractor, con una diferencia mínima con respecto a la temperatura de ebullición local del líquido de extracción.

Generalmente, el guiado del flujo para el granulado y el líquido de extracción dentro del extractor mediante el uso de piezas incorporadas cónicas (véase el esbozo 2, de: Fourne, Franz, "Synthetische Fasern", München, Wien, 1995). Esto conlleva una dependencia de capacidad que es proporcional a la superficie de extracción horizontal y, por tanto, a la altura del extractor. Esto significa que con altas capacidades (> 100 toneladas de PA/día), los extractores tienen una altura de construcción tan grande que resultan determinantes para la altura del edificio. Por lo tanto, la construcción actual de los extractores con una creciente capacidad conduce directamente a costes adicionales en la técnica de edificios.

Por lo tanto, el objetivo consiste en desarrollar un reactor de extracción que ofrezca la posibilidad de ajustar un gradiente de temperatura individual a través de la altura del reactor de extracción. Este debe poder regularse automáticamente en función de la capacidad de la instalación y del contenido de monómeros y oligómeros deseado en el producto final. La temperatura máxima en el reactor de extracción debe ser en cualquier punto al menos 0,5 °C (preferentemente al menos 2,0 °C) inferior a la temperatura de ebullición del líquido de extracción con la presión hidrostática correspondiente del líquido. Además, debe existir la posibilidad de conseguir una temperatura de extracción máxima con un tiempo de permanencia lo más corto posible, pero sin excederla (por ejemplo, para evitar un daño del producto por hidrólisis).

Además, la presente invención tiene el objetivo de proporcionar un procedimiento de extracción con el que especialmente material granular a base de polímero PA6 pueda extraerse de manera eficiente, es decir, despejarse de componentes monoméricos u oligoméricos.

Este objetivo se consigue con respecto al reactor de extracción con las características de la reivindicación 1, con respecto al procedimiento de extracción con las características de la reivindicación 13. Las respectivas reivindicaciones dependientes constituyen variantes ventajosas.

Según la invención, por lo tanto, se proporciona un reactor de extracción que resulta adecuado para la extracción por líquido de material granular, por ejemplo, poliamidas y de forma especialmente preferible poliamidas basadas en poliamida 6. El reactor de extracción según la presente invención comprende al menos un tubo de flujo de extensión vertical que contiene una pluralidad de elementos intercambiadores de calor realizados de forma horizontal que llenan totalmente o parcialmente la sección transversal del tubo de flujo y que pueden ser atravesados por el material granular y el líquido de extracción, dividiendo la pluralidad de elementos intercambiadores de calor el tubo de flujo en compartimentos verticales individuales. Además, el reactor de extracción comprende al menos una entrada, situada en la cabeza, para el material granular, al menos una salida, situada en el fondo, para el material

granular, al menos un suministro, situado en el fondo, para el líquido de extracción así como al menos una salida, situada en la cabeza, para el líquido de extracción.

5 El reactor de extracción según la presente invención, por lo tanto, está realizado por medio de un tubo de flujo vertical para granulado de poliamida. El granulado se guía desde arriba hacia abajo en un lecho relleno. En contracorriente se guía un líquido de extracción. El líquido de extracción se distribuye, a través de un distribuidor de líquido adecuado en el extremo inferior del reactor de extracción, por la sección transversal del reactor de extracción. El granulado descendente y el líquido ascendente se distribuyen, por medio de piezas de flujo incorporadas (fondos de casetón), homogéneamente por el diámetro, de manera que resulta un flujo tapón para el líquido y el granulado.

10 De esta manera, el reactor de extracción según la invención permite una eficiencia máxima de un procedimiento de extracción realizado con este, mediante un aprovechamiento total del volumen.

15 Con la invención se pueden realizar las siguientes ventajas: La regulación de temperatura del líquido de extracción es posible a través de la altura completa del lecho de extracción.

20 Se puede realizar un ajuste de un gradiente de temperatura individual con la máxima eficiencia con el ajuste de un gradiente de temperatura a la o ligeramente por debajo de la temperatura de ebullición local del líquido de extracción.

El guiado del flujo a través de fondos de casetón compuestos de elementos de flujo individuales garantiza una altura del lecho de extracción independientemente de la capacidad de extracción, lo que permite una reducida altura de construcción con altas capacidades.

25 El control de la temperatura y del flujo impide una inversión del flujo incluso en caso de una alta diferencia de densidad entre la cabeza y el fondo del reactor de extracción.

30 Además, con el reactor de extracción según la invención se puede garantizar que las piezas de flujo incorporadas se ejecutan de una manera que la altura resultante del reactor de extracción es independiente de la capacidad de extracción requerida.

Según una forma de realización preferible, en el reactor de extracción existen al menos 2, preferentemente al menos 3, de forma más preferible 4 a 30, especialmente 8 a 12 elementos intercambiadores de calor.

35 Otra forma de realización a modo de ejemplo del reactor de extracción prevé que los elementos intercambiadores de calor están dispuestos en sentido vertical

a) de forma equidistante entre sí, y/o

40 b) a distintas distancias entre sí.

45 En el caso de que los elementos intercambiadores de calor están dispuestos a distintas distancias entre sí, se puede calcular un ajuste de la distancia en función de la temperatura, la densidad y el gradiente de concentración del líquido de extracción y se pueden ajustar y realizar de manera correspondiente las distancias de los elementos intercambiadores de calor. Según una forma de realización de este tipo, el comportamiento de extracción del reactor de extracción puede adaptarse en detalle al granulado que ha de ser extraído respectivamente. Los elementos intercambiadores de calor pueden estar preinstalados fijamente en el reactor de extracción, pero también es posible que los elementos intercambiadores de calor puedan ajustarse en altura, de tal forma que los elementos intercambiadores de calor puedan variarse en altura para diferentes fines de extracción. Sin embargo, resulta preferible que los elementos intercambiadores de calor estén preinstalados fijamente.

50 Ejemplos de formas de realización de los elementos intercambiadores de calor mencionados anteriormente están seleccionados de entre el grupo compuesto por fondos de casetón, fondos incorporados, construcciones en serpentín así como combinaciones de estos.

55 En el caso de múltiples elementos intercambiadores de calor, puede estar previsto que estos estén seleccionados de entre el mismo grupo, aunque igualmente es posible seleccionar diferentes elementos intercambiadores de calor de entre las posibilidades mencionadas anteriormente.

60 En los elementos intercambiadores de calor resultan especialmente preferibles los fondos de casetón. Estos pueden comprender entre 9 y 96, preferentemente entre 33 y 61 elementos de flujo individuales, que presenten respectivamente un espacio separado para material granular y líquido de extracción así como un espacio unido para un medio para el intercambio de calor.

65 Los elementos de flujo individuales especialmente ventajosos presentan una sección transversal cuadrada o hexagonal en el sentido de flujo/el sentido vertical y una entrada cónica de granulado, un túnel de paso así como

una salida cónica de granulada.

Los fondos de casetón se componen preferentemente de elementos de flujo individuales (cuadrados o hexagonales) que se ensamblan unos al lado de otros formando un fondo completo. La transición hacia la pared del reactor se cierra por medio de chapas adaptadas. De esta manera, queda formado un espacio cerrado de medio calentador que está separado del espacio de granulada/de líquido de extracción. El espacio de medio calentador debe ser atravesado desde fuera, a través de tubuladuras, por un medio portador de calor (preferentemente agua, una mezcla de agua y alcohol o de agua y caprolactama). De esta manera, cada fondo de casetón actúa como intercambiador de calor. La realización de los fondos de casetón como combinación de elementos de flujo individuales conduce a una independencia de la altura del lecho de extracción de su diámetro. Los elementos de flujo individuales están concebidos de tal forma que sólo garantizan una homogeneización del flujo de granulada y de líquido en función de diferencias de densidad, velocidades de flujo, diferencias de concentración y la distancia hacia el elemento de flujo siguiente por encima y por debajo. No es de importancia el diámetro del reactor de extracción. En caso de una mayor capacidad de extracción que conduce a un mayor diámetro del reactor de extracción, se aumenta el número de los elementos de flujo individuales, no siendo necesario modificar el número de fondos de casetón o su distancia. De ello resulta una altura constante del lecho de extracción incluso en caso de una mayor capacidad de extracción ( $\geq 3.500 \text{ kg/h}$ ).

