

Case S.104

336597



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

por "PROCEDIMIENTO MEJORADO PARA EL ACABADO CON VAPOR DE LOS POLIMEROS ELASTOMERICOS", a favor de la firma italiana MONTECATINI EDISON, S.p.A., residente en MILAN (Italia) 31, Foro Buonaparte.

=.=

MEMORIA DESCRIPTIVA

Este invento se refiere a un procedimiento mejorado para la separación de polímeros elastoméricos, en forma sólida y subdividida, de soluciones o suspensiones que los contienen. La expresión "polímeros" significa los productos obtenidos de

5. la polimerización de uno, dos o tres monómeros que contienen insaturaciones etilénicas, y por lo tanto significa homopolímeros, copolímeros y terpolímeros olefínicos.

Se conocen en el ramo procedimientos para la producción de polímeros elastoméricos sintéticos en forma de soluciones

10. nes de hidrocarburos o en disolventes halogenados, o de suspen-



336597

siones en las que pueden hallarse también parcialmente solubilizados. En algunos casos puede ser conveniente utilizar como disolvente uno de los monómeros; esto sucede, por ejemplo, en la producción de terpolímeros olefínicos, en la cual, a causa

5. de la reactividad generalmente baja de los dienos empleados como tercer monómero, se utiliza como disolvente un exceso de dicho termómetro.

Existe, por consiguiente, el problema de separar dichos polímeros en forma sólida de los disolventes que, además

10. de ellos, están presentes en dichas soluciones o suspensiones.

Uno de los métodos empleados corrientemente para resolver esye probloma es la destilación en corriente de vapor (stripping). Este método, de la manera que se le aplica de ordinario, presenta sin embargo notables inconvenientes, sobre

15. todo de caracter económico, pues la eliminación del disolvente del elastómeto puede implicar consumos muy elevados de vapor, en particular cuando se trata de eliminar disolvente de punto de ebullición alto a las temperaturas de ebullición de las mezclas de agua y disolvente, cercanas a 100°C.

20. La operación resulta tanto más cara cuanto más bajo se quiere mantener el porcentaje de disolvente residual en el polímero,

Esto se debe al hecho de que, dado que es muy baja la tensión de vapor de una mezcla de disolvente/polímero que

25. tenga contenido bastante escaso de disolvente, los vapores en

336597



equilibrio con una mezcla de agua/polímero/disolvente constan predominantemente de agua.

- El consumo teórico de vapor por kg de disolvente destilado lo da la relación de kg de vapor a kg de disolvente
5. en los vapores en equilibrio con la mezcla de agua/polímero/disolvente, cuyos valores tienden al infinito cuando el porcentaje de disolvente en el polímero tiende a cero.

- Esto significa que, para eliminar por completo el disolvente del polímero, se necesitaría un consumo infinito de vapor.
- 10.

- En la práctica, se fija un porcentaje residual óptimo del disolvente, por debajo del cual ya no resulta apropiado recuperar dicho disolvente porque el gesto de vapor excede del valor del material recuperado, sin obtenerse, por otra parte, mejora importante en las características del polímero final.
- 15.

- Sin embargo, los consumos de vapor calculados teóricamente son válidos tan solo en condiciones de equilibrio, es decir, para coeficientes de destilación correspondientes casi a cero, y esto no puede obtenerse en la práctica ordinaria.
20. La destilación en corriente de vapor efectuada con coeficientes razonables puede implicar un notable desequilibrio, causante de un aumento de los consumos de vapor respecto a los valores teóricos, que ya suelen ser elevados.

- En la práctica se comprueba que cuanto más rápidamente se efectua la destilación, tanto mayores resultan los consu-
- 25.



336597

mos de vapor con referencia a la misma cantidad de disolvente totalmente destilado y al mismo porcentaje de disolvente residual en el polímero.

- La peticionaria ha descubierto ahora que los consumos
5. de vapor para eliminar el disolvente de las soluciones o suspensiones de polímeros o copolímeros elastoméricos por medio de destilación en corriente de vapor pueden reducirse de modo considerable si se procura que las dimensiones de las partículas de elastómero se desmenucen mecánicamente por medio de un dispositivo molturador apropiado y al mismo tiempo se reciclan
10. en proporción adecuada respecto al vapor fresco cargado, vapor que procede del destilador en condiciones de desequilibrio.

Objeto de este invento es por lo tanto un procedimiento para la separación de polímeros elastoméricos de un disolvente o de monómeros en exceso que los acompañen, procedimiento

15. que comprende:

- 1) la formación de una suspensión acuosa de polímero elastomérico, poniendo en contacto su solución o suspensión, constituida por una mezcla de monómeros no convertidos, de polímero, de residuos catalíticos y de un disolvente
20. inerte, si lo hay, con una corriente de agua caliente, para evaporar la mayor parte de los monómeros volátiles no reaccionados y, posiblemente, una pequeña parte del disolvente;
25. 2) la destilación subsiguiente en corriente de vapor de la

336597



suspensión acuosa así obtenida, hasta eliminación prácticamente completa del disolvente y/o de los monómeros en exceso,

- operaciones que se caracterizan en que la suspensión acuosa
5. de polímero, antes de la destilación y/o durante ella, se hace pasar continuamente por un dispositivo que moltura el polímero, reduciendo así las dimensiones de las partículas a valores medios inferiores a 3 mm, y en que, además, durante la destilación el vapor destilado que sale del destilador se recicla
  10. continuamente a dicho destilador en proporción comprendida entre 1 y 5 veces el vapor fresco cargado.

