



284718

284718

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

a favor de:

FARBWERKE HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT, vormals Meister Lucius & Brüning, de nacionalidad alemana, residente en Frankfurt (M) - Hoechst (República Federal Alemana), por:

"PROCEDIMIENTO Y DISPOSITIVO PARA UNA POLICONDENSACION CONTINUA".

- - - - -

Memoria descriptiva

La presente invención se refiere a la obtención de productos de policondensación, y especialmente a un procedimiento continuo para la obtención de poliésteres, poliéteres y poliamidas lineales saturados y sin saturar, así como a un dispositivo para la aplicación del procedimiento.

5

Es conocido el procedimiento de alimentarle calor a una mezcla de reacción para iniciar y continuar la policondensación, sometiendo al propio tiempo la mezcla a una presión disminuída y a la acción de un órgano agitador. En la mayoría de los casos, tales procedimientos son realizados por cargas, en recipientes con

10



284718

mecanismo agitador de una capacidad útil de 5 a 10 m³. La policondensación por cargas tiene inconvenientes que dependen de las propiedades térmicas y reológicas de la mezcla de reacción. La conductibilidad térmica absolutamente mínima de la mezcla y la viscosidad, que aumenta al avanzar la policondensación, se oponen a una mezcla y calentamiento uniforme, por lo que conducen a la obtención de productos de un grado desigual de policondensación. A ello se añaden, además, los inconvenientes propios de manera general a la producción por cargas, en comparación con la producción continua, y que consisten en la desigualdad recíproca de las distintas cargas.

También se han dado a conocer procedimientos que se desarrollan de manera continua. En estos procedimientos continuos conocidos, la conductibilidad térmica mínima ya mencionada y el comportamiento de flujo de la mezcla, que empeora durante la policondensación, se oponen a menudo de manera todavía más perjudicial a la obtención de un producto de elevado grado de polimerización y de la uniformidad deseada. Como, en estos procedimientos, el avance de la mezcla se verifica exclusivamente por la influencia de la fuerza de gravedad, como cuando se emplean aparatos de columna o de caída de película, el grado de condensación tiene un límite particularmente bajo que, a menudo, se alcanza ya con viscosidades de un orden de magnitud de 80 Poise.

Cuando se emplean aparatos en los cuales el transporte de la mezcla es obtenido de manera especial mediante medios auxiliares mecánicos, como tornillos, rodillos u otros dispositivos transportadores, pueden, si, superarse mejor la resistencia al cizallamiento en la mezcla de materias y las fuerzas de adherencia, pero no pueden evitarse las indeseadas desigualdades de mezcla y los excesivos sobrecalentamientos locales. Según enseña la experiencia,



284718

las inhomogeneidades, una vez que se han producido, pueden ser com-
pensadas tanto menos, en el desarrollo de estos procedimientos,
cuando más precisamente se realiza el transporte.

En los aparatos de tornillo sin fin similares a los de extru-
45 sión, se forma, entre la cresta del tornillo y la cuba que sirve
de superficie de calentamiento, una delgada capa de mezcla corres-
pondiente al juego existente; por el contrario, la capa entre el
núcleo del tornillo y la pared de la cuba es mucho más grande. A
consecuencia de ello, dada la conductibilidad térmica mínima de la
50 mezcla de materias, existe peligro de sobrecalentamiento de las ca-
pas próximas a la cuba, o bien el de un insuficiente calentamiento
de las partes de mezcla próximas al núcleo. El débil efecto de mez-
cla del tornillo sin fin no puede compensar estas distintas condi-
ciones. También el empleo de rodillos cuya superficie activa reali-
55 za un movimiento relativo con respecto a la pared de la caja o de
la cuba trae consigo considerables inconvenientes. Con un ancho in-
tersticio entre la caja y el rodillo, el efecto de mezcla es míni-
mo. Con un intersticio relativamente estrecho en todos los senti-
dos puede, si, obtenerse una mejor mezcla, pero la superficie de
60 que entonces se dispone para la desgasificación es más o menos in-
suficiente.

En los procedimientos conocidos en los cuales se emplean otros
medios auxiliares mecánicos, como raspadores o separadores, para
hacer avanzar la entera corriente de mezcla que llega, en capa muy
65 delgada y en un solo paso, sobre la superficie de calentamiento,
existe una gran sensibilidad a las oscilaciones de temperatura, de
modo que diferencias que caen dentro del campo de la precisión de
regulación de dispositivos de calentamiento mandados automáticamen-
te conducen a la obtención de productos secundarios indeseados. Tam-
70 bién los raspadores y separadores son fuente de obtención de tales



productos secundarios. A ellos se quedan adheridas proporciones de mezcla considerables - en comparación con el contenido mínimo de mezcla de los aparatos - que vuelven a ser aplicadas continuamente sobre la superficie de calentamiento, descomponiéndose rápidamente.

