

17 DNE 1951 263905



263905

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

PATENTE DE INVENCION

en

ESPAÑA

por VEINTE años

a nombre de SOLVAY & CIE., entidad belga, establecida en 33 Prince Albert, Ixelles, Bruselas, Bélgica, por:

"PROCEDIMIENTO DE SECADO DE PARTICULAS DE MATERIAS TERMOPLASTICAS EN LECHO FLUIDIFICADO".

El presente invento se refiere a un procedimiento de secado continuo de partículas de materias termoplásticas, así como a una instalación que permite realizar el procedimiento.

5 Por secado se entiende aquí la separación del agua, del disolvente, de una mezcla de agua o de disolvente, o incluso de cualquier otro líquido que pueda impregnar partículas de materias termoplásticas.

Se sabe que el secado de las materias termoplásticas constituye una operación delicada porque estos productos son sensibles

263905



al calor y a la oxidación. La duración del secado ha de ser regulada en función de diversos factores tales como la naturaleza del producto, su grado de humedad o de impregnación a la entrada del secador, el grado de humedad o de impregnación residual tolerado en el producto que sale. Por otra parte, la temperatura no puede exceder en ningún lugar de un cierto nivel a riesgo de provocar la fusión del polímero y/o la degradación del polímero. El secado de los termoplásticos es particularmente difícil cuando éstos están impregnados de disolvente inflamable; en este caso, han de ser tomadas precauciones muy especiales para evitar los incendios y las explosiones.

Diversos tipos de instalaciones han sido propuestos ya para el secado de partículas sólidas de materias termoplásticas, por ejemplo secadores de vacío, estufas de circulación de aire, secadores verticales de aire caliente o, incluso, secadores rotativos con tubos de vapor. Estos últimos aparatos se distinguen especialmente por la facilidad de la regulación de las condiciones del secado y por la posibilidad de operar de modo continuo; sin embargo, son voluminosos y costosos y, además, su empleo no está indicado cuando el secado se hace en atmósfera de gas inerte porque la falta de estanqueidad de estos aparatos puede originar pérdidas de gas inerte y de disolvente, por una parte, y entradas de aire con oxidación de la materia termoplástica y, eventualmente, riesgos de explosión, por otra parte.

Todos estos inconvenientes pueden ser evitados efectuando el secado en una instalación de lecho fluidificado. La descripción de un aparato de este tipo, especialmente concebido para el tratamiento de materias plásticas, ha sido publicada ya (Chémie-Ingenieur-Technik, 1957, p.411 y 467), pero se trata únicamente del secado discontinuo. El autor de esta publicación

263905



señala por lo demás que se sigue estando inseguro en lo que concierne a la posibilidad de concebir un secador de lecho fluidificado que funcione en continuo, para el tratamiento de materias tan sensibles al calor.

5           Ahora bien, la solicitante ha descubierto que esto es perfectamente posible, siempre que se respeten ciertas condiciones y que se utilice una instalación apropiada.

10           El presente invento tiene por objeto un procedimiento de secado de partículas de materias termoplásticas en lecho fluidificado, caracterizado porque se opera de modo continuo en una zona de fluidificación provista de una red tupida de tubos cambiadores de calor, siendo mantenida la temperatura de los tubos a un nivel tal que la temperatura del lecho no rebase el punto de reblandecimiento o el punto de degradación de la materia termoplástica a secar y estando determinada la duración del secado por  
15           la cadencia a la cual se introduce la materia húmeda en el lecho.

20           Los tubos de caldeo pueden estar recorridos por vapor, gases calientes, etc. Deben estar separados unos de otros y de las paredes del recinto por un intervalo suficiente para conservar una buena fluidificación y, por consiguiente, un buen coeficiente de transmisión de calor y para no provocar aglomeraciones de materia. Una disposición conveniente para los tubos puede ser obtenida, por ejemplo, colocando serpentines planos y verticales y uniendo sus extremos a colectores; una disposición favorable de los tubos es la disposición al tresbolillo porque  
25           aumenta la superficie de caldeo por unidad de volumen. Conviene disponer en la parte superior del lecho fluidificado una cierta altura no provista de tubos con el fin de evitar, especialmente, que las partículas de producto húmedo introducido no entren en  
30           contacto inmediato con los tubos; esta altura dejada libre varía

263905



según la naturaleza de la materia tratada y las condiciones elegidas para el secado, pero se puede estimar en aproximadamente 1/10 de la altura total del lecho fluidificado.

