

D.178



1962

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

**276726**

por "PROCEDIMIENTO CON SU DISPOSITIVO PARA LA SEPARACION CONTINUA DE CIS-1,4-POLIBUTADIENO", a favor de la firma italiana MONTECATINI SOCIETÁ GENERALE PER L'INDUSTRIA MINERARIA E CHIMICA, residente en MILANO (Italia), Largo G. Donegani 1-2.

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Este invento se refiere a un procedimiento y un aparato para la separación continua del disolvente de la solución de cis-1,4-polibutadieno, con recuperación de dicho disolvente.

5. Se sabe que la solución de polibutadieno procedente de la instalación polimerizadora es, a temperatura ambiente, una masa fluída, con una viscosidad del orden de 10,000 centipoises, muy pegajosa y que forma filamentos; dicha cifra de viscosidad corresponde a una solución con una viscosidad intrínseca de 2,05, un peso molecular de 146,000
- 10.

276726

23



y un residuo seco del 15%. La viscosidad está determinada a 20°C con un viscosímetro Brookfield, provisto de rotor Hat, a 50 revoluciones por minuto.

5. La viscosidad de esta masa evidentemente varía con el peso molecular y la temperatura, pero sobre todo varía considerablemente con la concentración y, con valores de residuo seco del orden de 30% aproximadamente, la masa asume ya el aspecto de un gel de consistencia cauchosa.

10. La eliminación del disolvente por evaporación directa mediante el empleo de los métodos y aparatos convencionales, causa en estos casos una serie de inconvenientes no despreciables, que atañen a los problemas de la transmisión del calor, la mezcla de la masa y la renovación de la superficie evaporante.

15. El procedimiento a que se refiere este invento elimina los inconvenientes anteriores, y el aparato para su realización responde a todas las características requeridas por una buena transmisión de calor y por una renovación continua de la superficie evaporadora.

20. El procedimiento de este invento se caracteriza por el hecho de que la evaporación del disolvente de la solución polimérica se efectúa en dos etapas sucesivas separadas: en la primera etapa, en la cual la solución es relativamente fluida, el calor de evaporación es suministrado

25. a dicha solución mediante conducción por superficies calefactoras, y la superficie evaporadora se aumenta y se renueva continuamente distribuyendo la solución en una serie de superficies metálicas giratorias, parcialmente inmersas en

30. la solución; mientras que en la segunda etapa, en la cual la solución ha adoptado el aspecto de una masa cauchosa (para



3- 276726

concentraciones superiores al 50% de polímero) y la transmisión de calor es de consiguiente difícil, el calentamiento de la masa se obtiene transformando parcialmente en calor la energía mecánica suministrada a la masa por el mecanismo de extrusión. En ambas etapas del procedimiento, la eliminación del disolvente puede facilitarse manteniendo en vacío los dispositivos que constituyen el aparato.

5.

El aparato para realizar el procedimiento a que se refiere este invento consta en esencia de un concentrador previo (constituído por una caldera rectangular en cuyo fondo están situados, a lo largo del lado mayor, dos transportadores de tornillo que en la parte central se interpenetran recíprocamente y cuyo paso en la última porción es inferior al paso de la primera porción), de una tolva alimentadora y de un extrusor de secado, constituído por un casco cilíndrico que contiene un tornillo de paso constante, el cual transporta la solución procedente del concentrador previo al cabezal de extrusión, por el cual se extruye el polímero desecado.

10.

15.

20.

El invento se describirá a continuación haciendo referencia al dibujo acompañante, que ilustra una modalidad preferida de realización. En este dibujo, la Figura 1 muestra una sección longitudinal, y la Figura 2 una sección transversal del aparato.

25.

Con referencia a las Figuras 1 y 2, el concentrador previo consta en esencia de una caldera rectangular (1), en cuyo fondo, adecuadamente configurado, están colocados dos tornillos transportadores (2,2) a lo largo del lado mayor.

30.