El requisito para la ejecución de los fondos de casetón es que se compongan de elementos de flujo individuales que se instalan unos al lado de otros formando una construcción de conjunto. La distancia horizontal de un fondo de casetón al siguiente situado por encima se calcula en función de la dimensión de los elementos de flujo individuales y de las diferencias de densidad entre una construcción de conjunto y otra construcción de conjunto. De esta manera, se consigue evitar de manera segura una inversión del flujo. Alternativamente, se puede usar una construcción en serpentín que tiene un efecto en el flujo, comparable al fondo de casetón descrito anteriormente.

En caso de un mayor diámetro, debido a una mayor capacidad de extracción, se modifica el número de los elementos de flujo individuales por construcción de conjunto, pero no la dimensión de los elementos individuales. De esta manera, la altura total de todos los elementos de flujo dentro del reactor de extracción (longitud cilíndrica del reactor de extracción) se mantiene independiente de la capacidad de extracción total. Alternativamente, en caso de un mayor diámetro del reactor de extracción se puede aumentar el diámetro de la construcción en serpentín.

El número de los fondos de casetón varía de 4 a 30, preferentemente de 8 a 12, en función de la calidad de extracción que ha de ser alcanzada y de la longitud del reactor de extracción. El número de los elementos de flujo individuales dentro de un fondo de casetón puede situarse entre 9 y 96, preferentemente entre 33 y 61.

El suministro para el líquido de extracción comprende preferentemente un distribuidor de líquido, con el que el líquido de extracción suministrado puede distribuirse por la sección transversal completa del tubo de flujo.

Otra forma de realización ventajosa del reactor de extracción prevé que al menos algunos o todos los compartimentos contienen un sensor de temperatura ( $T_C$ ) para la determinación de la temperatura del material granular existente en el respectivo compartimento y/o del líquido de extracción.

Además, es posible que cada elemento intercambiador de calor presente

- a) una entrada separada para un medio para el intercambio de calor, que presenta una válvula de regulación, a través de la que se puede regular la cantidad del medio para el intercambio de calor que atraviesa el respectivo elemento intercambiador de calor,
- b) una primera entrada separada para un primer medio para el intercambio de calor así como una segunda entrada separada para un segundo medio para el intercambio de calor, estando termostregulados de maneras distintas el primer y el segundo medio, estando conectadas respectivamente la primera y la segunda entrada por pares, a través de una válvula de tres vías, a respectivamente un elemento intercambiador de calor, o
- c) un circuito separado para un medio para el intercambio de calor con una bomba de circulación y un con intercambiador de calor.

Según una primera alternativa de la reivindicación 1, se pueden termostregular varios elementos intercambiadores de calor por grupos. Esto se realiza de tal forma que varios elementos intercambiadores de calor, preferentemente 2 a 6, de forma especialmente preferible 2 a 3 elementos intercambiadores de calor, están dispuestos en grupos de elementos intercambiadores de calor, de tal forma que para cada grupo, los elementos intercambiadores de calor conectados unos detrás de otros en serie, comenzando por el elemento intercambiador de calor situado arriba del todo en sentido vertical de cada grupo, son atravesados por un medio para el intercambio de calor.

De la misma manera, es posible una alimentación paralela del medio intercambiador de calor a varios elementos intercambiadores de calor.

Según una segunda alternativa de la reivindicación 1, la pluralidad de elementos intercambiadores de calor conectados unos detrás de otros en serie, comenzando por el elemento intercambiador de calor más situado arriba del todo en sentido vertical, es travesada por un medio para el intercambio de calor, que preferentemente es el líquido de extracción, siendo introducido el medio para el intercambio de calor, preferentemente el líquido de extracción, en el reactor de extracción a través del suministro situado en el fondo, tras pasar por el último elemento intercambiador de calor.

Después del último elemento intercambiador de calor (es decir, visto en el sentido de extracción desde arriba hacia abajo, el elemento intercambiador de calor situado abajo del todo, contenido en el reactor de extracción) y antes del suministro situado en el fondo, preferentemente están dispuestos un intercambiador de calor para la termorregulación del medio para el intercambio de calor, preferentemente del líquido de extracción, y/o una bomba.

El intercambiador de calor o la bomba están contenidos o dispuestos en el conducto de unión que une los distintos elementos intercambiadores de calor conectados sucesivamente en serie.

Igualmente, puede estar previsto que con una disposición de este tipo de los distintos elementos intercambiadores de calor (conexión en serie), después de cada elemento intercambiador de calor exista un intercambiador de calor para la termorregulación del medio para el intercambio de calor, preferentemente del líquido de extracción.

El reactor de extracción puede hacerse funcionar bajo presión ambiente o bajo sobrepresión (1,0 bar absoluto a 3,0 bares absolutos, preferentemente 1,0 bar absoluto a 2,0 bares absolutos).

El guiado del flujo del medio portador de calor por los fondos de casetón puede realizarse en tres variantes (opciones 1, 2, 3, ejemplos con respectivamente 4 circuitos de regulación):

Opción 1: un atravesamiento con una temperatura constante del medio portador de calor por cada fondo de casetón o grupo de fondos de casetón: cada fondo de casetón individual (o grupos de hasta 6 fondos de casetón) está provisto de una regulación de temperatura separada. En función de la temperatura del medio de extracción en los compartimentos individuales por encima de los fondos de casetón, el caudal del medio portador de calor individual se regula de tal forma que la temperatura del medio de extracción alcance el valor deseado. La temperatura del medio portador de calor se mantiene constante en la entrada durante ello.

Opción 2: un atravesamiento con un caudal constante del medio portador de calor: cada fondo de casetón individual (o grupos de hasta 6 fondos de casetón) está provisto de una regulación de temperatura separada. En función de la temperatura del medio de extracción por encima de los fondos de casetón, la temperatura del flujo individual de medio portador de calor se regula de tal forma que la temperatura del medio de extracción en los compartimentos individuales alcance el valor deseado. Para ello, se usa o bien una válvula mezcladora de 3 vías que en el intervalo de regulación completo tiene un caudal constante (véanse las figuras), o bien, un circuito de medio portador de calor accionado con una bomba, a través del fondo de casetón con un caudal de flujo constante y un intercambiador de calor para el ajuste de la temperatura.

Opción 3: el guiado del medio portador de calor en contracorriente con un caudal proporcional. El líquido de extracción se utiliza como medio portador de calor y se guía primero en contracorriente al líquido de extracción y en corriente paralela al granulado de poliamida por los fondos de casetón [B] individuales en serie. Para el ajuste del perfil de temperatura, el medio portador de calor puede ser calentado o enfriado por intercambiadores de calor [C] entre los distintos fondos de casetón. Después de la salida por el fondo de casetón situado abajo del todo, el medio portador de calor se pone a la temperatura de extracción en un intercambiador de calor [E] y, en caso de necesidad, se conduce con presión de bomba [D], como líquido de extracción, al reactor de extracción [A]. Dado que la cantidad de líquido de extracción se regula de forma proporcional a la cantidad de granulado alimentada, también la cantidad del medio portador de calor se mantiene proporcional a la cantidad de granulado. De esta manera, el perfil de temperatura se mantiene constante a lo largo del intervalo de capacidad completo.

También son posibles versiones mixtas de las 3 opciones. Los fondos de casetón [C] pueden reunirse en grupos, de manera que para un grupo de 2 a 6, preferentemente de 2 a 3 fondos de casetón se forma un circuito de regulación de temperatura. El medio portador de calor se guía por los fondos de casetón pertenecientes en serie.

La presente invención se refiere igualmente a un procedimiento para la extracción de componentes monoméricos u oligoméricos solubles en un líquido de extracción, preferentemente  $\epsilon$ -caprolactama o poliamida 6 oligomérica, a partir de un material granular, preferentemente un granulado de poliamida 6 o un granulado de copolímeros de poliamida 6 con un reactor de extracción según la invención, descrito anteriormente, en el que un material granular se alimenta al tubo de flujo de extensión vertical, a través de la al menos una entrada situada en la cabeza, y se guía verticalmente hacia abajo en dirección hacia la al menos una salida situada en el fondo y allí se evacúa del reactor de extracción, y en el cual un líquido de extracción se alimenta, a través del al menos un suministro situado en el fondo, al tubo de flujo de extensión vertical y se guía, en contracorriente al material granular, en dirección hacia la al menos una salida situada en la cabeza y se evacúa allí, y en el cual a través de la pluralidad de elementos

intercambiadores de calor se genera un gradiente de temperatura vertical en el tubo de flujo.