5           Conviene mantener la temperatura del lecho a un valor bastante elevado para que el secado sea completo y especialmente para que el gas que sale del lecho fluidificado no esté saturado. Para asegurar una aportación suficiente de calor, es preciso que la temperatura de los tubos de caldeo sea superior a la temperatura del lecho (ámbito de temperatura : 10 a 50 grados C, por ejemplo). Gracias a la agitación que reina en el lecho fluidificado y a la uniformación de temperatura que de ello resulta, la temperatura de los tubos puede alcanzar un nivel superior a la temperatura de reblandecimiento o de degradación de la materia termoplástica en tanto que la temperatura del lecho no rebase este nivel. Incluso si la separación entre la temperatura de los tubos y la del lecho es pequeña, la aportación de calor por tubos sumergidos en el lecho es importante a causa de que el coeficiente de transmisión de calor es elevado y de que el haz de tubos presenta una gran superficie de cambio.

15           Es posible igualmente precalentar el gas de fluidificación antes de introducirlo en el lecho, pero es preciso vigilar que el precalentamiento no lleve el gas a una temperatura superior al punto de reblandecimiento o al punto de degradación de la materia termoplástica; la cantidad de calor que puede ser soportado por el gas de fluidificación es por lo demás muy netamente inferior a la que puede ser transmitida por los tubos.

25           La evacuación continua del producto secado está basada en el hecho de que los lechos fluidificados se comportan como líquidos y obedecen, entre otras, a la ley de los vasos comunicantes.

30           El recinto de fluidificación está dividido en dos o más com

263905



partimentos que comunican entre sí, estando delimitados estos  
compartimentos por tabiques incompletos; se fuerza así a la ma  
teria fluidificada a pasar sucesivamente de un compartimento a  
otro, lo que aumenta netamente la metodicidad del secado. Si se  
5 desea, estos compartimentos sucesivos pueden estar constituídos  
por varios secadores colocados en serie. Según una variante, se  
puede dividir la zona de fluidificación, por ejemplo, en dos com  
partimentos, el primero, de mayor volumen, que sirve para el se  
cado propiamente dicho y, el segundo, más pequeño, que sirve pa  
10 ra el acabado y lleva el producto hacia la salida. Todos los com  
partimentos del secador están provistos de tubos cambiadores de  
calor; eventualmente, estos compartimentos pueden ser alimenta  
dos por calor a temperaturas diferentes. En la pared exterior  
del compartimento de salida, un poco por encima del nivel superior  
15 de los tubos, está dispuesto un vertedero que desemboca en un ca  
nal por el cual es evacuada la materia secada; este vertedero re  
gula así automáticamente el nivel del lecho.

Por debajo de la zona de fluidificación se encuentra una cá  
mara de distribución de los gases que comunica con la zona de flui  
20 dificación por una chapa perforada o cualquier otro dispositivo  
adecuado. Si se desea, los gases introducidos en esta cámara pue  
den ser precalentados.

Encima de la zona de fluidificación y en comunicación direc  
ta con ésta, está dispuesta una cámara de desprendimiento de al  
25 tura suficiente y que tiene de preferencia una sección superior  
a la del lecho. Se puede dar a esta cámara, por ejemplo, una sec  
ción próxima al doble de la de la zona de fluidificación. En la  
pared de la cámara de desprendimiento se encuentran, por una par  
te, el dispositivo de introducción de la materia a secar, y, por  
30 otra parte, la conducción de evacuación de los gases y vapores sa



lientes.

