

35281.6



procedimientos para la producción de polímeros normalmente sólidos, como polietileno, polibutadieno y poliestireno. En muchos de los procedimientos conocidos, el polímero es obtenido inicialmente en forma de solución en el disolvente, partiendo de la cual tiene que ser recuperado. La recuperación puede efectuarse por procedimientos distintos, como por ejemplo por vaporización del disolvente, que deja el polímero en forma de residuo no volátil, y enfriando la solución para provocar la precipitación del polímero, que es recuperado a continuación por filtración. Los procedimientos de vaporización para la eliminación del disolvente van acompañados de dificultades en la eliminación de los últimos indicios del disolvente del polímero. Esta dificultad es debida al hecho de que, a medida que la solución se pone cada vez más concentrada, su viscosidad aumenta. La transmisión de calor resulta retardada de manera correspondiente y, de no ejercerse un adecuado control, el polímero puede descomponerse térmicamente a consecuencia de tiempos indebidamente largos de permanencia en el equipo de recuperación a elevadas temperaturas. Es altamente deseable separar el polímero del disolvente los más completamente posible por cuanto toda pequeña cantidad, por ejemplo de pocos porcientos en peso, de disolvente contenido en el polímero forma burbujas durante la extrusión de dicho polímero y, por consiguiente, huecos cuando el polímero es calentado antes del molde.

Además de la eliminación del disolvente, es también deseable controlar la densidad volumétrica del producto polímero. Se ha comprobado que el polímero de poca densidad volumétrica tiende a formar puentes en el sistema y se traduce al final en el atasco de la zona de almacenamiento del polímero. Además, un polímero más denso puede ser manejado en equipos



más pequeños. Por ejemplo, si se dobla la densidad, resulta posible reducir el tamaño del equipo de secado a la mitad de sus dimensiones usuales. Además de causar atascos, el polí-
45 mero de una densidad volumétrica irregular presenta además un problema constituido por el mantenimiento de una velocidad constante de alimentación al aparato de extrusión de polí-
mero utilizado para la elaboración ulterior del polímero mismo.

50 La presente invención crea, pues, un procedimiento y un aparato mediante los cuales el polímero, de una densidad volumétrica controlada, puede ser recuperado de una solución del mismo por vaporización del disolvente sin descomposición térmica del polímero, conteniendo el polímero recuperado, al final, menos del 0,2% en peso de disolvente, frecuentemente menos del 0,02% en peso, y pudiendo ser moldeado
55 o extruido sin la indebida formación de cavidades, provocada por la vaporización del disolvente y sin que se produzcan atascos ni velocidades irregulares de alimentación al aparato de moldeo.
60

El procedimiento de la presente invención es ejecutado de la siguiente manera : en una primera fase, se vaporiza bruscamente una solución de polímero en disolvente en una zona de pulverización por brusca vaporización, mantenida bajo presión y por debajo del punto de fusión del polímero,
65 eliminándose así la mayor parte del disolvente y obteniéndose partículas de polímero densas y sólidas. La zona de brusca vaporización ha sido asociada con un medio de corte por el cual el concentrado sólido es reducido a un tamaño previamente determinado. En una segunda fase, las partículas de polímero de tamaño regulado así resultantes son tratadas, para
70 una ulterior eliminación del disolvente, en una zona de eli-

35281



75 minación de disolvente que trabaja a una presión inferior a la de la primera zona de pulverización por brusca vaporización. El polímero resultante es conducido luego a dos zonas de purga, dispuestas en serie, donde es sometido a corrientes en contracorriente de gas de purga inerte a una temperatura inferior al punto de fusión del polímero, eliminándose del polímero esencialmente todo el disolvente que queda. El
80 polímero esencialmente libre de disolvente así resultante es recuperado como producto.

El punto de fusión del polímero variará, según la naturaleza química y física y el origen del polímero. Corrientemente, los polietilenos tienen un punto de fusión comprendido entre aproximadamente 99 y 127° C. Los polietilenos
85 preparados por el procedimiento de Hogan y Banks, Patente estadounidense 2.825.721, tienen corrientemente puntos de fusión comprendidos entre 116° y 127° C., pero pueden tener puntos de fusión que caigan fuera de dichos límites.