- La molturación carece de utilidad práctica si el porcentaje de disolvente en el polímero es bastante alto (superior a 20-25%) y de hecho en estas condiciones los consumos de
15. vapor por unidad ponderal de disolvente por parte del polímero son siempre bastante limitados y casi iguales a los teóricos.

- Para contenidos bajos de disolvente (prácticamente inferiores al 20%), por el contrario, los consumos de vapor aumentan hiperbólicamente con la disminución del porcentaje de
20. disolvente en el polímero. En tales casos se comprueba que la molturación del polímero permite lograr notables ahorros de vapor.

- Por efecto de la reducción de las dimensiones medias de las partículas cauchosas de 3-10 mm a 1-1,5 mm, los consumos
25. de vapor se reducen a valores de 1/3-1/5 o aún menos, respecto

336597



a los primitivos. Resultados todavía mejores se obtienen cuando se actúa con partículas poliméricas de dimensiones medias inferiores a 1 mm, acercando así los consumos de vapor a los que pueden preverse teóricamente.

5. Otra ventaja muy notable de la molturación en las condiciones de este invento consiste en la posibilidad de reducir considerablemente los tiempos de destilación, aunque los consumos de vapor se mantienen admisibles. La reducción así obtenible del tiempo de destilación puede ascender a 1/10 o menos del tiempo que se necesitaria sin molturación y que generalmente es del orden de 20 a 60 horas o más. La molturación continua del polímero durante la misma fase de destilación permite obtener también otras ventajas que no están directamente correlacionadas con los consumos de vapor; en efecto, se ha comprobado que el contenido de cenizas del producto elastomérico sometido al tratamiento conforme a este invento desciende hasta valores muy bajos (del orden de 70 a 80 %), que pueden reducirse todavía más si se mantiene la suspensión acuosa a un pH alcalino.

15. Una segunda peculiaridad que, junto con la molturación, caracteriza este invento consiste en la reciclización de los vapores que se destilan de la suspensión acuosa sometida a destilación en corriente de vapor.

20. Se ha dicho ya que los vapores destilados de la suspensión acuosa no están en equilibrio con ella, sino que tienen un contenido de disolvente inferior al contenido de equilibrio. Si el porcentaje de disolvente en el polímero desciende a menos de 3-5%, a no ser que la operación se efectue con un coeficiente de destilación extremadamente reducido o con polímero molido muy finamente, la proporción de kg de vapor por kg de disolvente en los vapores tiende al infinito.

336597



Es por lo tanto comprensible que los vapores puedan aún utilizarse en lugar de condensarlos para separar de ellos la fase orgánica; en efecto, el vapor reciclizado puede considerarse como prácticamente equivalente al vapor fresco.

5. Resulta muy sorprendente e inesperado que sea posible efectuar una reciclización del vapor procedente del destilador de fraccionamiento, ya que no se dice nada acerca de ello en la literatura. La ausencia de equilibrio entre las fases líquida y de vapor que justifica el uso de la operación reciclizadora alcanza valores críticos en los sistemas en los que uno de los miembros es un polímero.
10. Para los fines de este invento, los vapores se aspiran de la cima del aparato destilador por medio de un dispositivo apropiado y a continuación se insuflan por el fondo de dicho aparato, junto con el vapor fresco. Se ha comprobado en este aspecto que el vapor reciclizado
15. puede substituir de hecho una parte alícuota igual de vapor fresco.

El efecto de la reciclización de vapor depende de manera muy regular de la proporción de vapor reciclizado a vapor alimentado directamente; cuando aumenta el valor de dicha proporción, el rendimiento de la destilación se incrementa considerablemente.

20. En esencia, aún con la reciclización de vapor en proporción de 1:1 a 5:1 respecto al vapor fresco, se obtienen mejoras apreciables en el consumo de vapor y en los tiempos de destilación. La reciclización dentro de los límites proporcionales antes citados se determina para cada caso según el tamaño de las partículas de polímero; en
25. general, resulta más económico utilizar proporciones de reciclización que tiendan hacia el límite superior cuando se usa un tamaño de partículas de 3 mm aproximadamente o mayor de 3 mm y proporciones que tiendan hacia el límite inferior cuando se usa un tamaño de partícula de 1 mm aproximadamente. Además, se obtienen resultados

336597



todavía mejores si se recalienta ligeramente el vapor reciclizado en lugar de reintroducirlo en el destilador en estado de vapor saturado; en efecto, se ha comprobado que cuando se utiliza vapor reciclizado recalentado en lugar de vapor saturado, el rendimiento de

5. la destilación mejora notablemente, a igualdad de las demás condiciones.

Siendo iguales las calorías introducidas con los dos tipos de vapor, se comprueba que los vapores efluentes tienen una proporción de kg de H<sub>2</sub>O a kg de disolvente mucho más próxima al valor teórico si se utiliza vapor recalentado en lugar de vapor saturado,

10. lo que en otros términos significa un ulterior ahorro en los consumos de vapor.

Por último, siempre con el fin de limitar los consumos de vapor, se conveniente efectuar la destilación con concentraciones de polímero lo más elevadas que sea posible en las suspensiones

15. acuosas, siempre en compatibilidad con el buen funcionamiento del destilador, para evitar el empaque del polímero presente.

En la práctica, la concentración puede variar dentro de un intervalo de 40 a 200 g de polímero por litro de suspensión acuosa.

