

AÑO 1957

Expediente núm.



237885

REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL

PATENTE DE INVENCIÓN

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se acompaña a la solicitud de

una **PATENTE DE INVENCIÓN** por **VEINTE** años, en España

a favor de **N.V. ONDERZOEKINGSINSTITUUT RESEARCH,**

, de nacionalidad

holandesa

domiciliado en **Arnhem, Holanda,**

calle de

núm.

por:

**UN APARATO PARA LA PREPARACION CONTINUA DE PRODUCTOS LINEALES
DE POLICONDENSACION".**

Nº 5024

Agente Sr. **Elzaburu**

2 OCT. 1957

F - 16.253

"R 253/25043 Device"

237885

- 2 00



237885

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

P A T E N T E D E I N V E N C I O N

e n

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de N.V. ONDERZOEKINGSINSTITUUT RESEARCH, entidad holandesa, establecida en Velperweg núm 76, Arnhem, Holanda, por:

"UN APARATO PARA LA PREPARACION CONTINUA DE PRODUCTOS LINEALES DE POLICONDENSACION"

Se conocen ya procedimientos para la preparación continua de productos de policondensación, en los cuales un líquido que contiene una o más sustancias que forman productos de policondensación es conducido sucesivamente a través de varias zonas en las cuales se mantienen tales presiones y temperaturas que, al transferir el líquido de reacción de una zona a la siguiente, tiene lugar una intensa evaporación de un componente del líquido de reacción.

El objeto de la evaporación es la eliminación de los componentes volátiles presentes en el líquido que contiene una o más sustancias que forman productos de policondensación o de los componentes volátiles formados durante la policondensación.

Estos procedimientos, sin embargo, presentan el inconvenien-



te de que al transferir el líquido de reacción de una zona a la otra la intensa evaporación provoca una fuerte caída de temperatura, a menos que se prevea una vigorosa aportación de calor. Tal aportación implica el inconveniente de un recalentamiento local, con la resultante degradación del polímero.

De acuerdo con el presente invento, se descubrió un aparato para llevar a cabo un procedimiento del tipo indicado en lo que antecede en el cual se impide también, sin calentamientos forzados, una solidificación del líquido de reacción al transferirlo de una zona a otra, y que hace posible que en esta transferencia, pero antes de que tenga lugar la evaporación en medida considerable, el líquido de reacción se mezcle con una cantidad múltiplo de líquido de reacción que haya sido sometida al proceso de evaporación.

Debido a que el líquido de reacción es mezclado en dicha fase con una cantidad múltiplo de líquido de reacción que ya ha sido sometida al proceso de evaporación, el calor requerido para la evaporación de una determinada cantidad de sustancia evaporable, será derivado de una cantidad mayor de líquido de reacción, de modo que, por tanto, la posible caída de temperatura de esta cantidad será menor que en el caso en que no haya tal mezcla del líquido que ha de someterse a evaporación.

El aparato de acuerdo con el invento, en el cual cierto número de reactores están dispuestos uno tras otro, se caracteriza porque la tubería de descarga de uno de los reactores termina en una tubería de circulación con sistema de transporte, estando dicha tubería de circulación conectada a un reactor dispuesto después del primeramente mencionado. Se prefiere disponer un mezclador de líquidos en la tubería de circulación aguas abajo de la salida de la tubería de descarga.

Si el primer reactor a través del cual fluye el líquido es



5 un reactor de alta presión y el siguiente reactor es un reactor de baja presión, puede disponerse una bomba de hélice de gran capacidad en la tubería de circulación y una bomba de engranajes en la tubería de descarga del reactor de alta presión, terminando la tubería de descarga últimamente mencionada a través de un mecanismo de reducción del paso en la tubería de circulación.

10 Cuando dicho aparato se usa, la reducción de la presión tiene lugar al mismo tiempo que la acción de mezcla. Una válvula de descarga o incluso la bomba de engranajes puede servir como mecanismo de la sección de paso. Sin embargo, la bomba de engranajes deberían entonces terminar directamente en la tubería de circulación.