90 Una característica especial de la presente invención consiste en el hecho de mantenerse una presión en la zona de pulverización por brusca vaporización, conduciéndose la brusca vaporización de la solución de polímero a una temperatura inferior al punto de fusión del polímero. Manteniendo una presión en la zona de pulverización por brusca vaporización, se obtiene un residuo de brusca vaporización aparentemente "seco" o sólido que tiene una mayor densidad volumétrica y que es eliminado fácilmente del aparato de pulverización por brusca vaporización. Sin embargo, hay una presión
95 óptima de brusca vaporización, más allá de la cual la evaporación del disolvente es reducida a niveles indeseables.

100 El procedimiento de recuperación de la presente invención es aplicable especialmente a la recuperación de un



105 polímero producido en un procedimiento del tipo explicado
y reivindicado en la Patente estadounidense anteriormente
citada núm. 2.825.721 de Hogan y Banks, donde una 1-olefi
na alifática, de una longitud máxima de cadena de 8 átomos
de carbono y sin ramificación alguna más próxima al doble
enlace que la posición 4, es sometida a condiciones de po-
110 limerización en presencia de un catalizador que comprende
óxido de cromo, siendo hexavalente una parte importante del
cromo, asociado con cuando menos un óxido elegido en el gru
po constituido por la sílice, alúmina, circonia y toria. El
contenido del cromo (Cr) del catalizador es corrientemente
115 una proporción menor, preferiblemente entre el 0,1 y el 10%
en peso. Corrientemente, la polimerización es conducida a
una temperatura comprendida entre 66° y 232° C. La olefina
que se hace reaccionar, por ejemplo etileno y/o propileno,
es sometida a menudo, aunque no necesariamente, a las condi-
120 ciones de polimerización en mezcla con un disolvente hidro-
carburo que es inerte y que puede existir como líquido a la
temperatura de polimerización. Disolventes adecuados de esta
clase son los naftenos normalmente líquidos, como el ciclo-
pentano, ciclohexano, metilciclopentano, metilciclohexano e
125 hidrocarburos parafínicos con 3 - 12, y preferiblemente 5 - 12
átomos de carbono por molécula, por ejemplo hexano normal,
isoheptanos, octano normal y 2,2,4-trimetilpentano. La reac-
ción puede ser conducida como una reacción de lecho fijo pe-
ro, en muchos casos, es conducida con el catalizador pulveri-
130 zado en suspensión, en forma de barro, en el disolvente hi-
drocarburo. El efluente sacado del reactor comprende una so-
lución de polímero en el disolvente y, cuando se usa un barro
o catalizador en suspensión, el efluente comprende una solu-
ción del polímero en el disolvente, catalizador en suspensión

35281



135 con polímero sin disolver adherido al mismo, y, en muchos
casos, pequeñas cantidades de olefinas sin reaccionar. La
olefina sin reaccionar puede ser eliminada por ventilación
y/o brusca vaporización y la mezcla restante es calentada
140 solución esencialmente completa del polímero en el disolven
te. Si se desea, se puede añadir disolvente en este momento
y es práctica corriente regular la concentración del políme
ro en la solución sobre un valor comprendido entre aproxima
damente un 2 y aproximadamente un 10% en peso. Entonces, la
145 solución puede ser filtrada para eliminar el catalizador
suspendido, obteniéndose una solución que contiene de un 2
a un 10% del polímero en el disolvente, de la cual se recu
pera el polímero. El procedimiento de la presente invención
es aplicable particularmente a la recuperación de polímero
150 partiendo de una tal solución, y particularmente a una tal
solución de polietileno. Los polímeros así recuperados son
adecuados para la fabricación de tuberías, tubos, envolturas
de aislamiento eléctrico y resistentes al agua, como se dice
más detalladamente en la Patente citada.

