



PATENTE DE INVENCION

O.Z. 24 156.

Int Cl. C108F 6/10

Memoria Descriptiva

sobre:

"Procedimiento para la liberación de las partes volátiles de soluciones viscosas".

Solicitante: BADISCHE ANILIN- & SODA-FABRIK AKTIENGESELLSCHAFT, entidad alemana, residente en Ludwigshafen/Rhein, República Federal Alemana.

Ya se conoce el liberar de sus partes volátiles las soluciones viscosas o las fusiones de materiales polímeros, obtenidas según los procedimientos usuales de polimerización en masa o en solución, sometiénolas a un tratamiento térmico ulte-



rior en extrusionadoras evacuables o en recipientes de desgasificación, asimismo evacuables. Para estos procedimientos conocidos se precisa sin embargo de un gran aparato técnico que pone frecuentemente en duda su economía.

5.

También se ha intentado expulsar total o parcialmente las partes volátiles de las soluciones viscosas o de las fusiones de materiales polímeros con ayuda de cambiadores de calor de haces de tubos.

10.

Aquí se puede aprovechar - como en el caso de un evaporador de circuito - las burbujas de vapor que se forman para hacer circular el líquido, o también producir, por ejemplo con bombas, un flujo forzado del líquido a través de los haces de tubos.

15.

Estos procedimientos conocidos para la eliminación de las partes volátiles de las soluciones viscosas o fusiones de materiales polímeros con ayuda de cambiadores de calor de haces de tubos fallan total o parcialmente cuando, al fluir las fusiones

20.

o las soluciones a través de los haces de tubos, se presenta un aumento considerable de la viscosidad. El estado de flujo dentro de los haces de tubos se vuelve inestable debido a la evaporación que se produce en los tubos y el aumento de la viscosidad que

25.

esto implica, así como por la pérdida de presión. Pequeñas diferencias en la carga de los distintos tubos conduce a pérdidas de presión distintas, presentándose en los tubos más débilmente cargados una concentración superior a lo normal, que puede conducir a atas-

30.

cos, mientras que en los tubos más fuertemente car-



22 MAR

- gados se produce un aumento de viscosidad y pérdida de presión que se encuentran por debajo del promedio. En los tubos menos cargados se puede perjudicar o descomponer el producto que allí se encuentra debido a tiempos de residencia demasiado prolongados.
- 5.
- Una dificultad especial se presenta al evaporar disolventes y componentes monómeros residuales de las soluciones o fusiones de polímero. Aquí se puede presentar en los haces de tubos, debido a un tiempo de residencia más largo e incontrolado, además una polimerización indeseada que conduce a productos desiguales.
- 10.
- Se ha descubierto ahora que se evitan los inconvenientes mencionados y que las partes volátiles se pueden retirar de las soluciones o fusiones de materiales polímeros, también con un aumento de la viscosidad considerable durante la volatilización, mediante haces de tubos calentados, si delante o en la entrada de las soluciones o fusiones en los tubos de intercambio de calor, en el lado de entrada de los tubos, se produce un escalón de presión. De esta manera se logra ante todo una carga igualada de los distintos tubos. La proporción de la pérdida de presión en el escalón de presión con relación a la pérdida de presión en los tubos asciende por lo menos a 0,5:1, preferentemente a más de 2,5:1. En la práctica esta proporción puede ascender, sin más, hasta 100:1. Hacia arriba solo está limitada por el rendimiento de la bomba empleada o por puntos de vis-
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



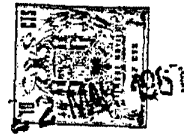
ta económicos.

- Especialmente adecuado es el procedimiento para evaporar los disolventes y componentes monómeros residuales de las soluciones viscosas o de las fusiones de materiales polímeros, por ejemplo de poliestireno, copolímeros del estireno o de los llamados poliestirenos resistentes a los golpes, poliolefinas, polibutadienos, o poliamidas y similares. Tales soluciones o fusiones se obtienen preferentemente según el procedimiento usual de polimerización en masa o en solución. Frecuentemente contienen aún algo del disolvente, que estaba presente durante la polimerización, tal como etilenobenceno, y también además monómeros, por ejemplo monoestireno o monoacrilonitrilo.
- 5.
- 10.
- 15.

- El procedimiento según la presente invención se puede emplear también cuando se han de concentrar soluciones de azúcar, curtientes, aceites etéreos, albúminas y similares, y con especial ventaja cuando estas soluciones sufran durante el proceso de evaporación un aumento de la viscosidad, que sea en un múltiplo elevado de la viscosidad inicial.
- 20.

- Los cambiadores de calor de haces de tubos pueden ser de construcción usual. El diámetro y la longitud de los tubos dependen de las condiciones en cada caso. Lo esencial es sin embargo que, delante o en la entrada de las soluciones o fusiones a tratar, en el cambiador de calor de haces de tubos se provoque en forma controlada un escalón de presión.
- 25.