El invento se ilustra a continuación con algunos ejemplos que se refieren específicamente a la eliminación del término escasamente volátil de un terpolímero elastómero no

- 20.

conjugado de etileno/propileno/ciclodiolefina. Estos ejemplos no pretenden limitar el alcance del invento, pues es evidente que, como bien se sabe en el ramo, los mismos problemas se

25. encuentran en la separación y el acabado de varios elastómeros de síntesis, tales como los copolímeros, saturados de etileno/propileno, el polibutadieno, el poliisopreno, los copolímeros de estireno/butadieno, etc., obtenidos en solución de hidrocar-

336597



buros o en solución de hidrocarburos halogenado. Además, aunque los ejemplos se refieren específicamente a la eliminación del exceso de 5-metiltetrahidroindeno (MTHI) de un terpolímero, el procedimiento de este invento puede aplicarse análogamente

5. al caso de la separación de otros termonómeros, tales como el dicitlopentadieno, el 1,4-hexadieno, el 1,5-ciclo-octadieno, el metilen-norborneno, el norbornadieno, el metil-heptadieno, etc.

En los ejemplos que siguen se utiliza una suspensión acuosa de terpolímero de etileno/propileno/MTHI, obtenida poli-

10. merizando una mezcla de tres monómeros a la temperatura de  $-10^{\circ}\text{C}$  y en ausencia de todo disolvente, con un catalizador a base de  $\text{VCl}_4$  y  $\text{AlEt}_2\text{Cl}$ , y descargando luego la suspensión polimérica resultante en una corriente de agua caliente a  $80-90^{\circ}\text{C}$  y enviando la mezcla a un depósito desgasificador. Este es un depósito que

15. contiene agua, en el que el polímero procedente del reactor se recoge con agitación continua a  $80-90^{\circ}\text{C}$ . En este recipiente se separan de la lechada o solución polimérica y se arrastran los monómeros volátiles que no han reaccionado y parte de un disolvente volátil (si lo hay).

20. Allí se eliminan los monómeros volátiles en su mayor parte, mientras el termonómero se vaporiza solo en parte, de modo que el polímero retiene alrededor del 50% del termómetro inicial. Luego se separa mecánicamente el terpolímero de la mayor parte del agua y por último se le envía a la fase de

25. destilación en corriente de vapor (destilador), en las condiciones que se describen en los ejemplos que siguen. El terpolímero utilizado en dichos ejemplos presenta un contenido inicial de



20% en peso, aproximadamente, de MTHI libre, así como un contenido (calculado en seco) de propileno que asciende al 43% en peso, y al 3,9% en peso de MTHI combinado, con una viscosidad Mooney (ML(1+4) a 100°) igual a 96.

5. Para obtener productos vulcanizados de buenas características a partir de composiciones de dicho terpolímero, éste debe ser reducido a un contenido final del termonómero residual de MTHI inferior al 1% en peso, y de preferencia inferior a 0,5% en peso, respecto al terpolímero.

10.

EJEMPLO 1

Una primera serie de las pruebas que aquí se describen pretende demostrar el efecto aislado, sobre los consumos de vapor, de la reducción de las dimensiones de las partículas del terpolímero.

15. El aparato empleado consistió en una autoclave de paredes de vidrio (para permitir la inspección del contenido), constituida por un cilindro de vidrio Pyrex (marca registrada) de 10 mm de espesor, 295 mm de diámetro interno y 700 mm de altura, herméticamente cerrado, con guarniciones de caucho apropiadas,
20. por dos cabezas de cilindro circulares, de acero, fijadas por pernos de sujeción apropiados. En la cabeza superior existían tres aberturas: una, rebordada, de 50 mm de diámetro, servía para la introducción del polímero, del agua y de posibles aditi-

336597



vos; una segunda (de 30 mm de diámetro) estaba conectada a un refrigerador para la extracción de los vapores efluentes; y una tercera, igual a la precedente, servía para la posible extracción de los vapores de reciclización. De manera análoga existían tres aberturas en la cabeza de cilindro inferior: una para la descarga del contenido, y las otras dos para la introducción de vapor fresco y, respectivamente, del vapor de reciclización.

Estos últimos podían insuflarse directamente o por medio de un distribuidor de anillo perforado, situado en el fondo.

10. La autoclave estaba también provista de un agitador de varias paletas, fijado a la cabeza superior del cilindro y que giraba a 560 revoluciones por minuto, y de varios elementos medidores de la temperatura.

15. Para las pruebas que aquí se describen, la suspensión polimérica se molturó previamente por medio de un dispositivo molturador mecánico, con el fin de reducir las dimensiones medias de partículas. El dispositivo molturador es un molino de cuchillas formado por un cuerpo giratorio que consta de una serie de dos, a lo menos, ruedas de corona concéntricas, cuyos dientes son las cuchillas cortadoras, y de una serie de tres, a lo menos, cilindros fijos concéntricos, provistos de varias aberturas estrechas por las cuales se obliga a pasar a los gránulos de polímero. Las ruedas de corona están colocadas en alternancia con los cilindros y giran entre ellos.

25. En la autoclave se cargaron 10 litros de agua y 1 kg de polímero (calculado en seco). Se insufló vapor por el fondo, mientras se agitaba con circulación constante y manteniendo en la autoclave una presión de 1 a 1,1 atmósferas y una temperatura



336597

de 100 a 102°C.