Con el fin de evitar las pérdidas de gas, se pueden disponer medios de estanqueidad tales como, por ejemplo, esclusas, en el orificio de introducción del producto a secar y en el canal de salida del producto seco. Esta precaución es necesaria sobre todo cuando se emplea un gas inerte como agente de fluidificación.

Finalmente, es útil adaptar las dimensiones de las partículas a secar a la cantidad de gas de fluidificación disponible. Si esto es necesario, se trata el producto a secar en una troceadora o cualquier aparato adecuado antes de introducirlo en el secador.

Con el fin de ilustrar el invento sin limitar por ello su alcance, se dará a continuación un ejemplo de realización.

El invento se puede aplicar al tratamiento de cualquier materia termoplástica, por ejemplo a las poliolefinas, el policloruro de vinilo, los copolímeros, etc. independientemente del procedimiento por el cual haya sido obtenida y cualquiera que sea el líquido a evaporar (agua, disolvente orgánico o mezcla).

#### EJEMPLO

Se propone secar partículas de polietileno obtenidas por polimerización a poca presión, en presencia de un catalizador a base de óxido de cromo y de sílice y/o de alúmina, en el ciclohexano. La solución saliente de polímero en el ciclohexano está a la temperatura de aproximadamente 150 grados C, bajo una presión de 5 a 6 kgr/cm<sup>2</sup>. Se añade agua a 40 grados C y se hace barbotar vapor para vaporizar el ciclohexano y obtener un lodo acuoso de polímero a 88 grados C aproximadamente. El polímero, más ligero, sobrenada y es retirado por espumación. Sus partículas tienen entonces una dimensión media de 2 mm y contienen



263005

una cantidad muy grande de agua.

Se envía el producto tal cual a una troceadora, donde se reducen las partículas a aproximadamente 0,8 mm de diámetro, siendo la proporción de agua presente de aproximadamente 0,60 kgr/ por kgr de polímero seco. Hay que señalar que las partículas de polímero obtenidas por precipitación en el agua retienen proporcionalmente más agua antes del troceado que después de esta operación, de modo que sería ventajoso separar este agua líquida antes de introducir el polímero en el secador.

Como muestra la figura aneja, el secado se efectúa en un aparato del tipo descrito, con un tabique 1 que forma dos compartimentos desiguales. La instalación incluye una zona de fluidificación 2 de aproximadamente  $2,3 \text{ m}^3$  provista de tubos metálicos 3 de una pulgada, cuya superficie total en el lecho es de aproximadamente  $40 \text{ m}^2$ . Estos tubos están separados unos de otros y de las paredes por un intervalo de aproximadamente 40 a 45 mm. Están recorridos por vapor de agua a aproximadamente dos atmósferas absolutas, es decir, llevado a aproximadamente 120 grados C; este vapor es utilizado a razón de 235 kgr por hora.

El polietileno húmedo, previamente troceado en 8, es introducido en 7 a la zona de desprendimiento 4 del secador, en cantidad de 472 kgr por hora y pasa por gravedad a la zona de fluidificación 2.

Se introducen nitrógeno a 44 grados C. y que contiene todavía 0,065 kgr de agua por kgr en la cámara de distribución de los gases 5 a razón de 1.800 kgr de gas seco por hora. Esta cámara comunica con la zona de fluidificación 2 por los agujeros de una chapa perforada 6. La temperatura del lecho fluidificado en las condiciones así definidas, es de 81 grados C aproximadamente.

A la introducción continua de polímero húmedo 7 corresponde

263915



automáticamente una salida de producto seco 9. El tiempo medio de permanencia de las partículas en el secador es de aproximadamente dos horas. Su contenido en agua a la salida no es más que de 0,004 kgr por kgr de polímero seco.

15 El gas de fluidificación sale del aparato en 10 a la temperatura de 78 grados C con un contenido en agua de 0,161 kgr. por kgr de gas seco. El arrastre de finas partículas de polímeros por los gases salientes es del orden de 0,8 %.