- La proporción de la pérdida de presión
- 30.



-5-

- en el escalón de presión con relación a la pérdida de presión en los tubos deberá ascender como mínimo a 0,5:1, preferentemente a 2,5:1 o más. Debe verificarse que la proporción sea mayor cuanto mayor sea el aumento de viscosidad que se presenta durante el proceso de evaporación. Con un aumento de la viscosidad en cinco hasta mil veces con relación a la viscosidad inicial de las soluciones o fusiones a tratar deberá seleccionarse la proporción de la pérdida de presión en el escalón de presión con relación a la pérdida de presión en los tubos en la zona entre 0,5 y 100.

- El escalón de presión se puede producir de varias formas. La figura 1 muestra por ejemplo un tubo que en el lado de entrada está provisto de un tapón taladrado. El taladro está diseñado aquí de manera que el escalón de presión deseado se forme al pasar el producto. Sin embargo también se puede equipar el cambiador de calor con tubos escalonados en diámetro y longitud, tal y como se muestra en la fig. 2. Una forma de ejecución especial está mostrada en la fig. 3, en la cual el producto se conduce a través de una tobera por medio de taladros radiales practicados en las paredes calentadas del tubo. Según la figura 4 se pueden insertar en el lado de entrada de los tubos cambiadores de calor cuerpos de desplazamiento que solo dejan libre un intersticio anular como perfil para el flujo. Finalmente se muestra en la figura 5 una combinación de distintos ejemplos de ejecución. A continuación de la tobera



según la fig. 3 se encuentra un cuerpo de desplazamiento cilíndrico, según la fig. 4, que deja pasar las soluciones o fusiones a tratar a través de un intersticio anular hacia los distintos tubos cambiadores de calor.

5.

Ejemplo 1 -

Com bombas de engranajes se impulsan, a través de un cambiador de calor de haces de tubos, 2000 kg/hora de una solución de poliestireno en partes en peso iguales de poliestireno y una mezcla de monoestireno y etilbenceno en proporción en peso de 70:30 con una viscosidad inicial de 200 Poises y una temperatura de 130°. El cambiador de calor contiene 817 tubos de 16 mm de diámetro de luz y 2200 mm de longitud y está equipado en el lado de entrada con elementos según la figura 1. Los tapones dispuestos en el lado de entrada de los tubos tienen un taladro central de 2 mm diámetro y una longitud de 30 mm. El haz de tubos se calienta desde el lado exterior de los tubos de manera que el material salga del cambiador de calor a una temperatura de 230°C. aproximadamente. La solución o fusión liberada ahora ampliamente de partes volátiles, fluye a continuación a un recipiente colector evacuado. La proporción de la pérdida de presión en el escalón de presión, con relación a la pérdida de presión en los tubos es de 8:1. La viscosidad de la solución a liberar de las partes volátiles aumenta durante la evaporación de 200 a 28.000 Poises. Se obtienen así unos 1000 kg. de una fusión de polímero que contiene

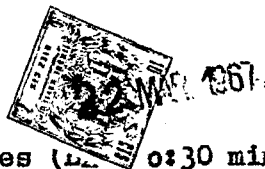
10.

15.

20.

25.

30.



solamente 0,5% de partes volátiles (L... 0:30 minutos a 213°C y 1 mm Hg) que no ha sido perjudicada térmicamente y que no contiene impurezas.

Ejemplo 2 -

5. Con bombas de engranajes se impulsan, a través de un cambiador de calor de haces de tubos, 2000 kg/hora de una solución de poliestireno en partes iguales, en peso de poliestireno y de una mezcla de monoestireno y etilbenceno en proporción en peso de 70:30 con una viscosidad inicial de 200 Poises y una temperatura de 130°C. El cambiador de calor contiene 817 tubos de 16 mm de diámetro de luz y 2100 mm de longitud. En el lado de entrada de estos tubos se han insertado elementos según la figura 2
10. que se componen de tubos cilíndricos de 4 mm de diámetro de luz y una longitud de 100 mm. El haz de tubos se calienta desde el lado exterior de los tubos de manera que el material salga del cambiador de calor a una temperatura de 230°C. El producto liberado ahora ampliamente de las partes volátiles,
15. fluye a continuación a un recipiente colector evacuado. La proporción de la pérdida de presión en el escalón de presión, con relación a la pérdida de presión en los tubos, es de 10:1. La viscosidad aumenta durante la volatilización, de 200 a 29 000 Poises.
20. Se obtienen unos 1000 kg de una fusión de polímero que solo contiene aún un 0,5% de partes volátiles (Ensayo: 30 minutos a 213°C y 1 mm Hg) que no está perjudicada térmicamente y que no contiene impurezas.
- 25.
- 30.