Por lo tanto, el procedimiento de extracción según la invención se ejecuta por medio de un tubo de flujo vertical para granulado de poliamida. El granulado se guía desde arriba hacia abajo en un lecho relleno. Para ello, en contracorriente al flujo de granulado se guía un líquido de extracción adecuado que absorbe monómeros y oligómeros del granulado (extracción) y las lleva consigo saliendo del reactor. La calidad de extracción alcanzable depende principalmente de los parámetros de funcionamiento temperatura, concentración en el líquido de extracción, velocidad de paso y tiempo de permanencia.

Especialmente, en un procedimiento realizado de esta forma se prevé que a través de la pluralidad de los elementos intercambiadores de calor se ajustan en el tubo de flujo temperaturas que aumentan desde arriba hacia abajo.

Preferentemente, el gradiente de temperatura se ajusta de tal forma que la temperatura máxima del líquido de extracción dentro del tubo de flujo es en cada punto al menos 0,5 °C a 10 °C, preferentemente 2 °C a 7 °C inferior al punto de ebullición del líquido de extracción con la presión hidrostática dada. Adicionalmente, el control de temperatura puede realizarse de tal forma que se alcance rápidamente una temperatura máxima predefinida, pero que nunca se exceda (para evitar daños de material por hidrólisis).

La presión existente dentro del tubo de flujo se ajusta preferentemente a entre 1,0 y 3,0 bares absolutos, preferentemente a entre 1,0 y 2,0 bares absolutos.

Una presión correspondiente puede medirse por ejemplo en la cámara de gas en la cabeza del reactor de extracción. Las presiones indicadas anteriormente designan la presión absoluta frente al vacío absoluto.

El procedimiento puede realizarse especialmente en las tres variantes mencionadas a continuación, en las que cada elemento intercambiador de calor presenta

a) una entrada separada para un medio para el intercambio de calor, que presenta una válvula de regulación, a través de la que se puede regular la cantidad del medio para el intercambio de calor que atraviesa el respectivo elemento intercambiador de calor, siendo atravesado cada elemento intercambiador de calor con un medio termorregulado de forma idéntica para el intercambio de calor y variándose la cantidad del medio por cada elemento intercambiador de calor o grupo de elementos intercambiadores de calor,

b) una primera entrada separada para un primer medio para el intercambio de calor así como una segunda entrada separada para un segundo medio para el intercambio de calor, estando termorregulados el primer y el segundo medio de maneras distintas, estando conectadas respectivamente la primera y la segunda entrada por pares, a través de una válvula de tres vías, a respectivamente un elemento intercambiador de calor, ajustándose una temperatura definida mediante diferentes proporciones de mezcla del primer y del segundo medio para cada elemento intercambiador de calor o grupo de elementos intercambiadores de calor, o

c) un circuito separado para un medio para el intercambio de calor con una bomba de circulación y con un intercambiador de calor, ajustándose por separado la temperatura y/o la cantidad del medio para cada elemento intercambiador de calor o grupo de elementos intercambiadores de calor.

El gradiente de temperatura se puede ajustar especialmente de tal forma que la pluralidad de elementos intercambiadores de calor conectados unos detrás de otros en serie, comenzando por el elemento intercambiador de calor situado arriba del todo en sentido vertical, es atravesada por un medio para el intercambio de calor que preferentemente es el líquido de extracción, y tras el paso por el último elemento intercambiador de calor, el medio para el intercambio de calor, preferentemente el líquido de extracción, se introduce, a través del suministro situado en el fondo, en el reactor de extracción y, antes de la introducción, se calienta por medio de un intercambiador de calor a una temperatura de extracción predeterminada, existente en el suministro situado en el fondo.

El ajuste de la temperatura en el tubo de flujo que se hace funcionar en contracorriente se realiza mediante varios (4 a 30, preferentemente 8 a 12) fondos incorporados (p.ej. fondos de casetón) que actúan como intercambiadores de calor. De esta manera, la temperatura del líquido y por tanto también la temperatura del granulado pueden ajustarse en pasos pequeños, de manera que se puede ajustar un gradiente de temperatura prácticamente homogéneo a lo largo de la longitud del reactor de extracción. Alternativamente, se puede usar una construcción en serpentín que es atravesada por un medio portador de calor y que actúa como intercambiador de calor.

La refrigeración o el calentamiento del flujo de líquido de extracción se realizan a través de un medio portador de calor líquido (preferentemente agua) que atraviesa los fondos de casetón por el lado interior.

Por el gradiente de temperatura en pasos pequeños, a lo largo de las piezas de flujo incorporadas resultan sólo pequeñas diferencias de temperatura que traen consigo una reducida diferencia de densidad a lo largo de las piezas de flujo incorporadas. Por consiguiente, es reducida la fuerza de propulsión que podría provocar una inversión del flujo.

5 Los fondos de casetón pueden reunirse en grupos, de manera que para un grupo de 2 a 6, preferentemente de 2 a 3 fondos de casetón queda formado un circuito de regulación de temperatura. El medio portador de calor se hace pasar por los fondos de casetón pertenecientes en serie. El guiado del medio portador de calor por el reactor de extracción puede realizarse en 3 variantes distintas (véanse las opciones 1, 2, 3, ejemplos con respectivamente 4 circuitos de regulación de temperatura).

Opción 1: la regulación a través de una temperatura constante:

10 Cada fondo de casetón individual (o grupos de hasta 6 fondos de casetón) está provisto de una regulación de temperatura separada. En función de la temperatura del medio de extracción por encima de los fondos de casetón, el caudal de los flujos de medio portador de calor individuales se regula de tal forma que la temperatura del medio de extracción alcanza el valor deseado. El número de circuitos de regulación se sitúa entre 2 y el número total de fondos de casetón preferentemente se sitúa entre 4 y 6.

15 La temperatura de los medios portadores de calor (12, 13, 14, 15) es inferior a la respectiva temperatura de extracción (2, 3, 4, 5). La temperatura en la zona de salida de granulado del reactor de extracción (1) se ajusta mediante la temperatura del líquido de extracción (11). La temperatura de salida del líquido de extracción (16) corresponde a una temperatura mixta a partir de la temperatura de extracción (5) máxima regulada y la temperatura de entrada de granulado (6).

Opción 2: la regulación a través de un caudal constante:

25 Cada fondo de casetón individual (o grupos de hasta 6 fondos de casetón) está provisto de una regulación de temperatura separada. En función de la temperatura del medio de extracción por encima de los fondos de casetón, la temperatura de los flujos de medio portador de calor individuales se regula de tal forma que la temperatura del medio de extracción alcanza el valor deseado. La cantidad de circuitos de regulación se sitúa entre 2 y el número total de fondos de casetón, preferentemente entre 4 y 6.

30 En el caso del uso de válvulas mezcladoras para el ajuste de temperatura (ejemplo, opción 2), con el que la temperatura del medio portador de calor se mezcla a partir de un medio calentador y un medio refrigerante, la temperatura de los medios calentadores es superior a la respectiva temperatura de extracción en el respectivo compartimento. La temperatura de los medios refrigerantes es inferior a la respectiva temperatura de extracción en el respectivo compartimento. La temperatura en la zona de salida de granulado del reactor de extracción se ajusta por la temperatura del líquido de extracción. La temperatura de salida del líquido de extracción corresponde a una temperatura mixta a partir de la temperatura de extracción máxima regulada y la temperatura de entrada de granulado.