La tabla que sigue muestra el resultado de cuatro pruebas para diversos valores de dimensiones medias de las partículas.

5.

T A B L A 1

	I	II	III	IV
Diámetro medio, en mm	4 a 8	3 a 5	2 a 3	1,5 a 2
Coefficiente de paso del vapor, en kg/hora	20	10	10	5
10. MTHI libre en el polímero inicial, % en peso	20,1	20,1	20,1	20,1
al cabo de 1 hora % en peso	10,9	11,5	3,9	7,5
al cabo de 2 horas % " "	3,9	4,2	0,7	1,3
al cabo de 3 horas % " "	2,3	1,7	0,4	0,8
al cabo de 4 horas % " "	1,16	1,1	-	0,5
15.				

A base de los valores del coeficiente de paso de vapor y del contenido de MTHI residual en el polímero se calcularon los consumos de vapor en kg por kg de polímero (seco) como función del contenido de MTHI libre residual.

20.

Dichos valores se ilustran con las curvas I-IV (correspondientes a los casos anteriores) de la Figura 1, en las cuales la ordenada muestra el consumo de vapor (en kg de vapor



336597

por kg de polímero seco) y la abscisa muestra el contenido de 5-metil-tetrahidroindeno libre residual.

EJEMPLO 2

En el mismo aparato que se ha descrito en el Ejemplo 1

5. se introdujeron 10 litros de agua y 1 kg (calculado a base del contenido seco) de terpolímero que tenía un contenido inicial de 18,6% en peso de 5-metil-tetrahidroindeno (MTHI) y se había reducido previamente, por molturación, del diámetro medio original de las partículas de 4-8 mm al diámetro medio de 1,5-2 mm.
10. En este caso, estaba asociada la reciclización del vapor efluente por la parte superior de la autoclave, que se aspiraba por medio de un electrocompresor giratorio cuyo caudal de paso, al coeficiente normal de 1450 r.p.m., correspondía a 25 m<sup>3</sup>/h de aire, con una presión de suministro igual a 500 mm de columna de agua. La presión y la temperatura tenían los valores fijados previamente (alrededor de 1 atmósfera a 100-102°C).
- 15.

El caudal de paso del vapor de reciclización se fijó en 6,4 kg/hora (salvo para la primera prueba de comparación, sin reciclización); pero la cantidad de vapor fresco cargado

20. de varió, y en consecuencia la relación fue:

336597



$$q = \frac{\text{Kg/h de vapor de reciclización}}{\text{kg/h de vapor fresco.}}$$

Los resultados de algunas pruebas fueron los siguientes:

tes:

5.

T A B L A 2

	I	II	III	IV
Caudal de vapor reciclizado, en kg/hora	0	6,4	6,4	6,4
10. Caudal de vapor fresco, en kg/hora	5	5	2,6	0,6
Relación de reciclización, q.	0	1,28	2,5	10
MTHI libre en el polímero:				
inicialmente (% en peso)	18,6	18,6	18,6	18,6
al cabo de 1 hora	8,3	4,6	6,1	10,3
15. " " " 2 horas	2,6	0,8	1,5	6,1
" " " 3 "	1,3	0,6	0,7	3,6
" " " 4 "	0,7	0,3	0,4	2,2
" " " 5 "	-	-	-	1,4
" " " 7 "	-	-	-	0,8
20. " " " 10 "	-	-	-	0,25
Consumo total de vapor fresco, en kg por kg de polímero	20	20	10,4	6

336597



Los resultados de la Tabla 2 informan el diagrama de la Figura 2, en el que la ordenada muestra los consumos de vapor expresados en kg de vapor por kg de polímero, y la abscisa muestra los porcentajes de MTHI residual.

5. EJEMPLO 3

En una autoclave de acero prevista de camisa externa para calefacción con vapor y constituida por un cilindro de 810 mm de diámetro y 1100 mm de altura, cerrado herméticamente por dos cabezas circulares de acero, se cargaron por una abertura rebordeada de 300 mm de diámetro, dispuesta en la cabeza superior, 200 litros de H<sub>2</sub>O y 20 kg. de terpolímero (calculado en seco) con un contenido de 16,8% de MTHI libre, con lo que se tuvo en la suspensión acuosa una concentración de polímero igual a 100 g por litro de agua. El terpolímero <sup>utilizado</sup> tenía, antes de la molturación, el siguiente contenido de cenizas: V = 427 p.p.m.; Cl = 2530 p.p.m.; Al = 1900 p.p.m.

La suspensión se mantuvo en agitación por medio de un agitador de turbina colocado en el fondo de la autoclave y que tenía una velocidad de rotación de 950 r.p.m.

Del fondo de la autoclave, por un tubo de 8 mm de diámetro, la suspensión se enviaba continuamente, mediante una bomba centrífuga de 5 a 15 m<sup>3</sup>/h de suministro, a un dispositivo molturador de cuchillas, y de éste se reciclizaba a la autoclave.

La destilación se efectuó insulfando vapor por un tubo toroide perforado (diámetro del toro = 620 mm) colocado en el fondo de la autoclave, a presión constante y manteniendo



336597

en el destilador una temperatura de 102 a 104°C y una presión de 1,1 a 1,2 atmósferas.