Cada tornillo consta de un árbol (3) que lleva en su periferia una hélice de paso muy pequeño y gran superfi-



276726

23

cie, formando casi una serie de discos. Los dos tornillos se interpenetran en su porción central y, a causa de que giran en dirección opuesta, producen un efecto autolimpiador.

5.

La última porción (4) de los tornillos está prolongada, con diámetro invariable hasta más allá de la caldera de sección rectangular, por una porción que tiene una sección circular doble dentro de la que giran los tornillos completamente encerrados.

10.

En esta última porción (4, Figura 1), el paso constante de la hélice es inferior al paso, también constante, de la primera porción.

15.

La caldera (1), en correspondencia con la parte ocupada por los tornillos, tiene una camisa (5) para la circulación del fluido calefactor, que está dividida en tres zonas; también el árbol (3) de los tornillos (2) está perforado para la circulación interna del líquido cambiador de calor.

20.

La solución polimérica procedente de la instalación polimerizadora pasa por un tubo con camisa (5'), en el que puede calentarse, y entra en el concentrador previo al principio de la porción dotada de sección rectangular.

La corriente de solución se regula de manera que se mantenga apenas cubierto el árbol central (3) de los tornillos.

25.

A causa de la rotación de los tornillos, la solución pasa por toda la caldera y es descargada en el lado opuesto.

30.

Durante esta marcha, la hélice de los tornillos ejerce una acción triple y causa: a) el avance de la solución a través del aparato; b) la renovación continua



5

276726

de la solución sobre las paredes calefactoras de la caldera;  
c) en su parte superior, saliendo de la solución, la formación de un velo tenue de solución con gran superficie evaporadora. La caldera está completamente cerrada y aislada  
5. y puede mantenerse en vacío por medio de la caperuza (6), que está conectada con el condensador (no representado).

La solución que sale del concentrador previo y que ya tiene el aspecto de una masa cauchosa se envía, por medio de una tolva alimentadora (7), cerrada y aislada para  
10. impedir la condensación, si la hay, de los vapores del disolvente y conectada con el condensador por medio de (6'), al extrusor de secado (8), constituido por el extrusor de tornillo (9), que tiene una longitud correspondiente a unas 30 veces el diámetro.

15. En la parte superior del cilindro extrusor, en dirección de la generatriz, existe una abertura rectangular (10) de longitud más o menos equivalente a  $3/4$  de la longitud del cilindro.

Esta abertura está cerrada por la caperuza (11),  
20. que lleva dos agujeros de inspección (no representados) para observar el funcionamiento de la máquina y que se mantiene en vacío por medio de (6").

El cilindro (8) lleva una camisa externa (12) dividida en tres zonas para la circulación del fluido calefactor.  
25.

El tornillo (9) del extrusor tiene un paso constante y un perfil de forma constante, destinado a realizar una fuerte acción mecánica sobre el polímero tratado.

El tornillo está también perforado a lo largo de  
30. su eje para permitir la circulación del fluido termostático.

276726

23/11



La solución procedente del concentrador previo entra en el extrusor y es transportada a través de todo el cilindro hasta el cabezal de extrusión (13).

5. Durante esta marcha, el polímero deja que se evapore el disolvente todavía presente, y los vapores son enviados a través de la caperuza colectora (11) y el tubo conectado con el condensador (6").

10. A la salida del extrusor está colocado el cabezal de extrusión (13), que tiene una abertura rectangular con una anchura de 30 mm y un espesor de 2,5 mm, y el polímero desecado se extruye en forma de cinta.

A continuación se exponen, a título de ejemplo no limitativo, los datos relativos a una prueba efectuada con el aparato que se ha descrito.