Opción 3: el medio portador de calor en contracorriente con un caudal proporcional:

40 El líquido de extracción se utiliza como medio portador de calor y se guía en contracorriente al líquido de extracción y en corriente paralela al granulado de poliamida por los fondos de casetón individuales en serie. Para el ajuste del perfil de temperatura, el medio portador de calor puede ser calentado o enfriado por intercambiadores de calor entre los distintos fondos de casetón. Esto se realiza en función de la temperatura del medio de extracción por encima del fondo de casetón. Después de la salida por el fondo de casetón situado abajo del todo, el medio portador de calor se pone a la temperatura de extracción en un intercambiador de calor y, en caso de necesidad, se conduce con presión de bomba, como líquido de extracción, al reactor de extracción. Dado que la cantidad de líquido de extracción se regula de forma proporcional a la cantidad de granulado alimentada, también la cantidad del medio portador de calor se mantiene proporcional a la cantidad de granulado. De esta manera, el perfil de temperatura se mantiene constante a lo largo del intervalo de capacidad completo.

55 La temperatura de extracción (2, 3, 4, 5) se forma como temperatura mixta a partir de la temperatura del granulado que entra desde arriba y de la temperatura del líquido de extracción que entra en el espacio desde debajo de forma termorregulada por el medio portador de calor calentado o refrigerado. La temperatura en la zona de salida de granulado del reactor de extracción (1) se ajusta mediante la temperatura del líquido de extracción (21) calentado. La temperatura de salida del líquido de extracción (16) corresponde a una temperatura mixta formada por la temperatura de extracción (5) máxima regulada y la temperatura de entrada de granulado (6).

En particular

- 60 a) como líquido de extracción se emplea agua o una mezcla de agua y  $\epsilon$ -caprolactama y/o
- b) como medio para el intercambio de calor se emplea agua, una mezcla de agua y un alcohol mezclable con agua o una mezcla de agua y  $\epsilon$ -caprolactama.

65 La presente invención se explica en detalle con la ayuda de las siguientes formas de realización así como de las

figuras adjuntas, pero sin limitar la invención a los parámetros representados.

Muestran:

- 5 la figura 1 una primera forma de realización de un reactor de extracción según la invención  
 la figura 2 una segunda forma de realización de un reactor de extracción según la invención  
 la figura 3 una tercera forma de realización de un reactor de extracción según la invención  
 la figura 4 un fondo de casetón que se puede insertar en un reactor de extracción según la invención, en una  
 vista en planta desde arriba  
 10 la figura 5 una sección transversal a través de elementos de flujo individuales de un fondo de casetón  
 representado en la figura 4, así como  
 la figura 6 un gradiente de temperatura que con un reactor de extracción según la invención puede realizarse a lo  
 largo de la altura completa.

15 La figura 1 muestra una primera forma de realización de un reactor de extracción según la invención. El reactor de  
 extracción comprende un tubo de flujo A dispuesto verticalmente en el que están insertados varios, en el ejemplo de  
 la figura 1 en total cuatro, elementos intercambiadores de calor B extendiéndose en sentido vertical. Los elementos  
 intercambiadores de calor rellenan la sección transversal completa del tubo de flujo A. En la figura 1, los elementos  
 intercambiadores de calor B están dispuestos de forma equidistante. Por los elementos intercambiadores de calor B,  
 20 el tubo de flujo A se divide en compartimentos 1, 2, 3, 4, 5 individuales. El reactor de extracción dispone de una  
 entrada 6 situada en la cabeza, a través de la que se puede suministrar al reactor de extracción un material granular,  
 por ejemplo, un granulado de PA6. El material granular suministrado por el lado de la cabeza pasa por el reactor de  
 extracción desde arriba hacia abajo, durante lo que se extrae en el reactor de extracción, y abandona el reactor de  
 extracción por la salida 7 situada en el fondo. Además, el reactor de extracción dispone de una entrada 8 para  
 25 líquido de extracción 11, que está dispuesta en el fondo, estando dispuesta la entrada 8 situada en el fondo después  
 del último elemento intercambiador de calor, es decir, como elemento situado abajo del todo en el reactor de  
 extracción. A través de la entrada 8 para líquido de extracción 11, en el lado del fondo se puede alimentar líquido de  
 extracción 11 al reactor de extracción. El líquido de extracción atraviesa el reactor de extracción desde abajo hacia  
 arriba y se vuelve a sacar del reactor de extracción a través de un desagüe o una salida 16 dispuestos en la cabeza.  
 30 De esta manera, con un reactor de extracción según la invención se puede realizar una extracción en  
 contracorriente.

Según la forma de realización según la figura 1 está previsto que cada elemento intercambiador de calor B puede  
 ser atravesado por un medio intercambiador de calor a través de una entrada 12, 13, 14, 15 separada. Cada  
 35 elemento intercambiador de calor B dispone igualmente de una salida separada para un fluido intercambiador de  
 calor correspondiente. La regulación de la cantidad del medio intercambiador de calor que atraviesa un respectivo  
 elemento intercambiador de calor B, puede controlarse para cada entrada 12, 13, 14, 15 por medio de una válvula  
 12a, 13a, 14a, 15a separada. Cada válvula puede controlarse por ejemplo también a través de un sensor de  
 temperatura TC, de manera que en cada compartimento 2, 3, 4, 5 pueden ajustarse por ejemplo temperaturas  
 40 predefinidas y por la regulación del caudal o de la temperatura de un fluido intercambiador de calor que atraviesa un  
 respectivo elemento intercambiador de calor B se puede ajustar la temperatura predefinida.

La figura 2 muestra otra forma de realización de un reactor de extracción según la invención. Los mismos elementos  
 se describen con los mismos signos de referencia que ya se usaron en la figura 1. A diferencia de la forma de  
 45 realización según la figura 1, el reactor de extracción según la figura 2 se diferencia por un mando distinto o una  
 alimentación distinta de los elementos intercambiadores de calor B con medios intercambiadores de calor. Cada  
 elemento intercambiador de calor B dispone de dos entradas 12 y 13 y 23, 14 y 24 o 15 y 25 separados, con las  
 que al respectivo elemento intercambiador de calor B pueden suministrarse respectivamente dos medios distintos  
 para el intercambio de calor. Por ejemplo, puede estar previsto que la temperatura del primer medio 12, 13, 14, 15  
 50 sea superior a la temperatura del segundo medio 22, 23, 24, 25. A través de la respectiva proporción de mezcla de  
 los dos primeros y segundos medios suministrados a través de las dos entradas 12 y 22, 13 y 23, 14 y 24, 15 y 25  
 correspondientes, que se puede ajustar a través de una válvula de tres vías o válvula de mezcla 12b, 13b, 14b, 15b  
 correspondiente pueden termorregularse de maneras distintas los respectivos elementos intercambiadores de calor  
 B. La cantidad total de medios que se hace pasar respectivamente por los elementos intercambiadores de calor B se  
 55 puede mantener constante, aunque también se puede variar.

La figura 3 muestra otra forma de realización de un reactor de extracción según la invención según la presente  
 invención. También aquí, los mismos signos de referencia designan los mismos elementos como ya se ha descrito  
 en las figuras anteriores. También la forma de realización según la figura 3 se diferencia de las formas de realización  
 60 anteriores por una alimentación distinta de los respectivos elementos intercambiadores de calor B con medios  
 intercambiadores de calor. En el caso del ejemplo de la figura 3, el medio intercambiador de calor atraviesa en serie  
 los distintos elementos intercambiadores de calor B, comenzando por el elemento intercambiador de calor situado  
 arriba del todo. Tras el paso por el último elemento intercambiador de calor B, el medio intercambiador de calor se  
 suministra al reactor de extracción a través de la entrada 8 situada en el fondo. Según esta forma de realización, por  
 65 tanto, el medio intercambiador de calor empleado es el líquido de extracción 11. Tras el paso del primer elemento  
 intercambiador de calor B dispuesto arriba del todo, el medio intercambiador de calor o el líquido de extracción 11 se

5 suministran al segundo elemento intercambiador de calor B, a través de una tubería separada. En esta tubería, es decir, entre el primer y el segundo elemento intercambiador de calor B puede estar dispuesto un intercambiador de calor C, con el que se puede realizar una termostatación del medio intercambiador de calor o del líquido de extracción 11. Adicionalmente, el reactor de extracción según la figura 3 dispone de una bomba D que está dispuesta en el curso de líquido del medio intercambiador de calor o del líquido de extracción 11. A la bomba D también está postconectado un intercambiador de calor E adicional.