Por una segunda abertura de 300 mm de diámetro practicada en la cabeza del destilador, el vapor pasaba a una pequeña

5. columna llena de anillos Raschig y tabiques de malla de alambre, destinados a retener posibles partículas de terpolímero arrastradas por el vapor. De la pequeña columna, por un tubo de 10 mm de diámetro, el vapor podía enviarse totalmente o en parte a un condensador refrigerado por agua, y de ahí a un tambor de

10. condensación o a un compresor de reciclización, desde donde, por un tubo con camisa para el recalentamiento del vapor, se reintroducía éste en la autoclave por un segundo tubo toroide (diámetro del toro = 620 mm), también dispuesto en el fondo del destilador.

15. La Tabla que sigue resume los resultados de siete pruebas diferentes efectuadas para otros tantos valores de dimensiones medias de las partículas del terpolímero (obtenidos ajustando el molino apropiado). El contenido de cenizas del terpolímero al cabo de 5 horas de molturación se determinó por medio de las

20. pruebas I, III y VII. Los resultados fueron los siguientes:

Prueba I: V=350 p.p.m.; Cl=1820 p.p.m.; Al=200 p.p.m.

Prueba III: V=190 p.p.m.; Cl=660 p.p.m.; Al=420 p.p.m.

Prueba VII: V=120 p.p.m.; Cl=350 p.p.m. ; Al=220 p.p.m.

En toda la serie de pruebas, se mantuvo el pH entre

25. 11 y 12.

336597



TABLA 3

	I	II	III	IV	V	VI	VII
Diámetro medio de las partículas (en mm)	4-8	3-4	2-2,5	1,5-2	1-1,5	0,9-1,2	0,6-0,9
Caudal de vapor cargado (en kg/hora)	360	230	130	60	35-40	20-25	16-18
5. MTHI libre inicial(%)	16,8	16,8	16,8	16,8	16,8	16,8	16,8
MTHI libre, al cabo de 5 horas (%)	> 0,5	< 0,5	< 0,5	< 0,5	< 0,5	< 0,5	< 0,5
Consumo de vapor (en kg por kg de polímero)	90	55-60	30-34	15	8-10	5-6	4-4,5

10. EJEMPLO 4

Se cargaron 20 kg de terpolímero (calculado en seco) que contenía 20,8% de MTHI residual en el aparato que se ha descrito en el Ejemplo anterior y se procedió a la destilación manteniendo en la autoclave una temperatura de 102 a 104°C,

15. una presión de 1,1 a 1,2 atmósferas y una concentración de terpolímero igual a 100 g por litro de agua y reciclando el vapor con un caudal constante de 20 kg por hora. La corriente gaseosa cargada de vapor de agua se envió en parte a un condensador refrigerado por agua, y de ahí a un depósito de condensación en
20. parte a un compresor de reciclización, desde el cual, por un tubo provisto de una camisa calefactora para recalentar el vapor, se la reintrodujo en la autoclave por medio de un segundo tubo toroide (diámetro del toro = 620 mm), también dispuesto en el fondo del destilador de fraccionamiento. El terpolímero

336597



empleado tenía, antes de la molturación, el contenido de cenizas siguiente:

V = 480 p.p.m.; Cl = 2800 p.p.m.; Al = 2400 p.p.m.

- En la Tabla siguiente se traducen los valores asumidos por los parámetros: relación de vapor fresco a vapor reciclizado; diámetros de las partículas del terpolímero; duración de la destilación; y el consumo respectivo de vapor que se necesita para reducir en cada caso el contenido de MTHI residual del terpolímero a valores inferiores a 0,5% en peso. En todas las pruebas de dicha Tabla la granulometría se mantuvo constante al valor descado cada vez, por medio de la molturación continua del terpolímero durante la destilación.
- 5.
  - 10.

El contenido de cenizas del terpolímero utilizado en las pruebas 1 y 13 se determinó al cabo de 5 horas de molturación; los resultados fueron los siguientes:

15. Prueba 1: V=175 p.p.m.; Cl=510 p.p.m.; Al=380 p.p.m.  
Prueba 13: V=125 p.p.m.; Cl=390 p.p.m.; Al=240 p.p.m.

En toda la serie de pruebas, se mantuvo el pH entre 11 y 12.

336597



TABLA 4

Prueba Nº	Vapor fresco en kg/h	Vapor reciclado, en kg/h	Duración de la destilación, en horas	Diámetro de las partículas, en mm	Vapor reciclizado Vapor cargado	Consumos en kg de vapor por kg de producto
5.						
1	65	-	5	1,5 - 2	0	16
2	50	20	5	"	0,4	12,5
3	30-35	20	5	"	0,6 - 0,7	8
10.						
4	30	-	8	"	0	12
5	18	20	8	"	1,1	7
6	14	20	8	"	1,4	5,5
15.						
7	35-40	-	5	1 - 1,5	0	8,10
8	18	20	5		1,1	4,5
20.						
9	25	0	5	0,9-1,2	0	6
10	15	20	5	"	1,3	3,8
11	12	-	8	"	0	4,5 - 5
12	8	20	8	"	2,5	3 - 3,5
25.						
13	16-18	-	5	0,6-0,9	0	4 - 4,5
14	13	20	5	"	1,5	3,2 - 3,3
15	26-28	-	3,5	"	0	4,5 - 5
16	18-19	20	3,5	"	1-1,1	3,2 - 3,3



336597

EJEMPLO 5

Se describe ahora una serie de pruebas para ilustrar el efecto del recalentamiento del vapor sobre el consumo de éste.