15. Concentrador previo

rotación de los dos tornillos	6 r.p.m. (en dirección opuesta)
presión de vapor en la cámara calefactora	2,9 kg/cm <sup>2</sup>
20. tiempo de permanencia de la solución	14 minutos
vacío	500 mm de Hg
solución alimentada	100 kg/h
concentración de la solución cargada	8%
concentración en la descarga	56,4%

7 -



276726

Extrusora de secado

rotación del tornillo	20 r.p.m.
presión de vapor en la camisa cale- factora	2,9 kg/cm <sup>2</sup>
51 tiempo de permanencia	4 minutos
vacío	500 mm de Hg
concentración en la alimentación	56,4%
concentración en la descarga	99%



N O T A

276726

Descrito el invento se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones, con prioridad de la patente italiana Nº 7660/61 del 24 de abril de 1961.

5. 1. Procedimiento con su dispositivo para la separación continua de cis-1,4-polibutadieno del medio disolvente en que se efectúa la polimerización, caracterizado por el hecho de que la evaporación del disolvente de la solución polimérica se efectúa en dos etapas sucesivas, en la primera de las cuales, en la que la solución está relativamente fluida, o sea con
10. concentraciones de polímero inferiores a un 50% aproximadamente, el calor de evaporación se suministra a la solución por conducción mediante superficies calefactoras y la superficie evaporadora se extiende y se renueva continuamente distribuyendo la solución sobre una serie de superficies
15. metálicas giratorias, parcialmente inmersas en la solución, mientras que en la segunda etapa, en la que la solución ha asumido el aspecto de una masa cauchosa y la transmisión de calor por conducción es difícil, el calentamiento de la masa se obtiene predominantemente transformando en calor
20. la energía mecánica suministrada a la masa desde fuera por medio de un mecanismo de extrusión.

2. Procedimiento en conformidad con lo definido en la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que la separación del disolvente se facilita actuando en las dos



276726

etapas bajo presión reducida.

3. Procedimiento en conformidad con lo definido en la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que en la primera etapa de separación la solución polimérica se ajusta a una viscosidad del orden de  $10^6$  centipoises.
5. 4. Procedimiento en el que el dispositivo, de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 3, se caracteriza por estar constituido de un concentrador previo que en esencia comprende una caldera rectangular, en cuyo fondo, a lo largo del lado mayor, están dispuestos dos tornillos transportadores que se interpenetran en su parte central y cuyo paso en la última porción es inferior al peso de la primera porción; por una tolva alimentadora, y por un extrusor de secado que comprende un recipiente cilíndrico que incluye un tornillo de paso constante para transportar la solución desde el concentrador previo al cabezal extrusor, por el cual se extruye el polímero desecado.
10. 5. Procedimiento en conformidad con lo definido en la reivindicación 4, caracterizado por el hecho de que el concentrador previo, la tolva alimentadora y el extrusor de secado están conectados con dispositivos convencionales para someterlos a presión reducida.
15. 6. Procedimiento con su dispositivo para la separación continua de cis-1,4-polibutadieno.
20. Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de diez hojas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras, acompañadas de una lámina de dibujos y de la documentación reglamentaria.
- 25.

276726

23 11/6



Madrid, a 23 de abril de 1962.

MONTECATINI, Società Generale per l'Industria

Mineraria e Chimica.

p.a.

JAIMÉ ISERN MIRALLES

P.P.