10 En el caso de tratamiento de polietileno de baja presión, como en el ejemplo anterior, la temperatura de los tubos ha de ser regulada de manera que la temperatura del lecho no rebase el punto de reblandecimiento del polímero. Se evita así la fusión del producto en los tubos o en otros puntos calientes eventuales del aparato. El polietileno del ejemplo tiene un punto de reblandecimiento de 125 grados C aproximadamente medido según el método de VICAT (A.S.T.M. número D. 1.525) bajo una carga de 1 kgr.

20 Otros polímeros se degradan bajo el efecto del calor desde antes de haber alcanzado el punto de reblandecimiento, Este es el caso especialmente del policloruro de vinilo que tiene un punto VICAT del orden de 85 a 100 grados C bajo una carga de un kgr pero que, según las condiciones que reinan en el secador, se puede degradar ya entre 70 y 95 grados C. Es bien evidente que cuando se tratan estos productos la temperatura de los tubos debe ser tal que la temperatura del lecho no alcance el punto de degradación del polímero.

25 Esta solicitud que corresponde a la presentada en Bélgica, el 20 de Enero de 1960, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

30



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:

1.- Procedimiento de secado de partículas de materias termoplásticas en lecho fluidificado, caracterizado porque se opera de modo continuo en una zona de fluidificación provista de una red tupida de tubos cambiadores de calor, siendo mantenida la temperatura de los tubos a un nivel tal que la temperatura del lecho no rebase el punto de reblandecimiento o el punto de degradación de la materia termoplástica a secar y estando determinada la duración del secado por la cadencia a la cual se introduce la materia húmeda en el lecho.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se utiliza un secador con lecho fluidificado dividido lateralmente en dos o varios compartimentos por uno o varios tabiques incompletos, sirviendo el primer compartimento para el secado propiamente dicho, sirviendo los otros compartimentos para el acabado y llevando el último el producto hacia la salida, estando provisto cada uno de estos compartimentos de una red de tubos cambiadores de calor.

3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el nivel del lecho fluidificado se regula automáticamente gracias a un vertedero de rebose colocado a la altura deseada sobre la pared exterior del compartimento de salida.

4.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la parte superior del lecho fluidificado no contiene tubos cambiadores de calor, en una altura que corresponde aproximadamente a un décimo de la altura total del lecho.

263915



5.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque los dispositivos de entrada y de salida de la materia termoplástica están provistos de medios que aseguran la estanqueidad del secador, por ejemplo esclusas, lo que permite especialmente utilizar gases inertes como gas de fluidificación.

6.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la materia termoplástica a secar es tratada previamente en una troceadora con el fin de adaptar las dimensiones de las partículas a la cantidad de gas de fluidificación disponible.

7.- Procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado porque se separa el líquido de las partículas de materias plásticas a la salida de la troceadora, antes de introducir la materia termoplástica en el secador.

8.- Procedimiento según la reivindicación 1 y eventualmente una o varias de las reivindicaciones 2 a 7, caracterizado porque se le aplica al secado de polietileno preparado a pequeña presión en presencia de un catalizador óxido de cromo-sílice/alúmina, siendo el gas de fluidificación un gas inerte y estando la temperatura de los tubos a un nivel tal que la temperatura del lecho no rebase el punto de reblandecimiento del polímero, es decir, aproximadamente 125 grados C.

9.- Procedimiento según la reivindicación 1 y eventualmente una o varias de las reivindicaciones 2 a 7, caracterizado porque se le aplica al secado del policloruro de vinilo, siendo el gas de fluidificación aire o un gas inerte y estando la temperatura de los tubos a un nivel tal que la temperatura del lecho no rebase el punto en el cual el polímero comienza a degradarse en las condiciones que reinan en el secador.

10.- Instalación para el secado continuo en lecho fluidificado de las partículas de materias termoplásticas como se ha

263905



descrito más arriba, con referencia a los ejemplos así como al esquema anejo.

11.- Procedimiento de secado de partículas de materias termoplásticas en lecho fluidificado.

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

Esta Memoria consta de once hojas escritas a máquina por una sola cara.