75 La presente invención se propone resolver el problema de obtener productos de policondensación en escala industrial con evitación de los inconvenientes descritos.

La solución consiste en un procedimiento de policondensación continua en el cual, según la invención, se toman de manera conti
80 na, de las distintas fases de una corriente de masa de fusión rei
teradamente retenida en un solo lecho, partes de masa de fusión, se aplican sobre la sección de superficie de calentamiento corrés
pondiente a cada fase de retención, se extienden, se devuelven a la fase de retención y se mezclan allí con la corriente de la ma
85 sa fundida.

La masa fundida es perturbada continuamente por las corrientes parciales derivadas, mezclada íntimamente y transportada, por el empuje de la masa que llega, más allá de las distintas caídas. En ello es ventajoso exponer la masa fundida a temperaturas que
90 aumentan al avanzar la policondensación.

La adaptación al progresivo grado de policondensación puede ser mejorado todavía reteniendo la masa fundida, por grados, en varios lechos sucesivos y exponiéndola a presiones que disminuyen y a temperaturas que aumentan al avanzar la policondensación.
95 Las presiones pueden, por ejemplo, ser escalonadas de lecho en lecho en progresión geométrica, mientras que las temperaturas pueden ser mantenidas en aumento lineal en el sentido de la corrien
te.

Otra posibilidad de adaptación reside en la variación del es
100 pesor de la capa; así, las partes de masa fundida tomadas en la



284718

primera fase de retención pueden ser aplicadas y extendidas en una capa delgada, y las de las fases siguientes en capas relativamente más gruesas. Por fin, también la profundidad y la anchura de las fa-
ses de retención o su contenido de masa fundida pueden ser escalonados, por ejemplo para la obtención de un determinado curso de
105 tiempo de permanencia.

El procedimiento según la invención asegura un buen aprovechamiento del espacio, de las superficies y del tiempo. Para evitar sobrecalentamiento, las capas de producto sobre las superficies de calentamiento son renovadas constantemente y mezcladas siempre con
110 el contenido de las fases de retención. Por rebosamiento durante la mezcla, una parte de la masa fundida es desplazada también a las fases contiguas, pero la mezcla que llega no puede de modo alguno mezclarse directamente con la masa fundida que sale. Se obtiene así un producto de gran uniformidad y calidad.
115

Para la aplicación del procedimiento descrito, se emplea un dispositivo constituido por una caja hermética al vacío, calentable por todos lados, de forma cilíndrica o cónica, dispuesta preferiblemente horizontalmente y que contiene elementos anulares de retención que dividen la caja en varias cámaras de retención y que
120 están unidas a través de dispositivos de distribución, de extensión y de raspado, entre sí y/o con un árbol motor.

En los adjuntos dibujos está representado un tal dispositivo en formas de ejecución dadas a título de ejemplo. La Fig. 1 muestra una sección por el eje longitudinal, las Figs. 2 y 3 corresponden a correspondientes secciones transversales por los planos I - I y II - II. En la Fig. 4, se reproduce una variante del dispositivo; la Fig. 5 corresponde a una sección en el plano III - III y la Fig. 6 muestra dos dispositivos montados en paralelo.
125

130 Como puede verse por la Fig. 1, en una caja cilíndrica 1, dis



284718

135 puesta horizontalmente, unos elementos anulares de retención 2 es-
tán unidos entre sí y con un árbol de accionamiento 4 por disposi-
tivos de distribución, de extensión y de raspado 3 en forma de lá-
mina. Las láminas de unión pueden estar dirigidas radialmente, pe-
140 ro también, como puede verse mejor por la Fig. 2, pueden estar in-
clinadas con respecto a una tangente del que toca los elementos de
retención en el extremo exterior de las láminas. El árbol de accio-
namiento 4 está constituido aquí solamente por un muñón al cual es-
tán sujetas, mediante un cubo 5, cuatro láminas 3. Al girar el ár-
bol, son accionados el cubo 5, las láminas 3 y los anillos de re-
tención 2. La caja 1 está rodeada de una camisa de calentamiento 6
subdividida en varias secciones.