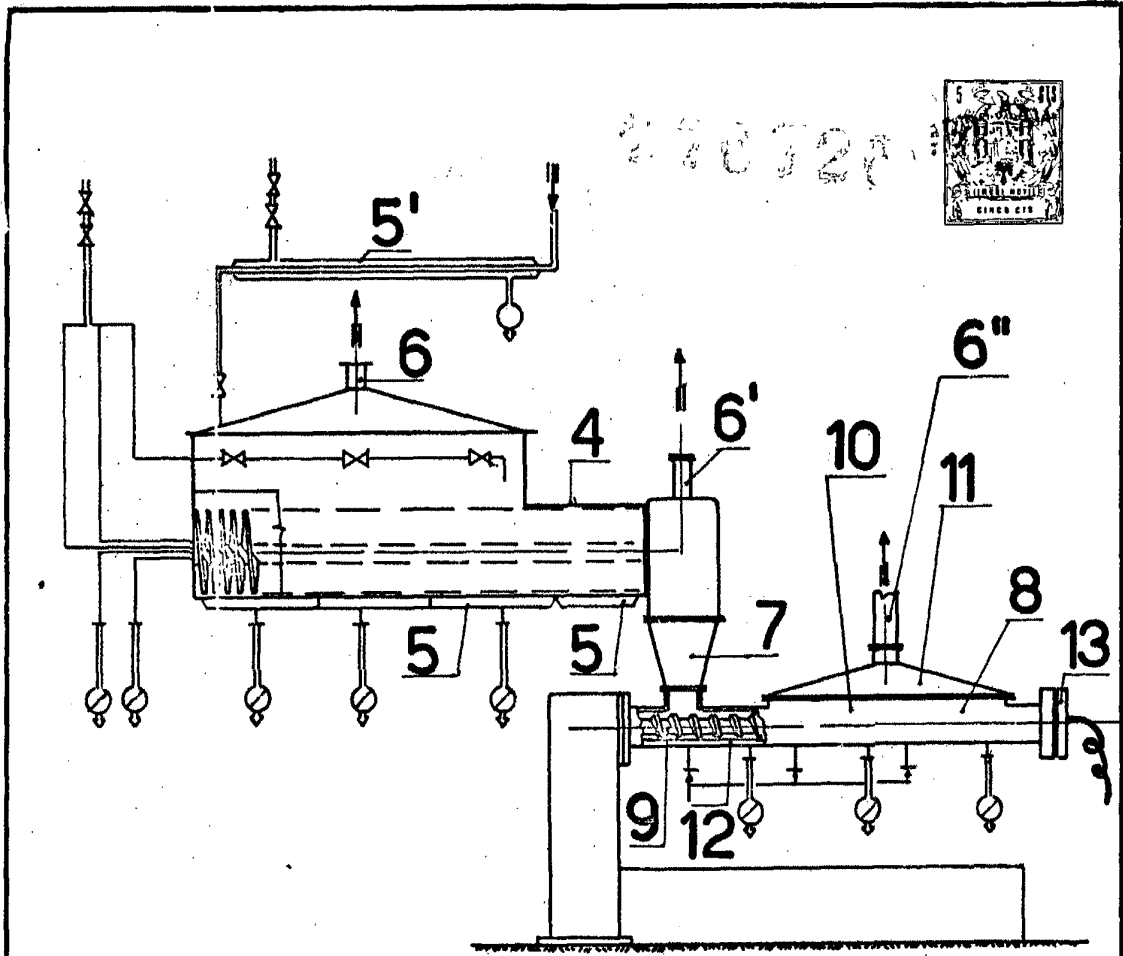


Fig. 1

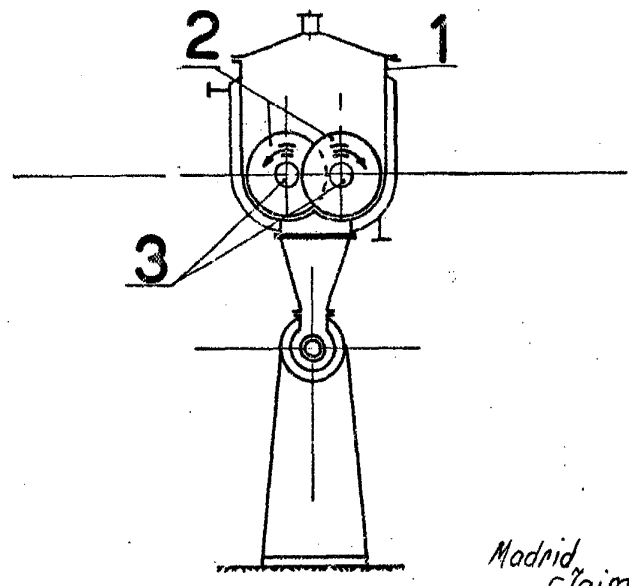


Fig. 2

Madrid 23 APR 1962  
p.p. Jaime Isern  
*[Signature]*

D. 178