10 Las figuras 4 y 5 muestran un fondo de casetón que se puede usar como elemento intercambiador de calor B en un reactor de extracción, tal como está representado por ejemplo en las figuras 1 a 3. En la figura 4 está representada una vista en planta desde arriba de un fondo de casetón correspondiente, mientras que en la figura 5 está representada una sección transversal a través de dos elementos de flujo individuales. En la figura 4 está representada una forma de realización en la que un fondo de casetón correspondiente está introducido en un tubo de flujo A llenando la sección transversal. El fondo de casetón B comprende una pluralidad de elementos de flujo individuales 100 juntados, en el caso del ejemplo de la figura 4 48 unidades, que rellenan la superficie completa del tubo de flujo. Las zonas 104 no llenadas por elementos de flujo 100 pueden estar cerradas por una chapa continua, de manera que cada líquido o granulado que fluye por el tubo obligatoriamente tiene que hacerse pasar por un elemento de flujo individual 100 de un fondo de casetón B correspondiente. Cada elemento de flujo individual presenta un cono 101, a través del que se produce una entrada en un elemento de flujo individual 100 desde arriba hacia abajo en el sentido de flujo. El cono 101 desemboca en un túnel de paso 102, este a su vez desemboca en una salida 103 igualmente cónica. En la forma de realización a modo de ejemplo según la figura 4, todos los elementos de flujo individuales 100 presentan una vista en planta desde arriba cuadrada (véase la figura 4), aunque igualmente es posible otra geometría de los elementos de flujo individuales 100, por ejemplo una geometría hexagonal.

25 Mediante el estrechamiento del cono 101 al interior del túnel de paso 102, entre la superficie de entrada y la superficie de salida de los elementos de flujo individuales resultan un espacio I, por el que se hacen pasar por ejemplo el granulado o el líquido de extracción, así como un espacio intermedio II, por el que se puede hacer pasar un medio termostatación. Por lo tanto, a través del espacio de medio calentador II se puede realizar una termostatación del fondo de casetón.

30 La figura 6 muestra un gradiente de temperatura que se puede conseguir con un reactor de extracción según la invención. Un reactor de extracción de este tipo presenta 10 elementos intercambiadores de calor B, a través de los que se puede conseguir respectivamente una termostatación del líquido de extracción. En la abscisa se indica la altura del reactor de extracción en metros, midiéndose la altura de arriba a abajo. En la ordenada se indica la temperatura de ebullición teórica del medio de extracción empleado (curva de medición) que como está representado sube hacia abajo a medida que aumenta la altura con la presión hidrostática del medio de extracción. La curva inferior designa la temperatura de extracción ajustada realmente, que se termostata a través de los respectivos elementos intercambiadores de calor B.

#### 40 **Ejemplo 1**

45 El uso de una columna de extracción según la pos. 10, en la que el líquido de extracción se hace pasar desde arriba hacia abajo por todos los casetones de la columna de extracción en contracorriente al granulado (flujo por casetones). Después de la salida del líquido de extracción, este se calienta mediante un intercambiador de calor a una temperatura de entrada. El transporte del líquido de extracción se realiza mediante una bomba rotativa.

50 Alternativamente, el líquido de extracción puede guiarse directamente al espacio principal de extracción sin tener que hacerse pasar previamente por los fondos de casetón. De esta manera, los fondos de casetón no tienen ningún refrigerante o calentador. La columna de extracción posee 6 fondos de casetón. Entre los casetones 3 y 4 (contado desde abajo), el flujo por casetones puede calentarse por medio de un intercambiador de calor de haces de tubo mediante vapor calentador. Mediciones de temperatura están instaladas por debajo del fondo de casetón situado abajo del todo y por encima de cada fondo de casetón.

#### 55 Instalación:

Diámetro de extractor: 600 mm

Número de fondos de casetón: 6 unidades

Número de elementos de casetón por fondo de casetón: 4 unidades

Distancia de los fondos de casetón: equidistante

60 Flujo de granulado: 60 kg/h

Flujo de líquido de extracción: 65 kg/h

Tiempo de permanencia del granulado en el extractor: ~13 h

Contenido de extracto en el granulado antes de la extracción: 9,2%

Contenido de extracto del líquido de extracción antes de la extracción: ~0,0%

65 Temperatura del granulado en la entrada: 95 °C

	Funcionamiento sin flujo por casetones	Funcionamiento con flujo por casetones sin calentamiento intermedio	Funcionamiento con flujo por casetones con calentamiento intermedio
Entrada líquido de extracción fondos de casetón	-	99,5 °C	99,5 °C
Salida líquido de extracción	98 °C	97,5 °C	98 °C
Temperatura por encima del casetón 6	98 °C	97 °C	98 °C
Temperatura por encima del casetón 5	99 °C	98 °C	99 °C
Temperatura por encima del casetón 4	100 °C	99 °C	101 °C
Temperatura por encima del casetón 3	100 °C	100 °C	104,5 °C
Temperatura por encima del casetón 2	101 °C	101 °C	106 °C
Temperatura por encima del casetón 1	102 °C	103 °C	107 °C
Entrada líquido de extracción extractor principal	102 °C	111 °C	111 °C
Temperatura salida de granulado	102 °C	108 °C	110 °C
<b>Contenido de extracto del granulado tras extracción</b>	<b>0,8%</b>	<b>0,6%</b>	<b>0,3%</b>

## Ejemplo 2

5 El uso de una columna de extracción según la pos. 10, en la que el líquido de extracción se hace pasar desde arriba hacia abajo por todos los casetones de la columna de extracción en C en corriente paralela al granulado (flujo por casetones). Tras la salida del líquido de extracción, este se calienta mediante un intercambiador de calor a la temperatura de entrada. El transporte del líquido de extracción se realiza mediante una bomba rotativa.

10 Alternativamente, el líquido de extracción puede guiarse directamente al espacio principal de extracción, sin tener que hacerse pasar previamente por los fondos de casetón. De esta manera, los fondos de casetón no tienen ningún efecto refrigerante o calentador. La columna de extracción posee 9 fondos de casetón. Entre los casetones 3 y 4 (contados desde abajo), el fondo de casetón puede calentarse por medio de intercambiadores de calor de haces de tubo mediante vapor calentador. Mediciones de temperatura están instaladas por debajo del fondo de casetón situado abajo del todo y por encima de cada fondo de casetón.

15

### Instalación:

Diámetro de extractor: 2.000 mm

Número de fondos de casetón: 9 unidades

20 Número de elementos de casetón por fondo de casetón: 16 unidades

Flujo de granulado: 2.500 kg/h

Flujo de líquido de extracción: 65 kg/h

Tiempo de permanencia del granulado en el extractor: ~11 h

Contenido de extracto en el granulado antes de la extracción: 9,2%

25 Contenido de extracto del líquido de extracción antes de la extracción: ~0,0%

Temperatura del granulado en la entrada: 98 °C

ES 2 747 448 T3

	<b>Funcionamiento sin flujo por casetones</b>	<b>Funcionamiento con flujo por casetones sin calentamiento intermedio</b>	<b>Funcionamiento con flujo por casetones con calentamiento intermedio</b>
Entrada líquido de extracción fondos de casetón	-	95 °C	95 °C
Salida líquido de extracción	98 °C	98 °C	98 °C
Entrada líquido de extracción extractor principal	102 °C	128 °C	128 °C
Temperatura salida de granulado	102 °C	121 °C	125 °C
<b>Contenido de extracto del granulado tras extracción</b>	<b>0,4%</b>	<b>0,2%</b>	<b>0,13%</b>