15 Este aparato puede usarse particularmente en aquellos casos en los cuales se considera preferible una elevada relación de mezcla entre el líquido de reacción procedente del reactor de baja presión y el líquido de reacción procedente del reactor de alta presión. En este caso, la medición, menos uniforme, de una bomba de hélice no constituye una objeción.

20 Con relaciones de mezcla inferiores entre los líquidos de reacción del reactor de alta presión y del reactor de baja presión, la medición correcta de ambos líquidos juega un papel importante. En este caso, se prefiere una disposición en la cual la tubería de descarga del reactor de alta presión termina en la tubería de circulación entre dos bombas medidoras de engranajes de diferente capacidad dispuestas en dicha tubería.

25 El invento se describe en lo que sigue con referencia a los dibujos anejos que muestran a modo de ejemplo dos realizaciones del aparato según el invento.

La fig. 1 muestra diagramáticamente una sección de una realización del aparato según el invento.

30 La fig. 2 muestra un detalle del aparato según la fig. 1.



La fig. 3 muestra diagramáticamente y en sección otra realización del aparato según el invento.

La fig. 4 es una sección por parte del aparato de la fig. 3 por la línea IV-IV.

5 En la fig. 1, el número de referencia 1 designa un reactor de alta presión rodeado por una camisa de caldeo 2 y provisto de una válvula 3 de control de la presión para mantener constante el valor de esta. El líquido a policondensar se suministra al reactor de alta presión a través de una tubería de alimentación 4.

10 Este reactor 1 está provisto en su fondo de una tubería de descarga 5 en la cual ha sido montada una bomba medidora de engranajes 6. A través de una válvula de descarga 7 de muelle (véase también la fig. 2) la tubería 5 termina en una tubería de circulación 8. Esta tubería de circulación 8 está conectada con un extremo al lado inferior de un reactor de baja presión 9, estando este reactor rodeado por una camisa de caldeo 10 y está provista de una válvula 11 que, si se necesita, puede construirse como válvula de control. El otro extremo de la tubería de circulación desemboca en la parte superior del reactor de baja presión 9.

20 En la conexión de la tubería de circulación 8 con el reactor 9 ha sido montada una bomba de hélice 12 en esta tubería, estando dicha bomba de hélice destinada a ser impulsada por un motor que no se muestra.

25 Además, el reactor de baja presión 9 está provisto de una tubería de descarga 13 en la cual ha sido montada una bomba de engranajes 14 y que termina en un recipiente de condensación posterior 15 que, en este caso, es del tipo de transportador de hélice. El recipiente 15 está rodeado por una camisa de caldeo 16 y provisto de un conductor 17 para la descarga del vapor acuoso así como de una tubería de descarga 18, estando esta última conectada a un dispositivo de hilatura que no se muestra.

30



5 Durante el funcionamiento, por ejemplo, una mezcla de hexametileno-diamina y ácido adípico, disuelta en agua, se alimenta por la tubería 4 al reactor de alta presión 1. El pre-condensado procedente de este reactor se alimenta a través de la tubería de descarga 5, en la cual ha sido montada la bomba de engranajes 6, a través de la válvula de descarga de muelle 7 a la tubería de circulación 8.

10 Cuando el pre-condensado pasa por la válvula de descarga 7, la presión a la cual se encuentra este condensado en el reactor 1 y en la tubería 5 se reduce al valor que reina en la tubería de circulación 8 que es aproximadamente igual a la presión del reactor 9. El producto de la policondensación procedente del reactor de baja presión 9 que, por tanto, ha sido ya sometido a evaporación, es suministrado por la bomba de hélice 12 a la tubería de
15 circulación 8. Como la bomba de engranajes 6 tiene un rendimiento muchísimo menor que la de hélice 12 el pre-condensado del reactor 1 se mezcla con una cantidad muchísimo mayor de producto de policondensación procedente del reactor 9.