5. Con este fin, en el aparato del Ejemplo 3 se introdujeron 20 kg de terpolímero (calculado en seco) que tenía un contenido de MTHI libre de 11% y estaba reducido a partículas de un diámetro comprendido por término medio entre 1,5 y 2 mm. Luego se procedió a la destilación insuflando vapor saturado o
10. recalentado a diferentes temperaturas, por una duración de 6 horas.

- En el diagrama de la Figura 3, en el que la ordenada muestra los kilogramos de vapor condensado por kg de polímero y la abscisa muestra los porcentajes de MTHI residual, las
15. curvas A, B y C ilustran las características de tres pruebas distintas de destilación, efectuadas utilizando, respectivamente,
- a) vapor saturado a 102-104°C y 1,10-1,20 atmósferas (vapor condensado = 42 kg/h);
- b) vapor recalentado a 128°C y 1,20 atmósferas (vapor condensado = 44 kg/h); y
20. c) vapor recalentado a 162°C y 1,20 atmósferas (vapor condensado = 45 kg/h).

Para obtener resultados más significativos, se creyó



336597

apropiado referir los consumos de vapor en términos de kg de vapor condensado por kg de polímero, en lugar de hacerlo por kg de vapor alimentado por kg de polímero, dado que la cantidad de energía térmica introducida con el vapor es variable según la

5. clase del vapor, mientras que por el contrario el condensado es recogido por el vapor que sale del destilador en condiciones constantes ( $t = 102-104^{\circ}\text{C}$ ,  $p = 1,1 - 1,2$  atmósferas); por consiguiente, a cada kg de vapor condensado por hora corresponde una cantidad igual de energía térmica que se ha alimentado.

10. EJEMPLO 6

La serie de pruebas que se describe a continuación pretende demostrar la influencia de la reciclización de una parte alícuota de vapor destilado del destilador sobre los consumos de vapor y, en particular, demostrar que cierta cantidad de

15. vapor fresco puede ser substituida, en ciertas condiciones, por una cantidad igual de vapor reciclizado.

En el aparato de acero descrito en el Ejemplo 3 se introdujeron, con tal fin, 20 kg de terpolímero de idéntico contenido de MTHI y del mismo diámetro de partículas que en el

20. Ejemplo anterior y se procedió a la destilación por un tiempo de 6 horas, efectuando la reciclización del vapor a diferentes temperaturas con un caudal de paso constante de 20 kg/h.



336597

En el diagrama de la Figura 3, donde los kilogramos de vapor condensado por kg de polímero figuran en la ordenada y los porcentajes de MTHI residual figuran en la abscisa, las curvas D y E resumen el curso de las pruebas de destilaciones

5. efectuadas, respectivamente, como sigue:

d) alimentando vapor recalentado a 162°C y 1,20 atmósferas (vapor condensado = 22 kg/h) y reciclando vapor saturado a 102-104°C y 1,1-1,2 atmósferas; y

10. e) alimentando vapor recalentado a 162°C y 1,20 atmósferas (vapor condensado = 21 kg/h) y reciclando vapor recalentado a 150°C.

15. Como puede observar por la curva D del diagrama de la Figura, cuando se alimenta vapor recalentado y se recicla vapor saturado, se obtienen consumos de vapor que ascienden a la mitad de los que se obtienen cuando se establece una alimentación con vapor saturado (curva A).

Se obtienen resultados todavía mejores (curva E) cuando se suministra y se recicla vapor recalentado.



336597

N O T A

Descrito el objeto del presente invento se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones con prioridad de la solicitud de patente italiana nº prov. 14.294 del 9 de Febrero 1966.

5. 1. Procedimiento mejorado para el acabado con vapor de los polímeros elastoméricos, esencialmente para la separación de polímeros elastoméricos de un disolvente o de monómeros en exceso que los acompañen, que comprende:
  10. 1) la formación de una suspensión acuosa de polímero elastomérico, por la puesta en contacto de su solución o suspensión, constituida por una mezcla de monómeros no convertidos, de polímeros de residuos catalíticos y, posiblemente, de disolvente inerte, con una corriente de agua caliente, para evaporar la mayor parte de los monómeros volátiles no reaccionados y, posiblemente, una parte
  15. menor del disolvente; y 2) la destilación consecutiva, en cobriente de vapor, de la suspensión acuosa así obtenida, hasta la eliminación prácticamente completa del disolvente y/o de los monómeros en exceso, caracterizado en que la suspensión acuosa de polímero, antes de la destilación y/o durante ella, se hace
  20. pasar continuamente por un dispositivo para molturar el polímero, reduciendo así las dimensiones de las partículas hasta valores medios inferiores a 3 mm, y en que, además, durante dicha destilación el vapor destilado por dicho aparato destila-



336597

dor se recicla continuamente al propio aparato de una proporción comprendida entre 1 y 5 veces el vapor fresco cargado.

2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado en que el vapor de reciclización se recalienta antes de reintroducirlo en el destilador.

3. Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado en que la suspensión acuosa que se destila en corriente de vapor tiene una concentración de polímero de 40 a 200 g de polímero por litro de suspensión acuosa.

4. Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado por emplearse una suspensión acuosa de terpolímero de etileno/propileno/5-metil-tetrahidroindeno.

5. Procedimiento mejorado para el acabado con vapor de los polímeros elastoméricos.

15. Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 24 hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara, acompañadas de tres láminas de gráficos.