## REIVINDICACIONES

1. Reactor de extracción para la extracción por líquido de material granular, que comprende al menos un tubo de flujo (A) de extensión vertical que contiene una pluralidad de elementos intercambiadores de calor (B) realizados de forma horizontal que llenan totalmente o parcialmente la sección transversal del tubo de flujo y que pueden ser atravesados por el material granular y el líquido de extracción (11), dividiendo la pluralidad de elementos intercambiadores de calor el tubo de flujo (A) en compartimentos (1, 2, 3, 4, 5) verticales individuales, al menos una entrada (6), situada en la cabeza, para el material granular, al menos una salida (7), situada en el fondo, para el material granular, al menos un suministro (8), situado en el fondo, para el líquido de extracción (11) así como al menos una salida (16), situada en la cabeza, para el líquido de extracción (11), **caracterizado por que**
- a/ varios elementos intercambiadores de calor (B) están dispuestos en grupos de elementos intercambiadores de calor (B), de tal forma que para cada grupo, los elementos intercambiadores de calor (B) conectados unos detrás de otros en serie, comenzando por el elemento intercambiador de calor (B) situado arriba del todo en sentido vertical de cada grupo, son atravesados por un medio para el intercambio de calor, o
- b/ la pluralidad de elementos intercambiadores de calor (B) conectados unos detrás de otros en serie, comenzando por el elemento intercambiador de calor (B) situado arriba del todo en sentido vertical, son atravesados por un medio para el intercambio de calor, que preferentemente es el líquido de extracción (11), siendo introducido el medio para el intercambio de calor, preferentemente el líquido de extracción (11), en el reactor de extracción a través del suministro (8) situado en el fondo, tras pasar por el último elemento intercambiador de calor (B).
2. Reactor de extracción según la reivindicación 1, **caracterizado por que** existen al menos 2, preferentemente al menos 3, de forma más preferible 4 a 30, especialmente 8 a 12 elementos intercambiadores de calor (B).
3. Reactor de extracción según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** los elementos intercambiadores de calor (B) están dispuestos en sentido vertical
- a) de forma equidistante entre sí, y/o
- b) a distintas distancias entre sí.
4. Reactor de extracción según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** los elementos intercambiadores de calor (B) están seleccionados de entre el grupo compuesto por fondos de casetón, fondos incorporados, construcciones en serpentin así como combinaciones de estos.
5. Reactor de extracción según la reivindicación anterior, **caracterizado por que** los fondos de casetón comprenden entre 9 y 96, preferentemente entre 33 y 61 elementos de flujo individuales (100), que presentan cada uno un espacio separado (I) para material granular y líquido de extracción (1) así como un espacio (II) unido para un medio para el intercambio de calor.
6. Reactor de extracción según la reivindicación anteriores, **caracterizado por que** los elementos de flujo individuales (100) presentan una sección transversal cuadrada o hexagonal en el sentido de flujo/el sentido vertical y una entrada de granulado (101) cónica, un túnel de paso (102) así como una salida de granulado (103) cónica.
7. Reactor de extracción según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** el suministro (8) para el líquido de extracción (11) comprende un distribuidor de líquido, con el que el líquido de extracción (11) suministrado puede distribuirse por la sección transversal completa del tubo de flujo (A).
8. Reactor de extracción según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** al menos algunos o todos los compartimentos (1, 2, 3, 4, 5) contienen un sensor de temperatura ( $T_c$ ) para la determinación de la temperatura del material granular existente en el respectivo compartimento (1, 2, 3, 4, 5) y/o del líquido de extracción (11).
9. Reactor de extracción según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** cada elemento intercambiador de calor (B) presenta
- a) una entrada (12, 13, 14, 15) separada para un medio para el intercambio de calor, que presenta una válvula de regulación (12a, 13a, 14a, 15a), a través de la que se puede regular la cantidad del medio para el intercambio de calor que atraviesa el respectivo elemento intercambiador de calor (B),
- b) una primera entrada (12, 13, 14, 15) separada para un primer medio para el intercambio de calor así como una segunda entrada (22, 23, 24, 25) separada para un segundo medio para el intercambio de calor, estando termorregulados de maneras distintas el primer y el segundo medio, estando conectadas cada una de la primera y la segunda entrada (12 a 22, 13 a 23, 14 a 24, 15 a 25) por pares, a través de una válvula de tres vías (12b, 13b, 14b, 15b), cada una a un elemento intercambiador de calor (B), o
- c) un circuito separado para un medio para el intercambio de calor con una bomba de circulación y un intercambiador de calor.

- 5 10. Reactor de extracción según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** 2 a 6, de forma especialmente preferible 2 a 3 elementos intercambiadores de calor (B), están dispuestos en grupos de elementos intercambiadores de calor (B), de tal forma que para cada grupo, los elementos intercambiadores de calor (B) conectados unos detrás de otros en serie, comenzando por el elemento intercambiador de calor (B) situado arriba del todo en sentido vertical de cada grupo, son atravesados por un medio para el intercambio de calor.
- 10 11. Reactor de extracción según una de las reivindicaciones 1 a 8, en el que los elementos intercambiadores de calor (B) presentan la disposición b/ de la reivindicación 1, **caracterizado por que** después del último elemento intercambiador de calor y antes del suministro (8) situado en el fondo están dispuestos un intercambiador de calor (E) para la termorregulación del medio para el intercambio de calor, preferentemente del líquido de extracción (11) y/o una bomba (D).
- 15 12. Reactor de extracción según una de las reivindicaciones 1 a 8 y 11, en el que los elementos intercambiadores de calor (B) presentan la disposición b/ de la reivindicación 1, **caracterizado por que** después de un o de cada elemento intercambiador de calor (B) está presente un intercambiador de calor (C) para la termorregulación del medio para el intercambio de calor, preferentemente del líquido de extracción (11).
- 20 13. Procedimiento para la extracción de componentes monoméricos u oligoméricos solubles en un líquido de extracción (11), preferentemente  $\epsilon$ -caprolactama o poliamida 6 oligomérica, a partir de un material granular, preferentemente un granulado de poliamida 6 o un granulado de copolímeros de poliamida 6 con un reactor de extracción según una de las reivindicaciones anteriores, en el que se alimenta un material granular al tubo de flujo (A) de extensión vertical, a través de la al menos una entrada (6) situada en la cabeza, y se guía verticalmente hacia abajo en dirección hacia la al menos una salida (7) situada en el fondo y allí se evacúa del reactor de extracción, y en el cual se alimenta un líquido de extracción (11), a través del al menos un suministro (8) situado en el fondo, al tubo de flujo (A) de extensión vertical y se guía, en contracorriente al material granular, en dirección hacia la al menos una salida (16) situada en la cabeza y se evacúa allí, **caracterizado por que** a través de la pluralidad de elementos intercambiadores de calor (B) se genera un gradiente de temperatura vertical en el tubo de flujo (A).
- 30 14. Procedimiento según la reivindicación anterior, **caracterizado por que** a través de la pluralidad de los elementos intercambiadores de calor (B) se ajustan en el tubo de flujo (A) temperaturas que aumentan desde arriba hacia abajo en sentido vertical.
- 35 15. Procedimiento según una de las dos reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** el gradiente de temperatura se ajusta de tal forma que la temperatura máxima del líquido de extracción (11) dentro del tubo de flujo es en cada punto al menos 0,5 °C a 10 °C, preferentemente 2 °C a 7 °C inferior al punto de ebullición del líquido de extracción (11) con la presión hidrostática dada.
- 40 16. Procedimiento según una de las reivindicaciones 13 a 15, **caracterizado por que** en al menos un compartimento (2, 3, 4, 5) del tubo de flujo, opcionalmente en todos los compartimentos (2, 3, 4, 5), se alcanza una temperatura de extracción máxima que después, hasta la salida del líquido de extracción, ya no se excede.
- 45 17. Procedimiento según una de las reivindicaciones 13 a 16, **caracterizado por que** la presión dentro del tubo de flujo asciende preferentemente a entre 1,0 y 3,0 bares absolutos, preferentemente a entre 1,0 y 2,0 bares absolutos.
- 50 18. Procedimiento según una de las reivindicaciones 13 a 17, **caracterizado por que** el gradiente de temperatura se ajusta de tal forma que cada elemento intercambiador de calor (B) presenta
- 55 a) una entrada (12, 13, 14, 15) separada para un medio para el intercambio de calor, que presenta una válvula de regulación (12a, 13a, 14a, 15a), a través de la que puede regularse la cantidad del medio para el intercambio de calor que atraviesa el respectivo elemento intercambiador de calor (B), siendo atravesado cada elemento intercambiador de calor (B) por un medio termorregulado de forma idéntica para el intercambio de calor y variándose la cantidad del medio por cada elemento intercambiador de calor (B) o grupo de elementos intercambiadores de calor (B),
- 60 b) una primera entrada (12, 13, 14, 15) separada para un primer medio para el intercambio de calor así como una segunda entrada (22, 23, 24, 25) separada para un segundo medio para el intercambio de calor, estando termorregulados el primer y el segundo medio de maneras distintas, estando conectadas respectivamente la primera y la segunda entrada (12 a 22, 13 a 23, 14 a 24, 15 a 25) por pares, a través de una válvula de tres vías (12b, 13b, 14b, 15b), cada una a un elemento intercambiador de calor (B), ajustándose una temperatura definida mediante diferentes proporciones de mezcla del primer y del segundo medio para cada elemento intercambiador de calor (B) o grupo de elementos intercambiadores de calor (B), o
- 65 c) un circuito separado para un medio para el intercambio de calor con una bomba de circulación y un intercambiador de calor, ajustándose por separado la temperatura y/o la cantidad del medio para cada elemento intercambiador de calor o grupo de elementos intercambiadores de calor.
19. Procedimiento según una de las reivindicaciones 13 a 18, **caracterizado por que** el gradiente de temperatura se

