

199274

199274

21A



MEMORIA DESCRIPTIVA

de una Patente de Invención por 20 años,

a nombre de:

LANSIL LIMITED y ALBERT NORMAN EDMONDSON,

súbdito británico, domiciliados en Lan-

caster, Gatton Road (Inglaterra), por:

"PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE MATE-  
RIALES POLÍMEROS ELEVADOS".

=====

El presente invento se refiere a un procedimiento para la preparación de materiales polímeros elevados en forma distinta y peculiar predeterminable, partiendo de disoluciones de los indicados materiales en disolventes líquidos.

5 Una fase importante en la producción de bastantes materiales polímeros elevados es la de la precipitación del polímero de la disolución por medio de un no disolvente del polímero que es sustancialmente miscible con la disolución.

Frecuentemente se adopta para este objeto un procedimiento  
10 sencillo, en el que la disolución se agita mecánicamente mientras se agrega el precipitante, o viceversa. Este procedimiento no conduce por sí mismo a la producción de precipitados de tamaño reproducible o predeterminado de las partículas, de la forma o de la porosidad, ya que estos factores han de depender consi-  
15 derablemente de la habilidad del operario. Ya se conocen inten-



tos para suprimir estos inconvenientes. Por ejemplo en la patente británica N° 338.214 la disolución y el precipitante se mezclan continuamente por su paso a través de una bomba centrífuga. De modo análogo en la patente británica N° 497.963 la precipitación se efectúa gracias al paso de la disolución a través de estrechos agujeros en un tambor perforado que gira en un baño de precipitante. En la patente británica N° 531.955 la disolución se mueve a través de una serie de zonas en que se agrega el precipitante, efectuándose la agitación por un agitador mecánico.

20

25 El invento que vamos a describir, se refiere también a la precipitación continua, pero la mezcla de la disolución y del precipitante la efectúa sencillamente previendo una turbulencia adecuada dependiente de la forma de la cámara mezcladora. Esencialmente la disolución de polímero se inyecta continuamente en una

30 corriente del precipitante en una cámara mezcladora, cerca de cuya salida se preve una placa perforada o similar que constituye un dispositivo detentor estacionario. Por este medio se produce una turbulencia que origina una mezcla vigorosa y suponiendo que se utiliza suficiente precipitante, da por resultado una

35 precipitación continua del polímero en forma separada y su eliminación subsiguiente de la cámara mezcladora por los orificios o pasos a través o alrededor del dispositivo retentor dentro de un equipo adecuado de sedimentación o tamización.

Para cualquier disolución polímera y un precipitante mantenidos a temperaturas constantes aunque no necesariamente iguales, el precipitado producido posee propiedades esencialmente invariables, suponiendo que las relaciones de alimentación de las dos corrientes líquidas y las condiciones para producir la turbulencia permanezcan también constantes. Puede sin embargo

40

45 lograrse alguna variación de las características físicas del precipitado mediante cambios en la temperatura de los líquidos, en



la concentración de la disolución polímera, en la composición del precipitante, en la composición del líquido después de la precipitación, y en la turbulencia producida, afectándose esta última por el grado de corrientes del líquido en la cámara mezcladora y por las dimensiones del dispositivo retentor.

El procedimiento descrito ofrece varias ventajas. En primer lugar puede efectuarse continuamente desde los depósitos de almacenaje sin necesitar grandes depósitos de precipitación siempre caros. En segundo lugar el producto posee características físicas invariables en el supuesto de que no varien las condiciones de trabajo. En tercer lugar escogiendo convenientemente estas condiciones pueden producirse precipitados de forma física requerida. Mientras que las dos primeras ventajas resultan muy convenientes para la producción grande en escala industrial, su valor se aumenta grandemente por el cumplimiento de la tercera condición. Por ejemplo de modo general será muy inconveniente para el precipitado el que comprenda un orden amplio de tamaños en las partículas desde un polvo fino hasta grandes masas fibrosas, ya que esto conduciría a dificultar el lavado o mezcla. Gracias al procedimiento descrito es posible ordenar los factores de la corriente, de la concentración y de la temperatura, de modo que el precipitado esté constituido generalmente por completo por gránulos separados o discretos de próximamente 1/8 pulgada de espesor y de 1/4 pulgada de longitud. La producción de un precipitado granular de estas características es una nota muy importante del invento. Además y de igual importancia es la facilidad con que puede variarse como se quiera la porosidad de estos gránulos. Es así posible producir un precipitado granular, en el que cada partícula tenga una estructura porosa a modo de esponja, resultado de gran consecuencia en las operaciones de lavado y en los procesos en que se requiere que los gránulos absorban agentes químicos.