145 El dispositivo de calentamiento, y respectivamente la camisa
de calentamiento, pueden funcionar mediante vapor o mediante un ele-
mento líquido de transmisión de calor. Sin embargo, es ventajoso
prever un dispositivo de calentamiento eléctrico; tales dispositi-
vos de calentamientos eléctricos pueden fácilmente ser subdivididos
en distintas secciones, que pueden hacerse funcionar independiente-
mente una de otra. Por ejemplo, a cada cámara de retención puede co-
150 rresponderle una sección de calentamiento (Fig. 4), pero también
pueden reunirse varias cámaras contiguas de retención formando un
solo grupo de calentamiento (Fig. 1).

155 Los elementos anulares de retención 2 pueden ser dispuestos de
modo que subdividan la caja en varias cámaras de igual longitud;
sin embargo, es más conveniente graduar las cámaras en su longitud
de modo que sean cada vez más largas de la entrada 7 a la salida 8.
Los diámetros exteriores de los elementos de retención 2 tienen que
tener sólo un juego mínimo con respecto a la pared de la caja, pa-
ra la obtención de un buen efecto de retención. Los diámetros inte-
160 riores de los elementos de retención pueden ser de igual magnitud.



284718

Se obtiene con más seguridad una retención netamente escalonada hacia la salida 8 si los diámetros interiores de los elementos anulares de retención son cada vez más grandes hacia la salida.

Las láminas 3 de distribución, de aplicación y de raspado de una cámara son dispuestos convenientemente con distinto juego con respecto a la pared de la caja, de acuerdo con su cometido. De este modo, además de la mezcla en la fase de retención, se obtiene una mezcla adicional sobre la pared. Asimismo, para obtener capas de altura creciente, el juego de las láminas de aplicación puede ser más grande en las últimas cámaras que en las primeras. Únicamente las láminas que sirven de raspadores poseen un juego mínimo uniforme con respecto a la pared.

Para la distribución y la aplicación de la masa fundida pueden preverse también ventajosamente, en lugar de láminas, rodillos montados o guiados en los elementos de retención 2. Para explicar tal disposición, en la cámara central (Figs. 1 y 3) está representado un par de rodillos. Puede verse como pueden montarse giratorios los rodillos 3 en las perforaciones 11 de los elementos de retención 2; los ejes de los rodillos no ejecutan movimiento relativo alguno con respecto a las láminas que unen los elementos de retención. Los rodillos pueden, sin embargo, también estar montados giratorios en varillas (12) de los elementos de retención (2). (Veánse las figuras 4 y 5).

En una caja cónica, los rodillos o cilindros tienen que ser también cónicos, para que su superficie mantenga un juego uniforme con respecto a la pared. En las Figs. 4 y 5, se representan entre otras cosas tales formas de ejecución. Los dispositivos de distribución 3 a modo de rodillos de las cámaras de retención 15 y 16 están montados en perforaciones 11 de los elementos de retención 2 y los de la cámara 14 en salientes 12. Las cámaras 13 y 17 contienen



284718

sólo dispositivos de distribución a modo de láminas. Los distintos tipos de dispositivos de distribución y de aplicación están representados aquí uno al lado del otro sólo con fines de comparación. En la ejecución práctica de un tal dispositivo, las cámaras son pro
195 vistas preferiblemente de dispositivos de distribución, de aplicación y de raspado de igual construcción, por ejemplo de láminas y rodillos dispuestos por pares unos enfrente de otros en cada cámara.

Según el juego y el ángulo con respecto a la pared de la caja,
200 las láminas pueden adoptar distintas funciones. Por ejemplo, las láminas prácticamente exentas de juego actúan a modo de raspadores, mientras que las láminas provistas de juego más grande actúan a modo de dispositivos de distribución, de aplicación o de extracción. Mediante una correspondiente inclinación de las láminas, puede mejo
205 rarse la función para la que están destinadas; unas láminas inclinadas hacia delante favorecen el efecto de raspado y de mezcla, mientras que las inclinadas hacia atrás favorecen la toma y la distribución.

Para la ejecución del procedimiento según la invención, pueden
210 montarse sucesivamente varios dispositivos de la clase descrita, pero también pueden trabajar en paralelo varios dispositivos; para ello, pueden por ejemplo montarse en una caja 1 dos árboles, cada uno de los cuales esté provisto de elementos de retención 2, así como de dispositivos de distribución, aplicación y raspado 3. Tal
215 montaje está representado en la Fig. 6.