20 La mezcla del pre-condensado que fluye desde la válvula de descarga 7 con el pre-condensado suministrado por la bomba de hélice 12 está casi completada antes de que la evaporación, que sigue con cierto retardo después de la reducción de la presión, tenga lugar en grado apreciable. Como resultado de esta mezcla a fondo y de la favorable relación de mezcla, la reducción de temperatura provocada por la evaporación es mínima.
25

Las burbujas de vapor formadas, que gradualmente se vuelven mayores según va subiendo la mezcla obtenida, se separan fácilmente de esta mezcla cuando la misma sale de la tubería de circulación 8.

30 El producto de policondensación procedente del reactor 9 es conducido por la bomba de engranajes 14 a través de la tubería 13



al recipiente de condensación posterior 15 donde puede tener lugar otra eliminación de componentes volátiles, los cuales son retirados por la tubería 17. En el recipiente de condensación posterior 15 tiene lugar otra condensación. Finalmente, el polímero abandona el recipiente de condensación posterior 15 por la tubería 18.

Quando se preparan poliamidas usando esta realización del aparato, la mezcla del pre-condensado con polímero que ha sido ya sometido al proceso de evaporación se efectúa simultáneamente con la reducción de la presión.

La fig. 3 muestra una realización del aparato que ha sido construido de tal modo que cuando se usa en la preparación de poliamidas la mezcla del pre-condensado y de líquido de reacción que ha sido ya sometido a la evaporación tiene lugar antes de que se permita una reducción de la presión como introducción del proceso de evaporación.

En esta figura 3, el número de referencia 1 designa un reactor de alta presión que está rodeado por una camisa de caldeo 2 y está provisto de una válvula de control 3. También en este caso el líquido a policondensar se suministra a través de la tubería de alimentación 4 al reactor de alta presión 1. Sin embargo, en este caso la tubería de descarga 5 termina libremente en la tubería de circulación 8, la cual está conectada con uno de sus extremos al fondo y con su otro extremo a la pared lateral del reactor de baja presión 9. Este reactor 9 está rodeado por una camisa de caldeo 10 y está provisto de una válvula 11 que, si se requiere, puede construirse como válvula de control.

En esta realización se disponen dos bombas de engranajes 19 y 20 en la tubería de circulación 8, teniendo la bomba 20 un mayor rendimiento que la bomba 19. En el reactor de baja presión

287885



9 se preve un cuerpo tubular abierto 21 con el fin de guiar el movimiento del líquido de reacción en el reactor de baja presión 9. En relación con ello, la tubería de circulación 8 termina, además, tangencialmente en el reactor de baja presión. Una tubería de descarga 13 con una bomba de engranajes 14 conecta el reactor de baja presión con el recipiente 15 de condensación posterior. Este recipiente 15, que en esta realización es también del tipo de transportador de hélice, tiene un alojamiento que deja una holgura 23 entre dicha caja y el lado superior del transportador de hélice 22. Las tuberías 24 y 25 están conectadas a esta holgura o espacio libre, ofreciendo estas tuberías la posibilidad de hacer circular nitrógeno, carente de oxígeno, sobre el polímero de condensación posterior durante esta condensación.

Para la preparación de una poliamida, una solución al 60% de cantidades equivalentes de exametilen-diamina y ácido adípico en agua, solución que contenía 0,5 moles por ciento de ácido acético como estabilizador, se suministró por la tubería 4 al reactor de alta presión 1, el cual fué calentado a 250° C, por medio del vapor Dowtherm, conducido a través de la camisa 2. La presión en el reactor se mantuvo a 16 atmósferas por medio de la válvula de control 3. El pre-condensado formado en el reactor salió de este reactor después de una permanencia media de una hora, a través de la tubería de descarga 5 y pasó a la tubería de circulación 8. El producto de policondensación procedente del reactor de baja presión 9 que, por tanto, había sido ya sometido a un proceso de evaporación, fué alimentado a esta tubería 8 por la bomba de engranajes 19. Debido al hecho de que la bomba de engranajes 20 tiene una capacidad 1% mayor que la bomba 19, fué posible mezclar la cantidad de pre-condensado, que fluía desde la tubería de descarga 5 a la tubería de circulación 8 con una cantidad 10 veces mayor de producto de condensación procedente del reactor de baja presión 9.