155 Según una variante de la invención, se vaporiza en
una zona de concentración preliminar un 25 - 75% del disol
vente, del 50 al 99% del disolvente restante en la primera
zona de pulverización por brusca vaporización, eliminándose
del 25 al 75% del disolvente restante en la zona de elimina
160 ción de disolvente a presión inferior de la segunda fase y
del 85% al 99,9% del disolvente restante en las zonas de pur
ga final. La concentración de disolvente en el producto así
obtenido de la zona de purga final es inferior al 0,2% en
peso.

165 En una forma de realización de la invención, se



realiza una evaporación preliminar a temperaturas comprendidas entre 121° y 177° C. y por encima del punto de fusión del polímero y del punto normal de ebullición del disolvente, y a una presión comprendida entre 1 y 7,8 atmósferas absolutas. La solución de polímero así concentrada de un contenido de polímero comprendido entre 15 y el 40% es conducida luego a una zona de pulverización por brusca vaporización de primera fase que trabaja a una temperatura comprendida entre 66° y 212° C. y por debajo del punto de fusión del polímero y a una presión positiva comprendida entre 1,1 y 3,4 atmósferas absolutas. El polímero resultante, en forma de borra a tamaño regulado, es conducido entonces a una zona de brusca vaporización para la eliminación de disolvente en segunda fase, que trabaja a una temperatura comprendida entre 66° y 121° C., por debajo del punto de fusión del polímero y a una presión comprendida entre 1 y 1,7 atmósferas absolutas, y preferiblemente a cuando menos 0,3 atmósferas por debajo de la zona de tratamiento por brusca vaporización de la primera fase. El polímero es conducido luego a una zona de purga de polímero horizontal, calentada, que trabaja a una temperatura comprendida entre 66° y 121° C. y por debajo del punto de fusión del polímero y a una presión comprendida entre 1 y 1,7 atmósferas absolutas. El polímero es conducido luego a una segunda zona vertical de purga, que trabaja preferiblemente en las mismas condiciones de temperatura y de presión que la primera zona de purga. El polímero es agitado en la segunda zona de purga y puesto en contacto con un gas inerte, con lo que es eliminado de él esencialmente todo el disolvente restante. La borra de polímero resultante, que tiene una densidad volumétrica previamente determinada, puede entonces ser almacenada y/o tratada ulteriormente en un aparato clásico para la formación

352816



de filamentos, bolitas o elementos de otra forma deseada.

200 En otra forma de realización de la invención, donde para producir el polímero se emplea un reactor de elevado contenido de sólidos, la fase preliminar de evaporación y la fase de eliminación de sólidos son omitidas porque la solución de polímero obtenida del reactor se encuentra ya en una concentración, relativamente elevada, del 15 al 60%.

205 El procedimiento de la presente invención puede ser ejecutado en evaporadores o tanques de vacío de brusca vaporización, cuya construcción general es bien conocida en la especialidad. Sin embargo, la construcción del aparato de brusca vaporización implica ciertas características especiales. Se ha comprobado que la densidad volumétrica del polímero formado por brusca vaporización puede ser controlada de acuerdo con la presión mantenida en la zona de brusca vaporización y/o con la temperatura de la solución de alimentación conducida a la zona de brusca vaporización. El control de la presión y/o de la temperatura, y por tanto la densidad volumétrica del polímero, es conseguido por medios nuevos, como se describirá más adelante.

210

215

220 El disolvente vaporizado en las fases de la presente invención puede ser condensado, combinado y recuperado, por ejemplo, para ser reciclado a la zona de polimerización. Si así se desea, el disolvente eliminado de la zona de brusca vaporización puede ser devuelto, previa condensación, a la zona de brusca vaporización, para que contribuya a mantener en ella la presión.

225 Otros objetos, ventajas y características de la invención resultarán evidentes para las personas expertas en la materia que lean la descripción siguiente, el dibujo y las reivindicaciones adjuntas.