Ejemplo

Se trataba de elaborar a un más elevado grado de policondensación tereftalato de polietileno que poseía ya una viscosidad de 40 Poise y que se encontraba en una corriente cuantitativa de 100 kg/h
220 y tenía una temperatura de 275º C.



284718 284718

Para ello, empleando un dispositivo del tipo descrito, de una longitud de caja de 1,5 m, un diámetro de caja de 0,8 m y con 4 elementos de retención, se retuvo 5 veces la masa de fusión en la caja. Los diámetros interiores de los elementos anulares de retención estaban escalonados uniformemente entre 400 y 500 mm. De la masa fundida se tomaron en cada fase partes y se distribuyeron mediante láminas sobre las correspondientes secciones de superficie de calentamiento, se extendieron, se devolvieron a la fase de retención y se mezclaron allí con la masa fundida. El árbol, y por tanto los elementos de retención y las láminas, giraban a razón de 16 veces por minuto. La presión de servicio en la caja era de 0,5 Torr. El tiempo de permanencia de la masa de fusión fue de 180 minutos. El policondensado extraído tenía una temperatura de 280^o C y una viscosidad de 10.000 Poise. Al propio tiempo, se produjeron, en forma de vapor, 2 kg/h de glicol etilénico.

Esta solicitud que corresponde a la presentada en Alemania el 2 de Febrero de 1962, bajo el número F 35 903 IVd/39c, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial y del artículo 4^o del Convenio de la Unión.

R E I V I N D I C A C I O N E S

=====

1). Procedimiento para una policondensación continua con alimentación de calor y a presión disminuída, caracterizado por el hecho de que se toman de manera continua de las distintas fases de una masa de fusión retenida varias veces en un lecho partes de masa de fusión, se aplican sobre la sección de superficie de calentamiento correspondiente a cada fase de retención, se extienden, se devuelven a la fase de retención y se mezclan con la masa fundida.

2). Procedimiento según la reivindicación 1), caracterizado por someterse la mezcla a temperaturas que aumentan al avanzar la policondensación.

284718



- 3). Procedimiento según las reivindicaciones 1) y 2), caracterizado por retenerse la masa fundida, por grados, en varios lechos sucesivamente sometándose la masa fundida a presiones que disminuyen y a temperaturas que aumentan al avanzar la policondensación.
- 255 4). Procedimiento según las reivindicaciones 1) a 3), caracterizado por el hecho de que la masa de fusión es aplicada y extendida sobre las superficies de calentamiento en capas cuyo espesor aumenta al avanzar la policondensación.
- 260 5). Dispositivo para la aplicación del procedimiento de las reivindicaciones 1) a 4), caracterizado por una caja hermética al vacío, calentable por todos lados, de forma cilíndrica o cónica, dispuesta en posición preferiblemente horizontal, así como por elementos anulares de retención que dividen la caja en varias cámaras de retención y que están acoplados - a través de dispositivos de distribución, de aplicación y de raspado - entre sí y/o con un árbol de accionamiento.
- 265 6). Dispositivo según la reivindicación 5), caracterizado por dispositivos para el calentamiento de la caja, dispuestos por secciones y que pueden hacerse funcionar independientemente uno de otro.
- 270 7). Dispositivo según las reivindicaciones 5) y 6), caracterizado por elementos de retención cuyos diámetros exteriores corresponden al diámetro interior de las correspondientes secciones de caja y cuyos diámetros interiores van haciéndose más grandes hacia la salida.
- 275 8). Dispositivo según las reivindicaciones 5) a 7), caracterizado por dispositivos de distribución y de aplicación, constituidos por láminas que se encuentran a distinta distancia de la pared de la caja.
- 280 9). Dispositivo según las reivindicaciones 5) a 7), caracterizado por dispositivos de distribución constituidos por rodillos o cilindros.

284718



dros montados giratorios en los elementos anulares de retención.
10). PROCEDIMIENTO Y DISPOSITIVO PARA UNA PÓLICONDENSACION CONTI
NUA.