Madrid, a 8 FEB. 1967

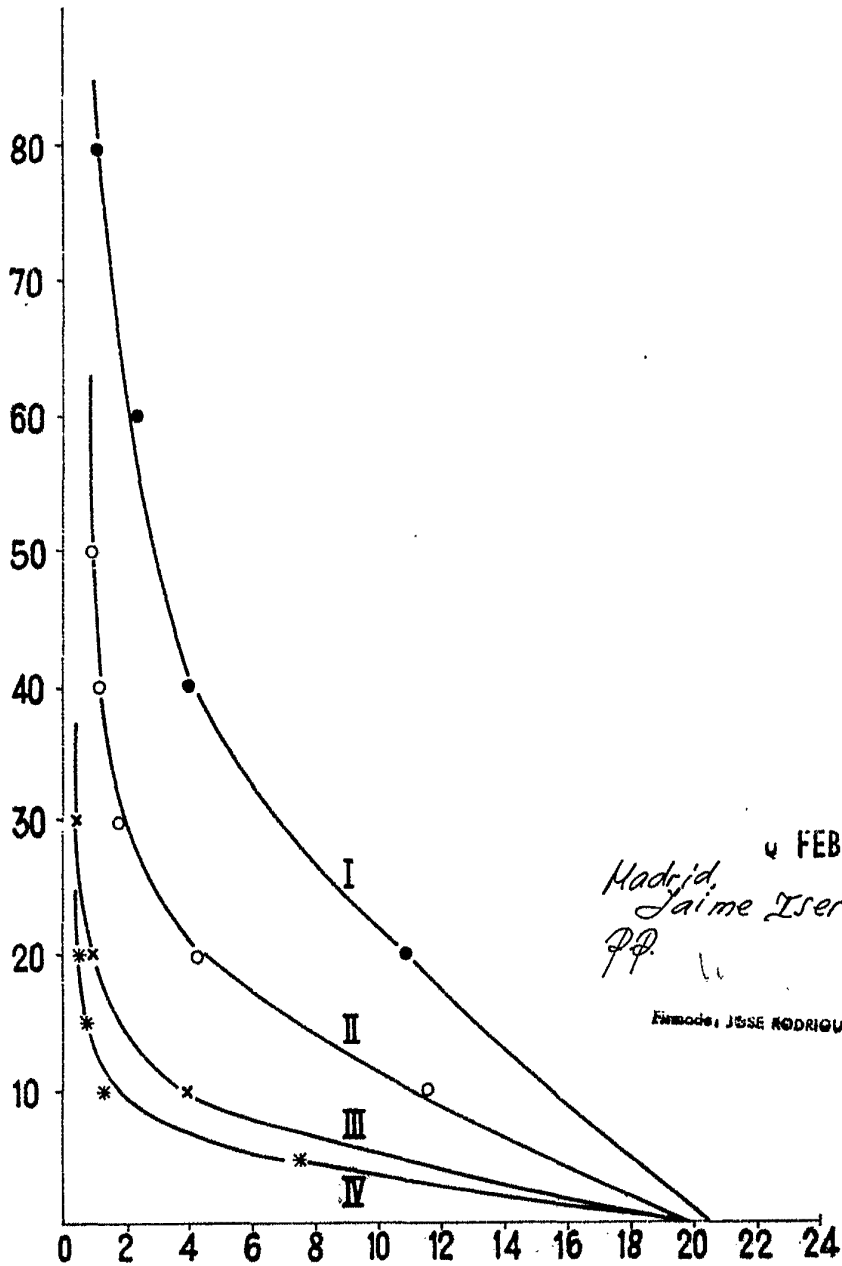
P. A. JAIME ISERN

Firmado: JOSE RODRIGUEZ

33 6597



(5.104)



FEB. 1967

Madrid,  
Jaime Isern

PP. 11

Firmado: JOSSE RODRIGUEZ

FIG. 1

336597



(5.104)