- ajusta de tal forma que la pluralidad de elementos intercambiadores de calor (B) conectados unos detrás de otros en serie, comenzando por el elemento intercambiador de calor (B) situado arriba del todo en sentido vertical, son atravesados por un medio para el intercambio de calor que preferentemente es el líquido de extracción (11), y tras el paso por el último elemento intercambiador de calor (B), el medio para el intercambio de calor, preferentemente el líquido de extracción (11), es introducido, a través del suministro (8) situado en el fondo, en el reactor de extracción y, antes de la introducción, es calentado por medio de un intercambiador de calor (E) a una temperatura de extracción predeterminada, existente en el suministro (8) situado en el fondo.
- 5
20. Procedimiento según una de las reivindicaciones 13 a 19, **caracterizado por que**
- 10
- a) como líquido de extracción (11) se emplea agua o una mezcla de agua y  $\epsilon$ -caprolactama
  - b) como medio para el intercambio de calor se emplea agua, una mezcla de agua y un alcohol mezclable con agua o una mezcla de agua y  $\epsilon$ -caprolactama.

Fig. 1

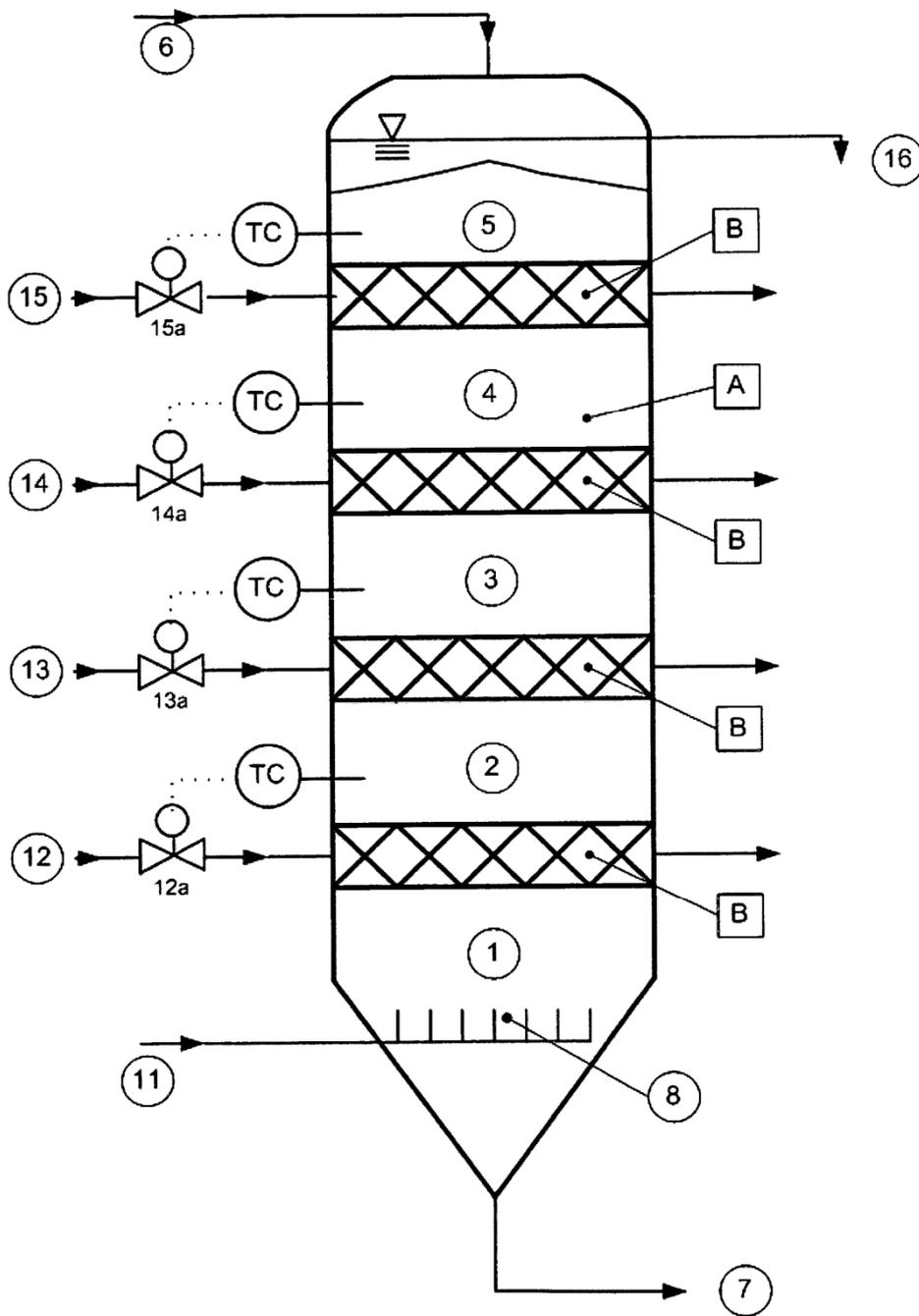


Fig. 2

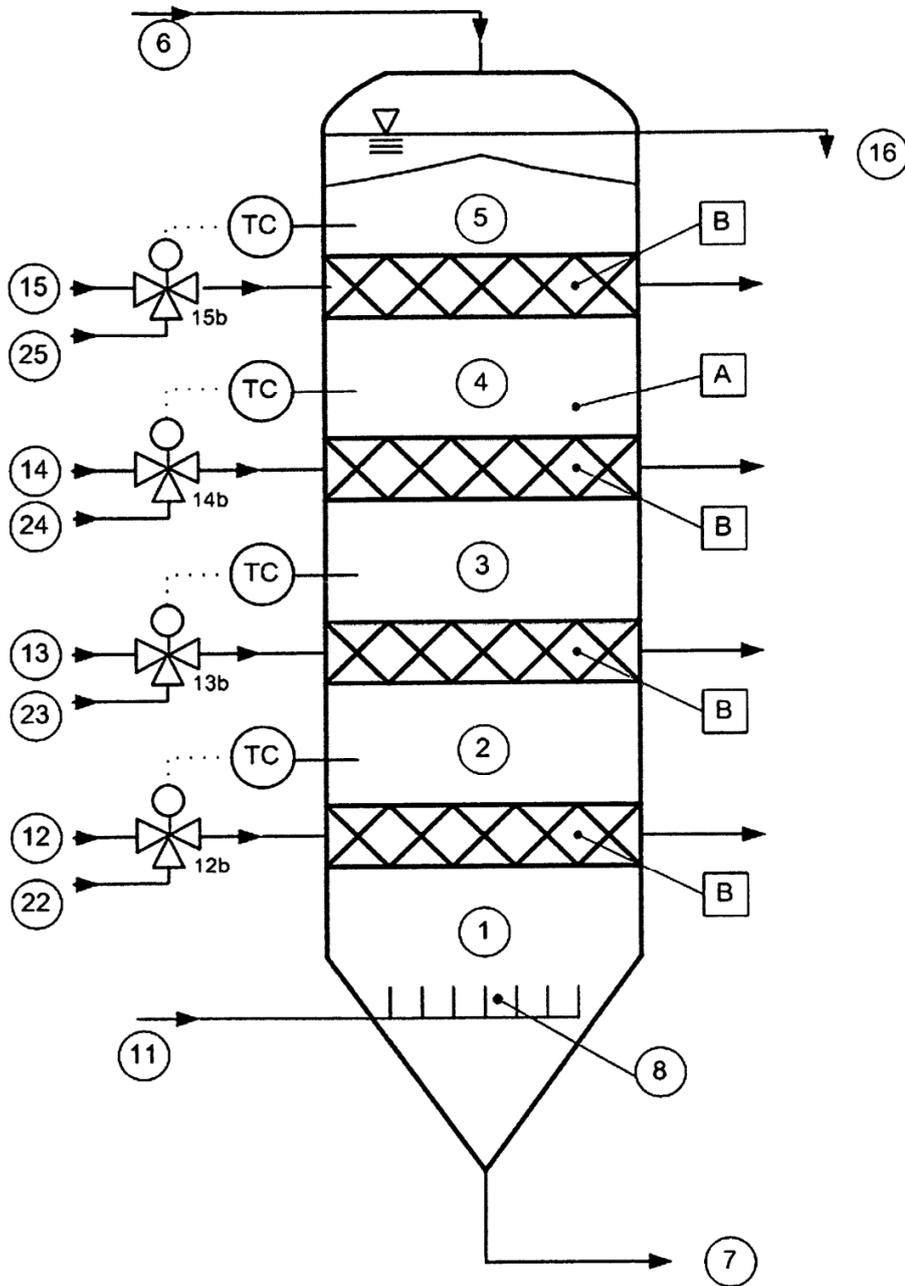


Fig. 3

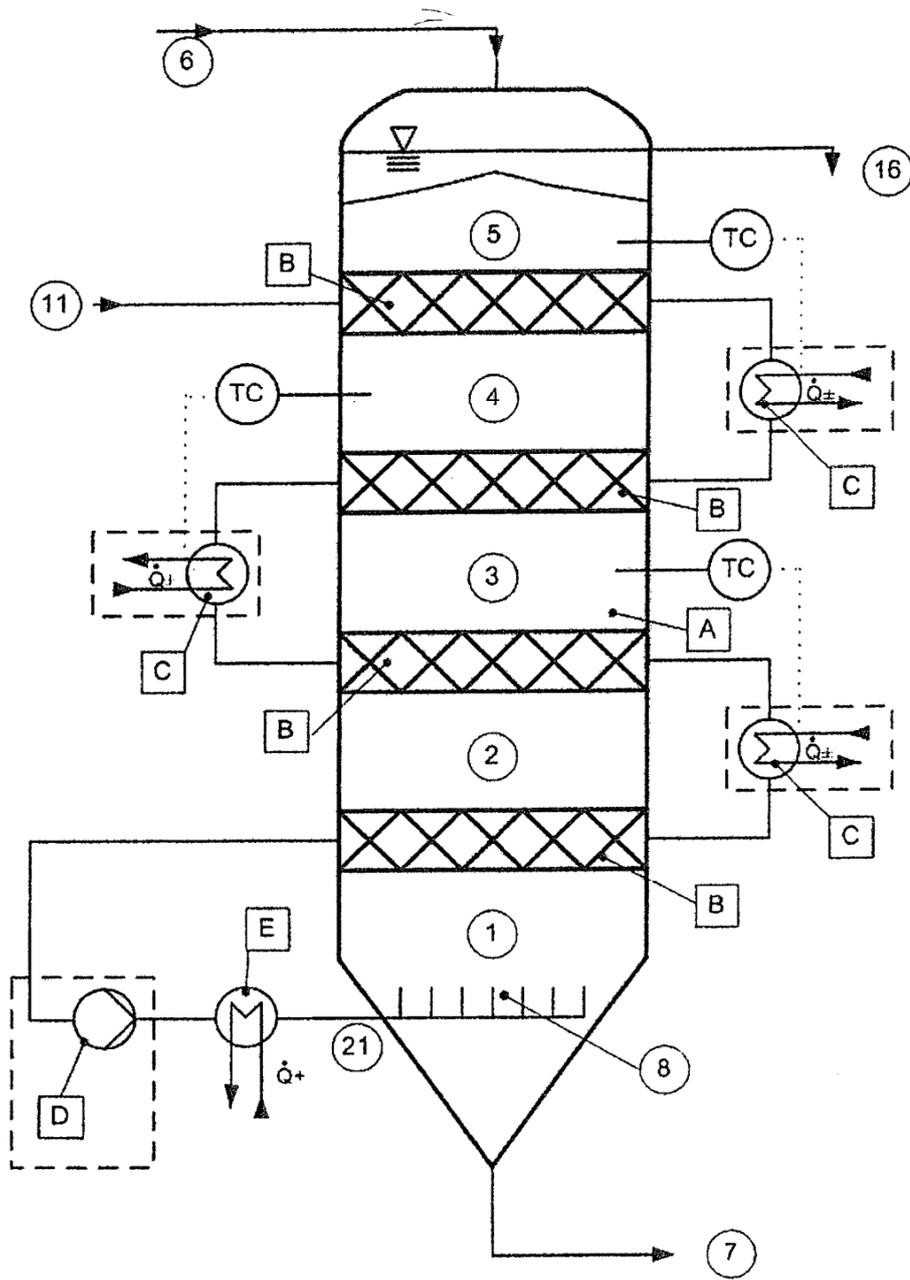


Fig. 4

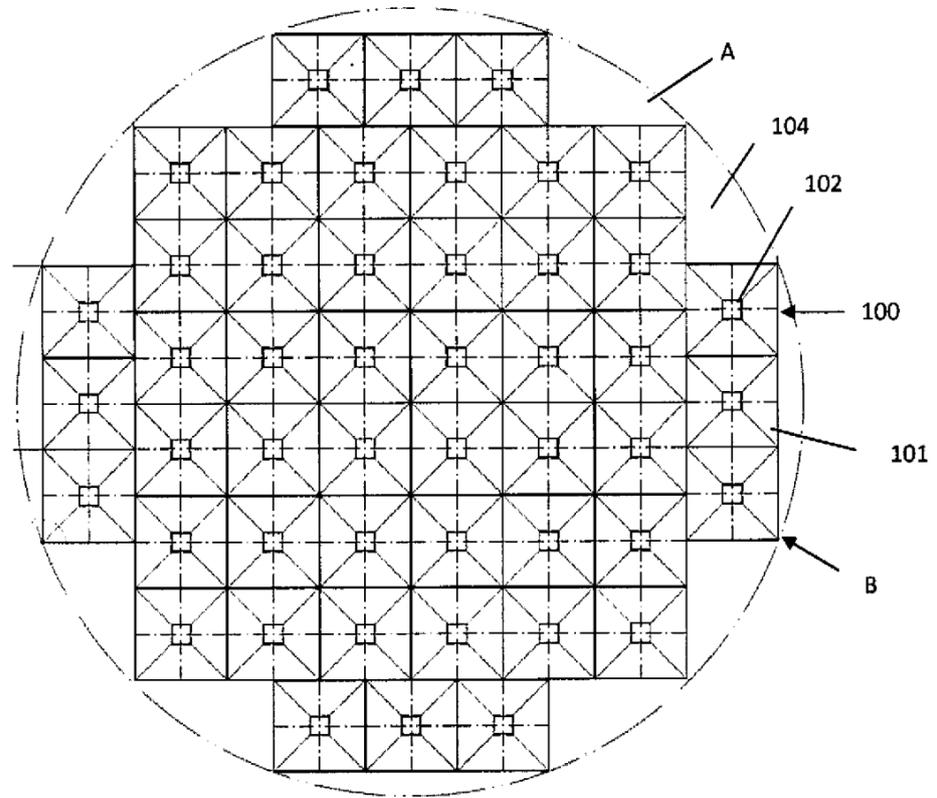


Fig. 5

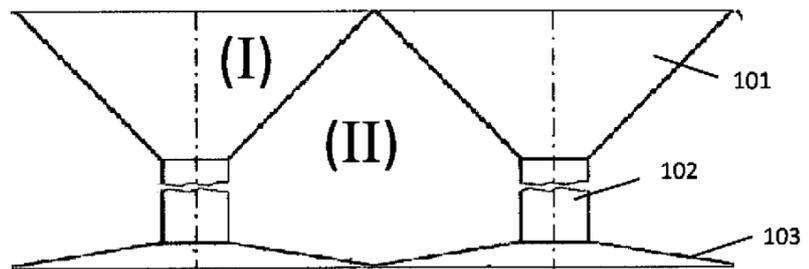


Fig. 6