Dispositivos adecuados para llevar a la práctica este in-  
80 vento se ilustran esquemáticamente en los adjuntos dibujos. Los  
medios ordinarios tanto para bombear como para calentar la diso-  
lución polímera y el precipitante no se han ilustrado.

Refiriéndonos ahora a la figura 1, el precipitador propia-  
mente tal está constituido por un depósito tubular A de unas 6  
85 pulgadas de diámetro y de 3 pies de longitud con su admisión con-  
veniente en un extremo para el precipitante C y la disolución po-  
límera D, de próximamente 1,5 pulgadas de diámetro, y de una sa-  
lida común E en el otro extremo para el precipitado y el líquido  
total. Unas 8 pulgadas por encima de los tubos de admisión se co-  
90 loca una placa perforada B que contiene un agujero central con el  
diámetro de una pulgada y esta retención de la corriente del lí-  
quido en el depósito produce una turbulencia considerable, efec-  
tuando una mezcla vigorosa de la disolución polímera y del preci-  
pitante con la consiguiente precipitación rápida. La placa des-  
95 crita de orificio sencillo es por lo demás solo uno de los medios  
diversos ideados para producir turbulencia y una mezcla eficaz y  
en la figura 2 se ilustra una forma alternativa de este equipo.  
Cualquier diafragma perforado estacionario o cualquier retención  
mecánica o placa de rebote en el depósito mezclador colocado de  
100 manera que restrinjan temporalmente la corriente de los líquidos  
y que activen su mezcla, pueden emplearse de igual modo. En la  
producción de la turbulencia por este procedimiento es de seña-  
lar el que el dispositivo retentor no necesita extenderse en la  
dirección de la corriente líquida. Así una placa oradada con un  
105 espesor de 1/8 pulgadas podrá producir un grado de turbulencia  
análogo a una de 6 pulgadas de espesor. La importancia de este  
hecho se halla en que como el dispositivo retentor puede ser muy  
delgado, tiene un efecto despreciable sobre el grado de movimien-  
to de la mezcla fluida a través de la cámara en su conjunto. De  
110 modo análogo, la situación de las dos entradas para la admisión  
de la disolución polímera y del precipitante o de sus direcciones



relativas en la entrada puede variarse, supuesto que no se perjudique el funcionamiento conveniente del dispositivo retentor. Sin embargo nosotros preferimos que la situación de las entradas sea tal que la disolución polímera y el precipitante corran en la misma dirección en el momento de su primer contacto recíproco. Además nosotros preferimos que los diámetros de los tubos de entrada para introducir la disolución polímera y el precipitante dentro de la cámara mezcladora, sean una fracción apreciable del diámetro de la misma cámara mezcladora. Por lo demás puede haber una multitud de estos tubos de admisión para cada cámara mezcladora. Debe advertirse que este método de activar la mezcla no emplea ningún dispositivo movido mecánicamente dentro de la cámara mezcladora. También debe advertirse que el procedimiento combina el empleo de un equipo como el descrito juntamente con tales condiciones de trabajo en la corriente que se produzca una turbulencia.

Naturalmente que el dispositivo anteriormente descrito puede utilizarse en cualquier posición y que no necesita disponerse verticalmente como se ilustra en los dibujos, sino que puede ser horizontal o inclinado por arriba, siendo la característica importante las direcciones relativas de las dos corrientes de líquido entre sí y respecto a la placa de rebote o retención y no sus direcciones absolutas con relación a la horizontal.

El invento se refiere de igual modo a disoluciones polímeras que contienen sustancias colorantes, pigmentos o materiales de relleno cualquiera que sea su forma fibrosa o dividida, disueltas o suspendidas.

El procedimiento aquí descrito se ha descubierto que tiene particular valor en relación con disoluciones de acetatos de celulosa de diversos grados de acetilización. En la recuperación de estos materiales de la disolución es muy conveniente evitar la producción de material pulverulento que dificulta la recuperación de sus suspensión, y evitar también la producción de partículas du-



ras y córneas que no se lavan fácilmente. El invento ha dado re-  
sultados muy favorables en la formación de precipitados con una  
145 forma granular a modo de bolitas, de disoluciones de acetato de  
celulosa disuelto en acetona o en mezclas de acetilización.

El método de llevar a la práctica nuestro invento de suer-  
te que de modo continuo se produzcan precipitados de caracterís-  
150 ticas requeridas, puede indicarse por los siguientes datos.