Ejemplo 3 -

- Se procede como en el ejemplo 1 pero con la diferencia de que se colocan cuerpos desplazadores según la figura 3 en el lado de entrada de los tubos del cambiador de calor. Los taladros de entrada tienen un diámetro de luz de 2,5 mm y una longitud de 20 mm, los taladros transversales tienen un diámetro de 4 mm, el intersticio anular un ancho de 1,5 mm. El haz de tubos se calienta en el lado exterior de los tubos de manera que el producto liberado de las partes volátiles salga del cambiador de calor a una temperatura de 230°C aproximadamente. La fusión así liberada ampliamente de las partes volátiles fluye a continuación a un recipiente colector evacuado. La proporción de la pérdida de presión en el escalón de presión, con relación a la pérdida de presión en los tubos, es de 8:1. La viscosidad aumenta durante la evaporación de 200 a 30 000 Poises. Se obtienen unos 1000 kg de una fusión de polímero que solo contiene aún un 0,4% de partes volátiles (Ensayo: 30 minutos a 213°C y 1 mm Hg), que térmicamente no está perjudicada y que no contiene impurezas.

Ejemplo 4 -

- Con bombas de engranajes se impulsan, a través de un cambiador de calor de haces de tubos, 4500 kg/hora de una solución de poliestireno y caucho que se compone de 80 partes en peso de una mezcla de 95% en peso de estireno y 5% en peso de caucho en 20 partes en peso de una mezcla de 60% en peso de monoestireno y 40% en peso de etilbenceno,



5. con una viscosidad de 500 Poises y una temperatura de 165°C. El cambiador de calor contiene 817 tubos de 16 mm de diámetro de luz y 2200 mm de longitud y está en el lado de entrada equipado con los elementos según la figura 3. Los taladros de entrada tienen un diámetro de 8 mm y una longitud de 20 mm, los taladros transversales tienen un diámetro de 4 mm, el intersticio anular un ancho de 1,5 mm. La proporción de la pérdida de presión en el escalón de presión, con relación a la pérdida de presión en los tubos, asciende a 5:1. El haz de tubos se calienta en el lado exterior de los tubos de manera que el material salga del cambiador de calor con una temperatura de unos 230°C. A continuación fluye a un recipiente colector evacuado. La viscosidad de la solución aumenta durante la evaporación de 200 a 25 000 Poises. Se obtienen unos 3600 kg. de un producto que solo contiene un 0,2% de partes volátiles (Ensayo: 30 minutos a 213°C y 1 mm Hg). Térmicamente no está perjudicado y no contiene impurezas.
- 10.
- 15.
- 20.

Ejemplo 5 -

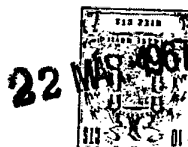
25. Con bombas de engranaje se impulsan, a través de un cambiador de calor de haces de tubos, 100 kg/hora de la solución de copolímero de 65 partes en peso de estireno y 35 partes en peso de acrilonitrilo en una mezcla de disolventes de 57% en peso de etilbenceno, 22% en peso de acrilonitrilo y 21% en peso de estireno. El contenido en material sólido de copolímero en la solución asciende al 68% en peso. El cambiador de calor de haces de tubos con-
- 30.



- tiene 214 tubos con un diámetro de luz de 16 mm y una longitud de 1045 mm. En el lado de entrada de los tubos se han dispuesto cuerpos desplazadores según la figura 4, que tienen una longitud de 100 mm y un diámetro de 11 mm, de manera que el intersticio tiene 2,5 mm de ancho. La proporción de pérdida de presión en el escalón de presión, con relación a la pérdida de presión en los tubos, asciende a 7:1. La solución de polímero a liberar de las partes volátiles tiene a la entrada en los tubos una viscosidad de 1100 Poises y una temperatura de 130°C. El haz de tubos se calienta en el lado exterior de los tubos de manera que el producto salga del cambiador de calor con una temperatura de 230°C. La fusión liberada ahora ampliamente de las partes volátiles fluye a continuación a un recipiente colector evacuado. La viscosidad aumenta durante la evaporación de 1100 a 30000 Poises. Se obtiene después un producto que solo contiene un 0,2% de partes volátiles (Ensayo: 30 minutos a 213°C y 1 mm Hg). No está térmicamente perjudicado y no contiene impurezas.

Ejemplo 6 -

- Con bombas de engranajes se impulsan a través de un cambiador de calor de haces de tubos, 1000 kg/hora de la solución de un copolímero de 75 partes en peso de estireno y 25 partes en peso de acrilonitrilo en una mezcla de disolventes de 65% en peso de etilbenceno, 25% en peso de estireno y 10% en peso de acrilonitrilo. El contenido en material sólido de polímero en la solución asciende al 57% en peso.