Como se ve en el dibujo, el disolvente entra por (2) y se mezcla con catalizador suministrado desde la zona de almacenamiento (3). El catalizador puede ser, por ejemplo, óxido de cromo con soporte de gel de sílice preparado de la manera descrita en la presente Memoria. El tamaño de partículas del catalizador es suficientemente pequeño para facilitar la formación de un barro de catalizador en el disolvente. El barro de catalizador y disolvente pasa a la zona de reacción (4). El conjunto del disolvente es conducido al reactor por la tubería (2). El etileno y otra olefina, como el buteno-1, entra en el sistema por (5) y pasa a la zona de reacción (4), donde se mezcla con el catalizador y el disolvente a una temperatura de aproximadamente 138° C. El disolvente puede ser ciclohexano, octano u otros disolventes adecuados. Las proporciones de disolvente y de etileno son reguladas de modo que la concentración del polímero en la mezcla de reacción no supere el 15% aproximadamente y está comprendida preferiblemente entre un 5 y un 10% en peso. Sin embargo, cuando se emplea un reactor de elevado contenido de sólidos, como se describe más adelante, la concentración del polímero es generalmente de un 20 - 40% en peso aproximadamente, aunque puede ser del 15 al 60%. La presión en la zona de reacción (4) es suficiente para mantener esencialmente en fase líquida el disolvente, pudiendo ser, por ejemplo, de 34 atmósferas absolutas. La mezcla de reacción es mantenida en estado de turbulencia, de modo que el catalizador es mantenido en forma de suspensión o barro esencialmente uniforme en la mezcla de reacción. Esta turbulencia puede ser obtenida por la acción de chorro del monómero que entra por (5) y/o por el uso de un agitador mecánico indicado por el número (6) y accionado por el motor (M). El efluente de la zona de reac-

352816



ción, que comprende una mezcla de polímero, de disolvente y
260 de catalizador suspendido, juntamente con pequeñas cantida-
des de gas sin reaccionar y/o inerte, es conducido por el
conducto (7) y el calentador (8) a la zona de disolución
(9). Si así se desea, puede añadirse más disolvente para re-
265 gular la concentración sobre un valor convenientemente bajo,
previamente fijado, de modo que la viscosidad no sea demasia-
do elevada para una eficiente eliminación del catalizador.
En la zona de disolución (9), la mezcla es mantenida en es-
tado de turbulencia como, por ejemplo, mediante un agitador
mecánico (13) accionado por un motor (M), y la temperatura
270 es mantenida, por ejemplo, mediante el uso del calentador
(14), sobre 149° - 204° C., es decir algo más alta que la
utilizada en la zona de reacción (4). La presión es suficien-
te para mantener el disolvente esencialmente en la fase lí-
quida, pero es preferiblemente inferior que en la zona de
275 reacción (4) para facilitar la evolución del gas disuelto,
incluido el etileno sin reaccionar, que es descargado por la
salida (15). El calentador (14) es de cualquier tipo adecua-
do conocido en la especialidad; por ejemplo, puede ser un ca-
lentador de serpiente de vapor o un calentador eléctrico de
280 inmersión. El efluente de la zona de disolución (9) pasa por
el conducto (10) a la zona (16) de eliminación de sólidos.
El material conducido por el conducto (10) es una solución
homogénea de esencialmente todo el polímero contenido en el
disolvente, solución que contiene catalizador sólido suspen-
285 dido. La zona de eliminación de sólidos (16) comprende cual-
quier equipo adecuado o combinación de equipos conocidos en
la especialidad para la eliminación de sólidos contenidos en
suspensión en líquidos. Por ejemplo, puede ser un filtro, un
centrifugador, o ambas cosas a la vez. Debería poder trabajar
290 bajo presión, para mantener el disolvente en fase líquida du-