Dos disoluciones del mismo acetato de celulosa con una pro-  
porción de 54,5 % de ácido acético, se prepararon en un disolven-  
te conteniendo 55 partes en peso de ácido acético y 45 partes en  
peso de agua, siendo la concentración en acetato de celulosa de  
155 16 % en cada una. Estas se calentaron a 65° C y a una proporción  
constante de 40 galones por hora se hicieron pasar al interior  
de un depósito de precipitación, a través del cual corría el  
precipitante, una disolución diluida de ácido acético. La única  
diferencia en las condiciones de la precipitación para las dos  
160 disoluciones se encontraba en la proporción de corriente de es-  
te precipitante, siendo de 2.200 galones por hora en un caso  
(ensayo 1) y de 1.900 galones por hora en el otro (ensayo 2).

El precipitado se trató luego en una etapa separada con un lava-  
do y secado subsiguientes. La comparación de los productos fina-  
165 les demostró que si bien estaban constituidos por partículas de  
tamaño aproximadamente igual, existía sin embargo una diferencia  
apreciable en la densidad bruta. Así el material del ensayo 1  
poseía una densidad total de 7,4 lib. por pié cúbico, mientras  
que el del ensayo 2 poseía una densidad total de 10,3 lib. por  
170 pié cúbico. Esta diferencia en la densidad dentro de las parti-  
culas puede demostrarse más claramente moliéndolas y volviendo  
a determinar las densidades totales o brutas. De este modo el  
efecto de trabazón de grandes gránulos queda eliminado y el va-  
lor de la densidad constituye una medida de la porosidad del só-  
lido. Los coeficientes correspondientes de la densidad bruta del



material molido se encontraron ser de 22,7 y 31,1 lib. por pié cúbico.

En un tercer ensayo se obtuvo un precipitado muy blando y poroso producido de una disolución al 21,6 % de acetato de celulosa en acetona, empleando agua caliente como precipitante. La corriente de la disolución fué de 100 galones por hora y la corriente del precipitante de 3.760 galones por hora. El aparato empleado fué similar al de la figura 1, exdepto que la entrada D de la disolución tenia un diámetro de solo media pulgada y que el agujero en la placa oradada B era de pulgada y media. El precipitado resultante, una vez seco, se encontró tener una densidad bruta de solo 4 lib. por pié cúbico cuando se produjo, y 16 lib. por pié cúbico cuando se molió.

:--:--:--:--:--:--: N O T A :--:--:--:--:--:--:

Se reivindica como nuevo y de propia invención:

1.- Procedimiento para la obtención de materiales polímeros elevados, o procedimiento para la precipitación de polímeros de sus disoluciones, el cual comprende la inyección simultánea del líquido precipitante y de la disolución del polímero dentro de una cámara, que se caracteriza porque dentro de la misma existe una restricción estacionaria para la corriente, siendo tal la velocidad del líquido en movimiento que se obtiene una mezcla íntima e intensa de la disolución y del precipitante.

2.- Procedimiento según lo reivindicado en el punto 1, en el que las corrientes de la disolución de polímero y de precipitante fluyen en la misma dirección en el instante de su primer contacto recíproco.

3.- Procedimiento según lo reivindicado en los puntos 1 y 2, en el que la restricción de la corriente se obtiene en una placa con orificios.

4.- Procedimiento según lo reivindicado en cualquiera de



205 los puntos precedentes, en el que el precipitante es miscible con la disolución polímera.

5.- Procedimiento según lo reivindicado en cualquiera de los puntos precedentes, en el que el polímero es un derivado orgánico de celulosa.

210 6.- Procedimiento para la precipitación de polímeros de sus disoluciones, sustancialmente como aquí se describe y se ilustra en los adjuntos dibujos.

7.- Procedimiento para la obtención de materiales polímeros elevados.

Tal y como se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva, que consta de ocho hojas escritas a máquina por una sola cara, y una lámina de dibujos.

Madrid, 21 de Agosto de 1.951.

ANTONIO FERNANDEZ PASCUAL  
A.P.