- El cambiador de calor de haces de tubos contiene 214 tubos con un diámetro de luz de 16 mm y con una longitud de 1045 mm. En el lado de entrada de los tubos se han dispuesto cuerpos desplazadores según la figura 5. Los taladros de entrada tienen un diámetro de 2,5 mm y una longitud de 20 mm, los taladros transversales tienen un diámetro de 4 mm, el intersticio anular un ancho de 3,5 mm. El cuerpo desplazador dispuesto a continuación tiene 50 mm de longitud y un diámetro de 11 mm, de manera que se forma un ancho de intersticio de 2,5 mm. El haz de tubos se calienta en el lado exterior de los tubos de manera que el material salga del cambiador de calor con una temperatura de unos 230°C. La fusión liberada ahora ampliamente de las partes volátiles fluye a continuación a un recipiente colector evacuado. La proporción de la pérdida de presión en el escalón de presión, con relación a la pérdida de presión en los tubos, se encuentra en 10:1. La viscosidad aumenta durante la evaporación de 700 a 29 500 Poises. Se obtienen unos 570 kg. de una fusión de polímero que solo contiene aún un 0,2% de partes evaporables (Ensayo: 30 minutos a 213°C y 1 mm Hg.). El producto no está térmicamente perjudicado y no contiene impurezas.

N O T A

- Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modifica-



- ciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una Solicitud de Patente presentada en Alemania nº B 86 327 de 23 de marzo de 1966 acogiéndose, por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España: "PROCEDIMIENTO PARA LA LIBERACION DE LAS PARTES VOLATILES DE SOLUCIONES VISCOSAS";
5. caracterizándose por lo siguiente:
10. 1ª - Procedimiento para la liberación de las partes volátiles de soluciones viscosas, ó fusiones de materiales polímeros mediante haces de tubos calentados, en el cual, durante la evaporación, se presenta un considerable aumento de la viscosidad, caracterizado porque en el lado de entrada de los tubos se produce un escalón de presión ascendiendo la proporción de la pérdida de presión en el escalón de presión, con relación a la pérdida de presión en los tubos, por lo menos a 0,5 : 1.
15. 2ª - Procedimiento, según la reivindicación 1ª, caracterizado porque con un aumento de la viscosidad durante la evaporación en cinco hasta mil veces, con relación a la viscosidad inicial, la proporción de la pérdida de presión en el escalón de presión, con relación a la pérdida de presión en los tubos, asciende entre 0,5 y 100.
20. 3ª - Procedimiento según la reivindicación 1ª y 2ª, caracterizado porque el líquido vis-
- 25.
- 30.



22 MAR 1967

coso se compone de una solución o fusión de un polímero sintético.

5. 4^a - Procedimiento para la liberación de las partes volátiles de soluciones viscosas, tal y como queda substancialmente descrito en la presente Memoria e ilustrado en los dibujos adjuntos.

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

Madrid,

22 MAR. 1967

BADISCHE ANILIN- & SODA-FABRIK
AKTIENGESELLSCHAFT,

J. GOMEZ ACEBO Y MODET
p. Firmado: F. Hernández Ruiz

Fig.1

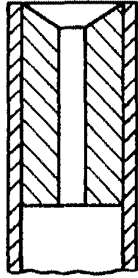


Fig.2

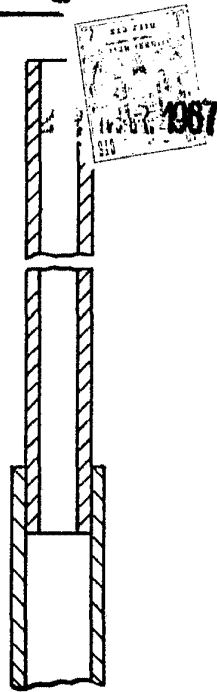


Fig.3

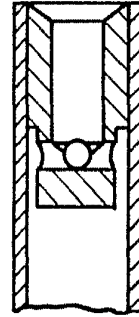


Fig.4

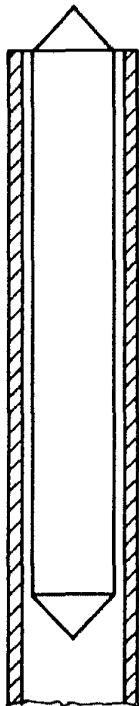
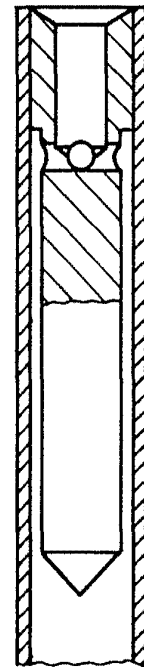


Fig.5



ESCALA
VARIABLE

22 MAR 1967

Madrid

J. GOMEZ ACEBO Y. MODET
D. B. Fernández F. Hernández Ruiz