La mezcla salió a través de la bomba 20 al reactor de baja presión, cuyo contenido se mantuvo a 275° C, por medio de la camisa de caldeo 10, a la cual se suministró vapor Dowtherm y en el cual se mantuvo presión atmosférica. Después de una permanencia media de una hora, el producto de policondensación abandonó el reactor de baja presión 9 y se envió por medio de la bomba 14, por la tubería 13, al dispositivo 15 de condensación posterior en el cual dicho producto de policondensación se siguió calentando a 275° C, mientras se ponía en contacto con nitrógeno carente de oxígeno. Como resultado de ello, se eliminaron progresivamente constituyentes volátiles, de manera que el producto de policondensación se siguió condensando todavía. La permanencia media en el dispositivo de condensación posterior ascendió a 30 minutos. El producto de policondensación terminado, que en ácido fórmico 90% en concentración de 1% en peso, tenía una viscosidad relativa de 2,16, se suministró finalmente por la tubería 18 a un dispositivo de hilatura, no representado.

Con el fin de impedir una solidificación de los productos de condensación en las tuberías de las disposiciones antes descritas, es necesario, además rodearlas con camisa de caldeo.

Además es posible, dentro de los límites del invento modificar en muchos aspectos los procedimientos y aparatos arriba descritos.

Por ejemplo, en los dispositivos descritos, la bomba de circulación 19 de la tubería de circulación 8 puede incluirse en un carter común con la bomba 14 de la tubería 13, después de una bomba de presión previa.

En cuanto al recipiente 15 de condensación posterior, puede decirse que el mismo puede tomar formas diferentes de la mostrada en las figuras. Por ejemplo, el paso del polímero a través de este



recipiente puede también tener lugar bajo la influencia de la gravedad o pueden usarse otros medios propulsores distintos de las hélices.

5 En el caso de que se requiera un polímero de bajo peso molecular, puede prescindirse también del recipiente de condensación posterior.

10 Esta solicitud, que corresponde a la presentada en Holanda el 5 de Octubre de 1956, bajo el número 211.175, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente E statuto-Ley sobre Propiedad Industrial.

N O T A

15 Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

20 12. - Un aparato para la preparación continua de productos lineales de policondensación, particularmente de poliamidas a partir de diaminas y ácidos dicarboxílicos, en cuyo aparato un líquido que contiene una o más sustancias formadoras de productos
25 de policondensación se conduce sucesivamente a través de varias zonas en las cuales se mantienen presiones y temperaturas tales que al transferir el líquido de reacción desde una zona a la siguiente, tiene lugar una fuerte evaporación de un constituyente del líquido de reacción, y en el cual se disponen cierto número
30 de reactores uno tras otro, caracterizado porque la tubería de descarga de uno de los reactores termina en una tubería de circulación con sistema de transporte, estando dicha tubería de circulación conectada a un reactor dispuesto después del primeramente mencionado.



2º. - Un aparato según se reivindica en el punto 1, caracterizado porque se dispone un mezclador de líquidos en la tubería de circulación aguas abajo de la salida de la tubería de descarga.

5 3º. - Un aparato según se reivindica en los puntos 1 ó 2, en el cual el primer reactor a través del cual fluye el líquido es un reactor de alta presión y el reactor siguiente es uno de baja presión, caracterizado porque en la tubería de circulación está montada una bomba de hélice de gran capacidad y en la tubería de descarga del reactor de alta presión hay una bomba de engranajes, terminando la tubería de descarga últimamente mencionada a través
10 de un mecanismo de reducción de la sección de paso en la tubería de circulación.

15 4º. - Un aparato según se reivindica en los puntos 1 ó 2, en el cual el primer reactor a través del cual el líquido fluye es un reactor de alta presión y el reactor siguiente es uno de baja presión, caracterizado porque la tubería de descarga del reactor de alta presión termina en la tubería de circulación entre dos bombas medidoras de engranajes de capacidad diferente dispuestas en esta última tubería.

20 5º. - Un aparato para la preparación continua de productos lineales de policondensación.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en el dibujo que se acompaña y para los fines que se han especificado.