199274

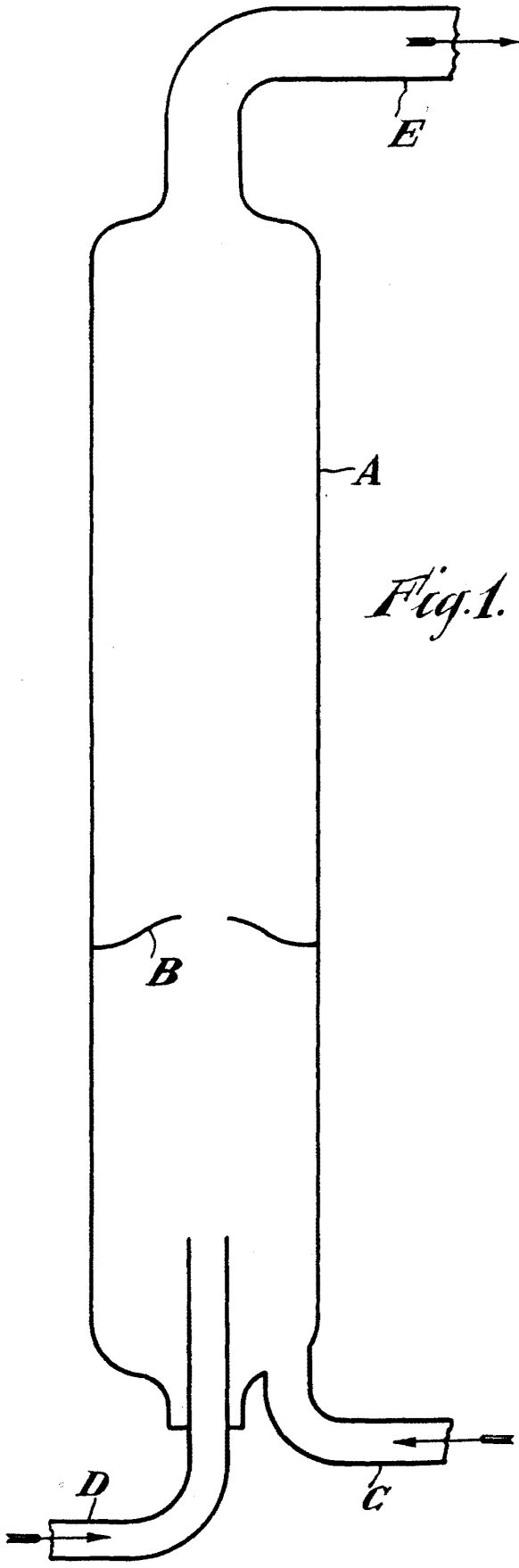


Fig. 1.

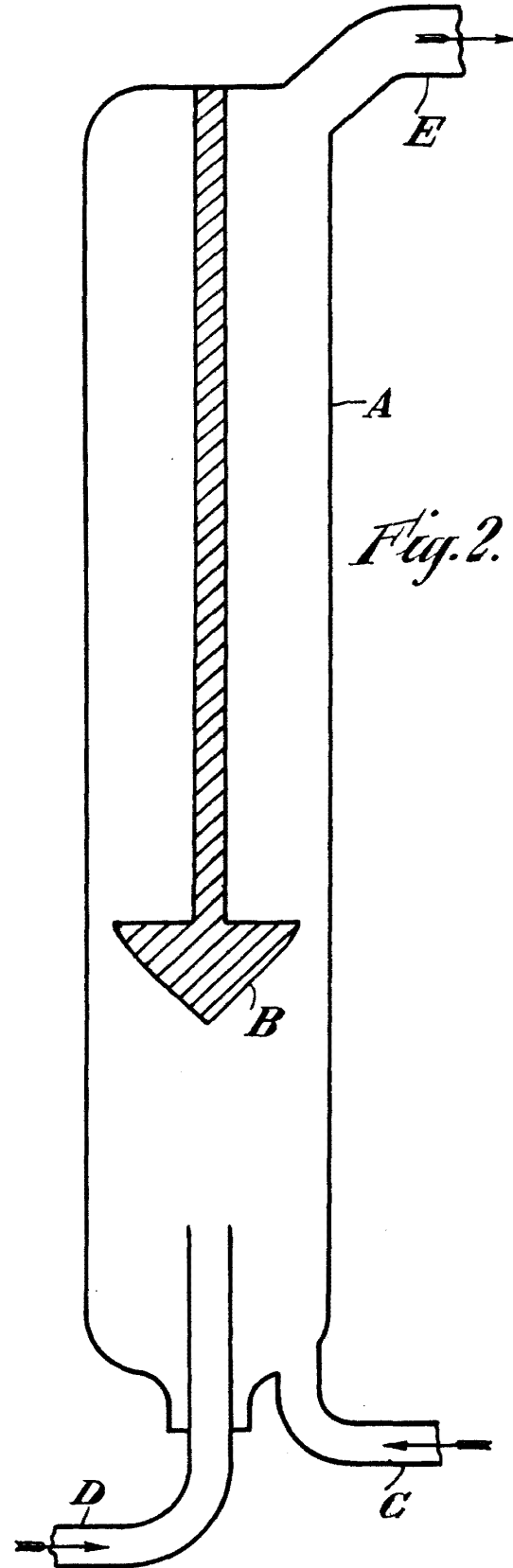


Fig. 2.

pat. 199274

199274