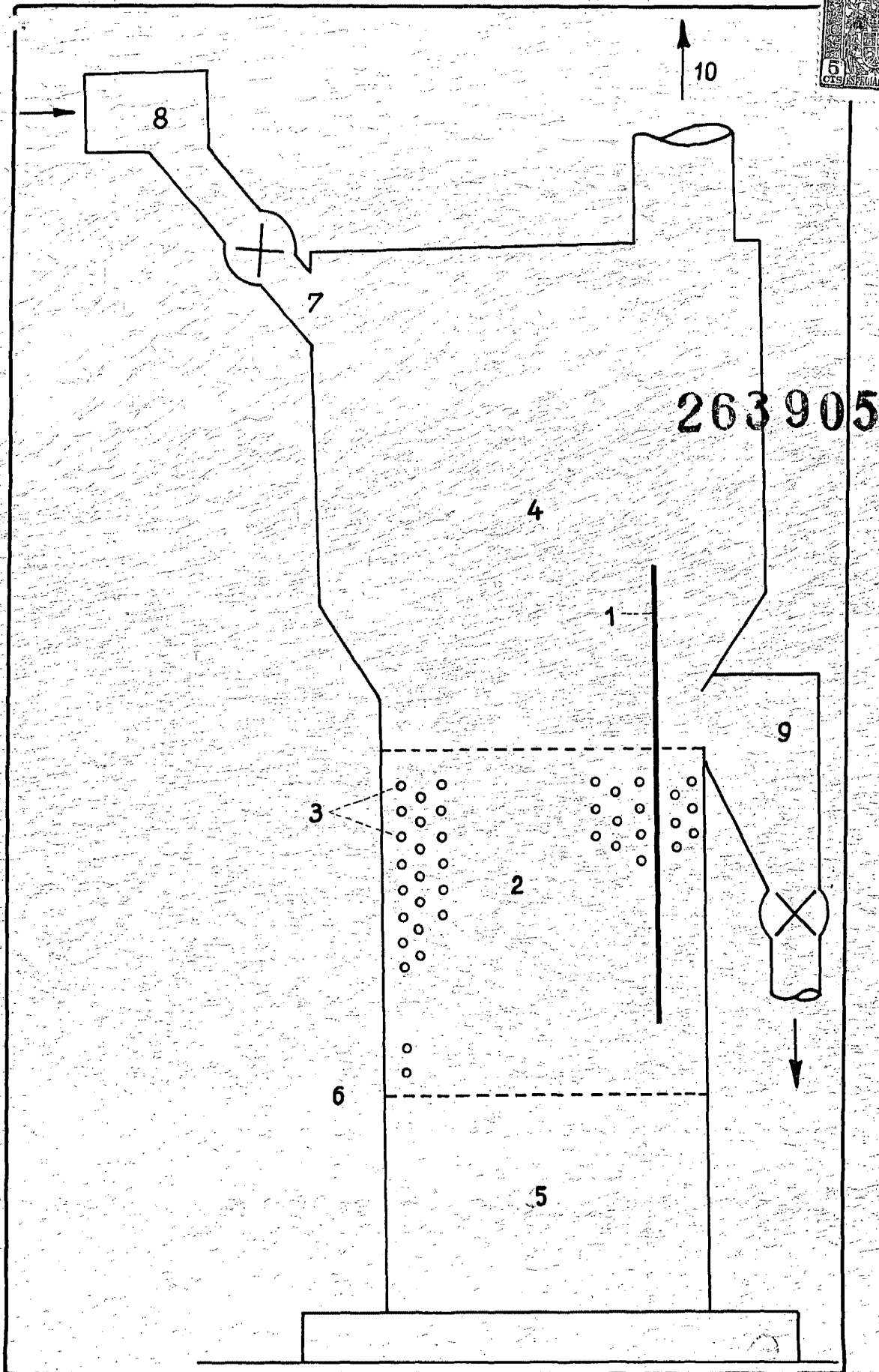
10

Madrid,

11 ENERO 1941

P.A.

Alberto de Ezaguirre



*[Handwritten signature]*