rante la filtración. (El catalizador eliminado es retirado del sistema por el conducto (17)). El catalizador retirado puede ser regenerado o reactivado, de desearse así, y reciclado a la zona (3) de almacenamiento de catalizador por me-
295 dios no representados en el dibujo. La solución que ha sido liberada de catalizador sólido en suspensión es conducida por el conducto (18) a la zona (19) de evaporación preliminar, que tiene corrientemente forma de tanque de evaporación por brusca vaporización y que trabaja, por ejemplo, a una
300 temperatura de 143° C. y a una presión de 3,25 atmósferas absolutas. Aproximadamente la mitad del disolvente se evapora en la zona (19) y el disolvente evaporado es conducido por el conducto (20) y el condensador (21). El disolvente condensado es devuelto luego por los conductos (22) y (2).
305 El residuo concentrado procedente de la zona de evaporación (19) pasa por el conducto (23), la bomba (24) y el intercambiador térmico (25), donde la temperatura es elevada, por ejemplo, a 154° C. Una parte de la solución es devuelta por el conducto (26) a la zona de evaporación (19). Este modo de
310 trabajo permite calentar exteriormente el material sin vaporizar procedente de la zona de evaporación (19) y constituye un procedimiento preferido para suministrar calor a dicha zona ya que corrientemente no es posible suministrar eficientemente calor directamente al interior de la zona (19).

315 El resto del material sin vaporizar es conducido por el conducto (27) a la zona (28) de pulverización por brusca vaporización, que trabaja, por ejemplo, a una temperatura de 66° a 121° C., pero por debajo del punto de fusión del polímero y a una presión de 1,1 a 3,4 atmósferas absolu-
320 tas. La solución que entra en la zona (28) de pulverización por brusca vaporización tiene una concentración, por ejemplo,



del 15 - 40% en peso del polímero en el disolvente. La zona (28) de pulverización por brusca vaporización posee en su interior un elemento (29) provisto de un elemento con tres o más brazos, cada uno de los cuales lleva una cuchilla. La criba (30) está provista de aberturas de conveniente tamaño para retener al polímero sólido en la zona (28) hasta que, mediante el dispositivo de corte, se haya conseguido el tamaño deseado de partículas de polímero, determinado por el tamaño de las aberturas de la criba.

Las partículas de polímero sólido de tamaño regulado son conducidas luego, mediante la válvula giratoria (31) a una segunda zona (32) de eliminación de disolvente, que es mantenida, a una temperatura comprendida entre 66° y 121° C., por debajo del punto de fusión del polímero y a una presión inferior a la de la zona (28), y generalmente comprendida entre 1 y 1,7 atmósferas absolutas. El tanque (33) de desprendimiento de gases está previsto en asociación con la zona (32) de eliminación del disolvente y sirve para permitir la liberación de los vapores por la tubería general (34), sin que se arrastre polímero alguno. Generalmente, del 25 al 75% del disolvente que queda es eliminado de la borra de polímero en la zona (32).

El material polímero de tamaño regulado resultante, esencialmente libre de disolvente, es conducido luego a una primera zona de purga (35) calentada. Gas inerte, como nitrógeno o monómero de etileno, es introducido por la tubería (36) en la zona (35), ayudando así a eliminar disolvente adicional de las partículas de polímero. Después de la purga en la zona (35), las partículas de polímero pasan por un conducto (37) que contiene válvulas giratorias (38 y 39), y luego a una columna (40) vertical de purga, provista de camisa y de

352816



355 agitador. En esta columna, el polímero es vuelto a tratar en
contracorriente con un gas de purga inerte, introducido por
la tubería (41), como nitrógeno o vapor sobrecalentado, para
una eliminación esencialmente total del disolvente residual.
El fin de las válvulas (38) y (39) es el de impedir la mezcla
recíproca de los distintos gases de purga usados en las zonas
de purga (35 y 40). El nivel dentro de la zona (40) está con-
360 trolado por el dispositivo de control (42), acoplado en su
funcionamiento con el motor (M) y la válvula de descarga (43)
y que regula así la velocidad de eliminación del polímero de
la zona de purga (40) de segunda fase.