285 Esta Memoria consta de once hojas foliadas y mecanografía-
das por un solo lado de sus hojas.

Madrid, a 30 de Enero de 1963

Bane

204118

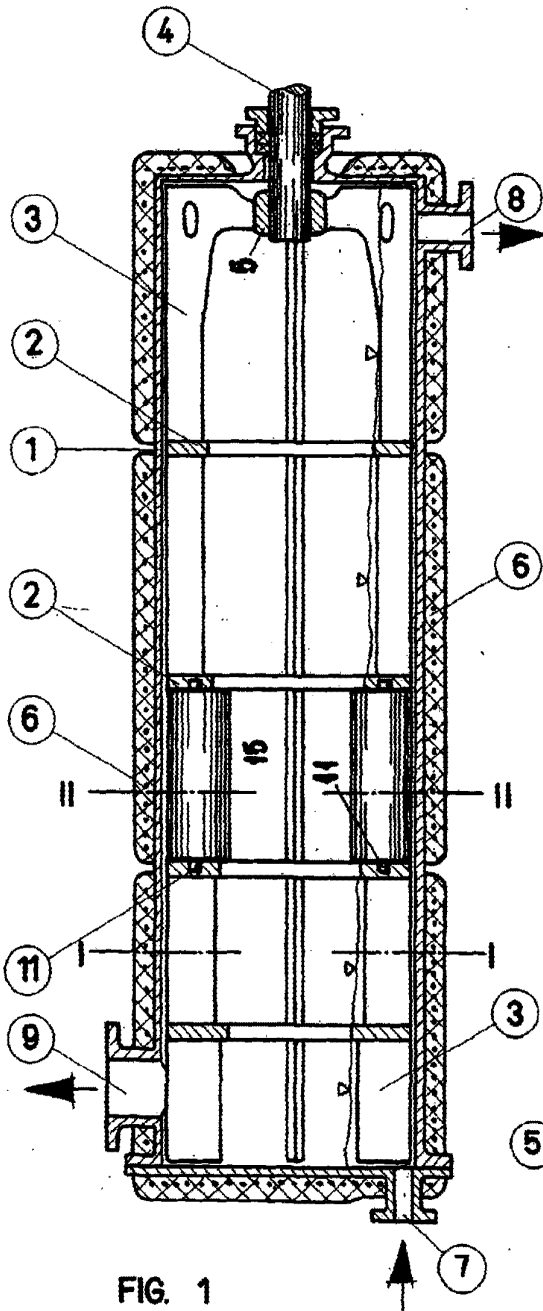


FIG. 1

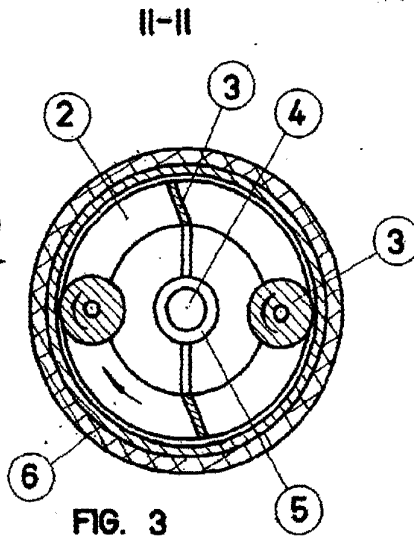


FIG. 3

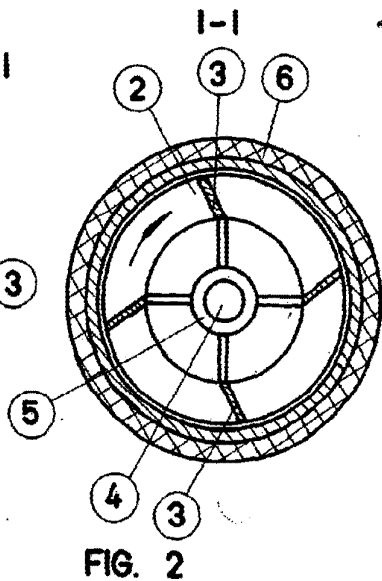


FIG. 2

ESCALA VARIABLE

Madrid 21-1-03.