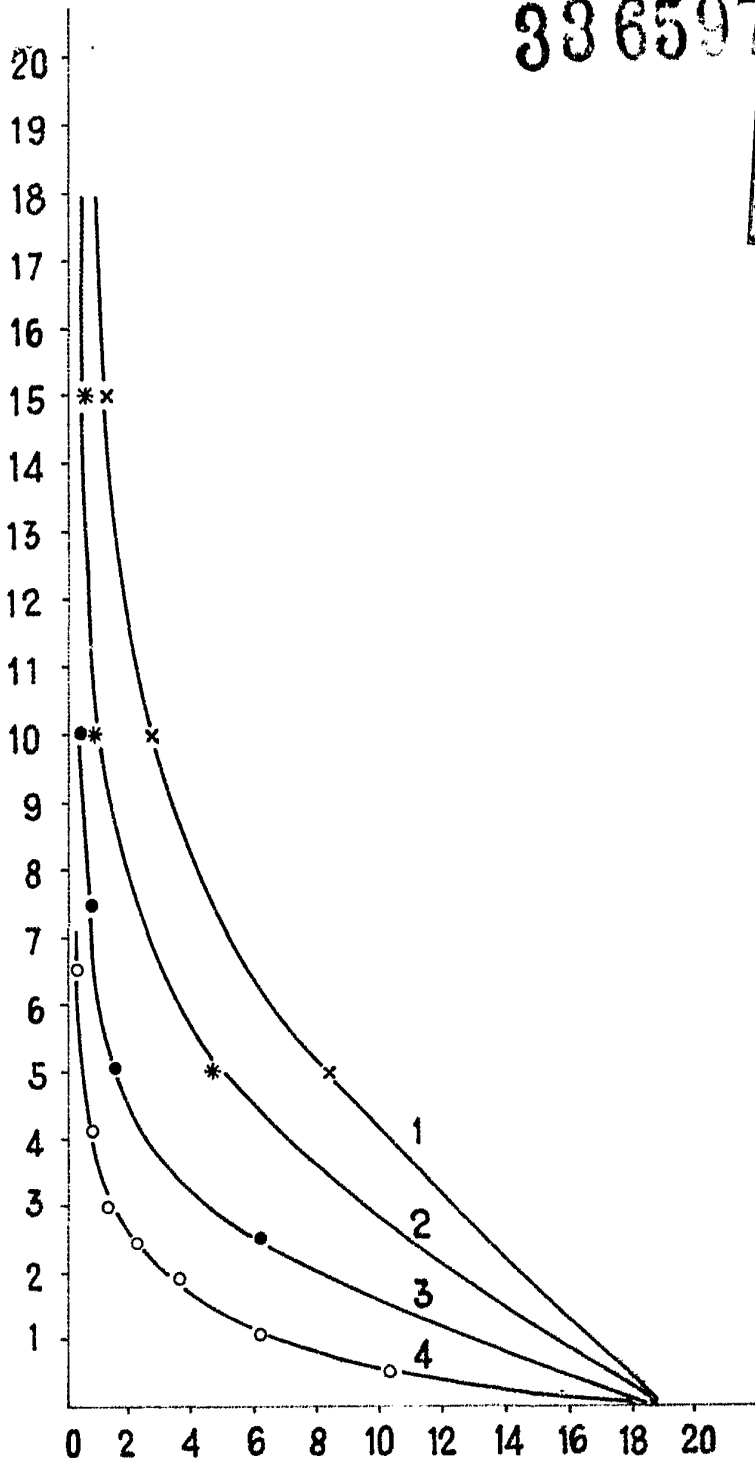


FIG. 2

Hadjid. FEB. 1967  
Jaime Isern  
P.P.

338597



(5.104)

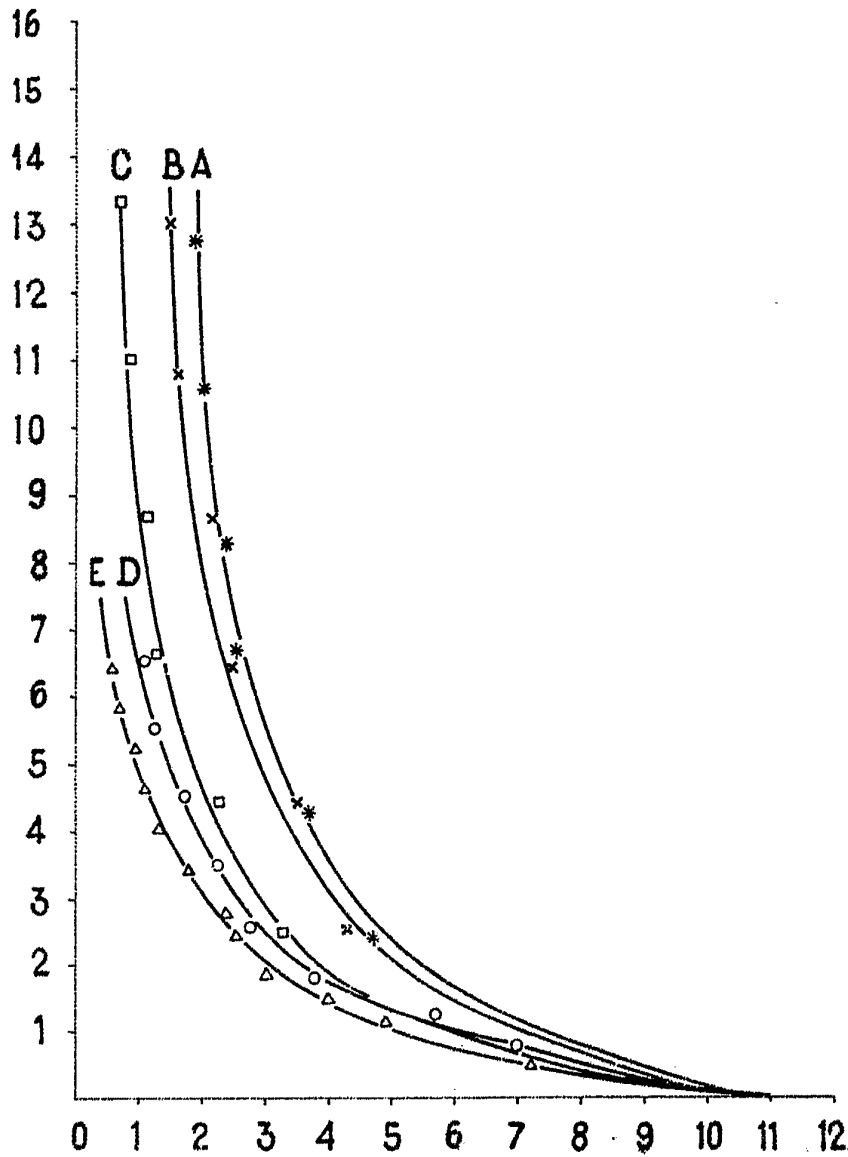


FIG. 3

Madrid - 8 VII 1928  
Jaime Lsera  
P.P.

Firmado: JOSÉ RODRÍGUEZ