365 En otra forma de realización, la densidad de las
partículas de polímero descargadas por la válvula (43) es con-
trolada regulando la presión en la zona (28) de brusca vaporiza-
ción mediante el dispositivo de control (44), que controla
dicha presión, accionando la válvula (45) en respuesta al ele-
mento (46) sensible a la presión, siendo regulado, a su vez
370 el punto de graduación de dicho dispositivo de control (44)
por los medios (47) de medición de la densidad. Alternativa-
mente, el dispositivo (47) medidor de densidad proporciona una
señal que puede regular el punto de graduación del dispositivo
(50) de control, que, a su vez controla la temperatura de la
375 solución alimentada por la tubería (27) regulando el paso del
agente de calentamiento por el intercambiador (51). Los medios
sensibles al nivel (42) y los medios (47) de medición de la
densidad pueden ser un indicador del tipo de radiación, como
por ejemplo un dispositivo Ohmart indicador de densidad de
380 rayos gamma.

El material procedente de la zona de purga (40) es
recuperado después en forma de borra de polímero esencialmente
libre de disolvente que tiene una densidad volumétrica pre-
viamente determinada, y conducido por el conducto (48) a la

352816



385 zona (49) de almacenamiento de polímero, o directamente a
otros aparatos de tratamiento no representados, para su ul-
terior tratamiento. Por ejemplo, la borra de polímero puede
ser introducida en un dispositivo clásico de extrusión de
polímero, donde es transformada en mechones de polímero que
390 son cortados luego en forma de bolitas, varillas o similares.

Aun cuando la invención ha sido descrita con una
sola primera cámara (28) de pulverización por brusca vaporiza-
ción asociada con dicha segunda cámara de brusca vaporiza-
ción, cae dentro del alcance de la presente invención utili-
395 zar más de una de tales zonas de pulverización por brusca
vaporización en combinación con la segunda zona de brusca va-
porización.

Se presenta el ejemplo siguiente para describir más
completamente la invención, pero no para que sea interpretado
400 como una limitación de la misma.

E J E M P L O

Se alimenta al reactor etileno a una velocidad de
aproximadamente 770 kgs. por hora, juntamente con 37,0 kgs.
por hora de buteno-1, ambos a una temperatura de aproximada-
405 mente 38° C. El catalizador activado, constituido esencial-
mente por óxido de cromo depositado sobre sílice, es mezcla-
do con una pequeña cantidad de n-hexano y el barro de catali-
zador resultante es alimentado al reactor a la velocidad de
0,14 kgs. de catalizador por hora. Se alimenta el reactor di-
410 solvente de n-hexano a la velocidad de 2090 kgs./hora. Hacien-
do circular el agua de enfriamiento por la camisa del reactor
se mantiene la temperatura a cerca de 138° C. y la presión
del reactor sobre aproximadamente 31,6 atmósferas absolutas.

La solución de polímero que sale, que contiene apro-
415 ximadamente un 22% en peso de polímero, es calentada a 154° C.

352816



aproximadamente y alimentada directamente a un dispositivo de corte que comunica directamente con un primer tanque de brusca vaporización, trabajando ambos a una presión de 2,4 atmósferas absolutas y a una temperatura de 110° C. El material polímero de tamaño regulado, procedente de la primera zona de brusca vaporización, es conducido luego a una segunda zona de eliminación de disolvente, que es mantenida a una presión de 1,2 atmósferas absolutas y a una temperatura de 110° C. El polímero resultante, que tiene una densidad volumétrica de cuando menos 0,13 g/cm³, es conducido luego a una zona de purga consistente en un secador transportador calentado, donde se pone en contacto en contracorriente con etileno gaseoso para la eliminación de disolvente adicional. Después de purgar con etileno, las partículas de polímero sólido son conducidas a través de dos válvulas de retención a una columna vertical de purga que contiene un dispositivo agitador. La columna vertical trabaja a 110° C. y a 1,2 atmósferas absolutas, teniendo vapor de 116° C. (que tiene que ser sobrecalentado para impedir la condensación) o nitrógeno que sube por la columna en contracorriente con el polímero que baja, reduciendo esta purga adicional a una concentración insignificante el disolvente residual. El fin de las válvulas de retención antes mencionadas es el de impedir que se mezclen los distintos gases de purga empleados en la unidad de purga de transporte de cubetas y en la unidad vertical de purga con agitador. El polímero pasa de la unidad con agitación al almacenamiento, y desde allí a la instalación clásica de extrusión y a la venta.