284713

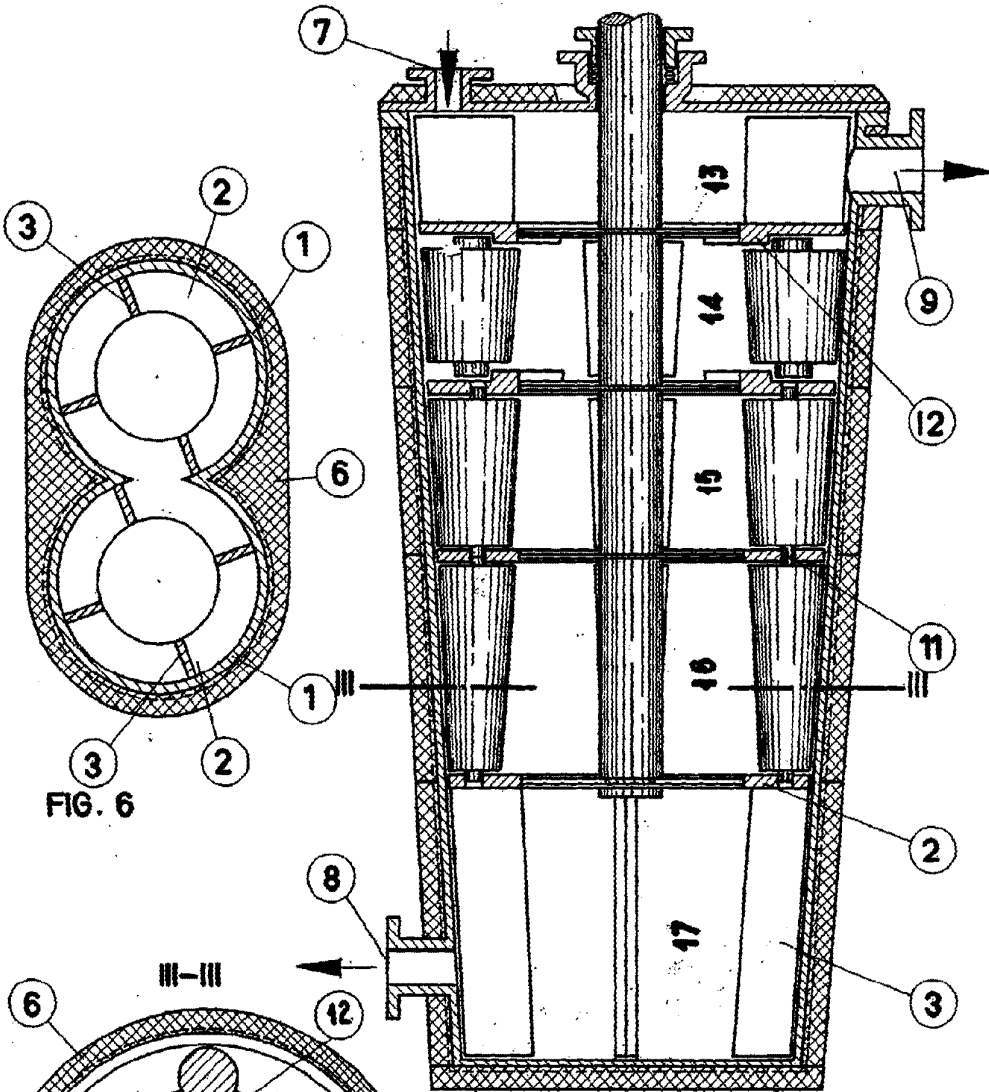


FIG. 4

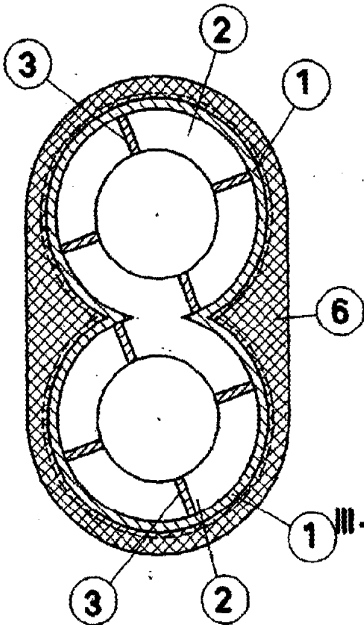


FIG. 6

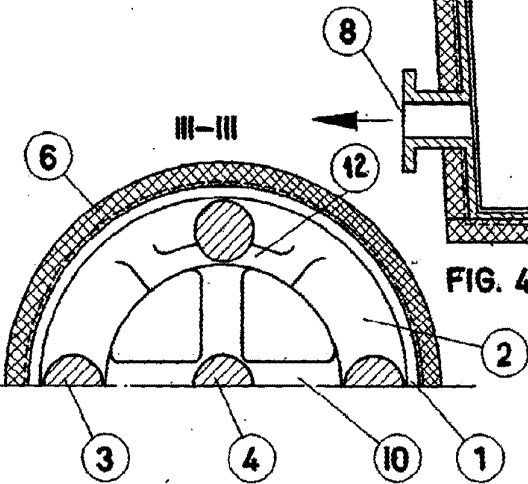


FIG. 5

ESCALA VARIABLE

Madrid 21-4-03

Benito