25 Esta Memoria consta de diez hojas escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, 22 OCT 1957

P. A.

ALBERTO DE LA TORRE
INGENIERO

237 885



FIG. 1

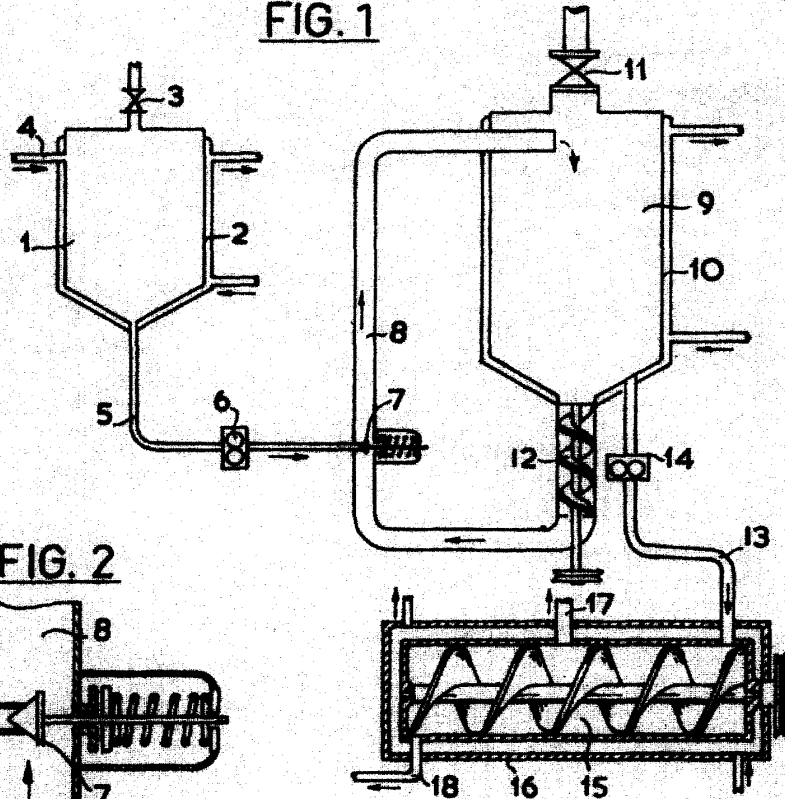


FIG. 2

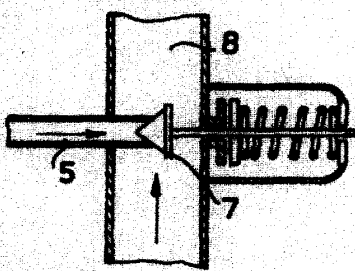


FIG. 3

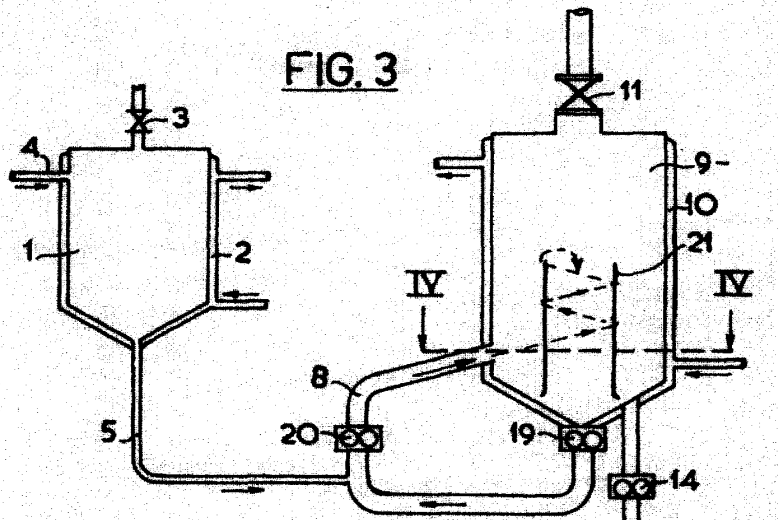


FIG. 4