Aun cuando el procedimiento de la presente invención ha sido descrito con relación a particulares procedimientos para polietileno, no se limita evidentemente a ellos, sino que

352810



puede ser empleado para la recuperación de todo polímero termoplástico normalmente sólido contenido en una solución del mismo en un disolvente. Así, el procedimiento es aplicable también a las soluciones de polibutadienos, polibutadienos especialmente hidrogenados, como se describe en la Patente estadounidense núm. 2.864.809 de Jones y Moberly, poliestirenos, polipropilenos, poliisobutilenos y polietilenos producidos por procedimientos distintos del procedimiento descrito en la presente, así como a la recuperación de polietilenos halogenados. Asimismo, el procedimiento no se limita a la recuperación de polímeros contenidos en disolventes hidrocarbonados saturados, sino que puede aplicarse allí donde se emplean como disolventes unas disolventes como el cloroformo, el tetracloruro de carbono, el disulfuro de carbono e hidrocarburos aromáticos y derivados de los mismos. La esencial de la presente invención es que puede recuperarse un polímero termoplástico normalmente sólido esencialmente libre de disolvente por un procedimiento que comprende la evaporación de una parte esencial del disolvente a una temperatura inferior al punto de fusión del polímero, cortando o fraccionando éste simultáneamente, agitando el polímero a una temperatura superior a su punto de fusión, para vaporizar el disolvente restante, y recuperando un polímero esencialmente libre de disolvente.

A base de lo anteriormente expuesto, podrán adoptarse variaciones y modificaciones razonables de la invención sin por ello apartarse del espíritu y del alcance de la misma.

Todo aquello que sea accesorio en la realización del procedimiento descrito, podrá ser objeto de modificaciones y las cuestiones de forma, dispositivos y máquinas utilizadas en la ejecución de la invención deberán tomarse como de orden

352816



480 secundario, pudiéndose emplear aquellos que mejor convengan en tanto no alteren fundamentalmente las particularidades características.

 La entidad solicitante se reserva el derecho de obtención de los oportunos Certificados de Adición, por aquellas mejoras o perfeccionamientos que en lo sucesivo pudiera aconsejar la práctica.

 N O T A :

485 Descrita suficientemente la naturaleza y alcance de la presente invención, así como la forma en que la misma puede ser llevada a la práctica, se reivindicán a título privativo las siguientes particularidades características, sobre las cuales ha de recaer la concesión del privilegio de PATENTE DE INVENCION que se solicita.

490 1). Procedimiento de recuperación de un polímero termoplástico normalmente sólido partiendo de una solución del mismo en un disolvente, por vaporización del disolvente mismo, caracterizado por : eliminarse una parte importante de dicho polímero de dicha solución por vaporización rápida de una parte de dicho disolvente, pulverizando al propio tiempo la solución no vaporizada en una primera zona de brusca vaporización mantenida bajo presión y a una temperatura inferior al punto de fusión de dicho polímero termoplástico; vaporizarse después rápidamente una parte del disolvente de la mezcla resultante de dicho polímero y de un disolvente en una segunda zona de vaporización rápida, mantenida a una temperatura inferior al punto de fusión de dicho

500

3528,16



505 polímero y a una presión inferior al de dicha primera zona
de vaporización rápida; introducción sucesiva del polímero
sólido resultante en una primera zona de purga, donde el
polímero es calentado y puesto en contacto en contracorrien-
te con un primer agente de purga para eliminar de él el di-
solvente adicional; la sucesiva introducción del polímero só-
510 lido resultante en una segunda zona de purga, donde esencial-
mente todos los indicios de disolvente que quedan son elimi-
nados del polímero mediante la puesta en contacto del mismo
con un gas inerte de purga y la sucesiva recuperación del po-
límero, esencialmente libre de disolvente, como producto del
515 procedimiento.

2). Procedimiento según la reivindicación 1), ca-
racterizado por el hecho de que dicho polímero es un polímero
normalmente sólido obtenido por polimerización de cuando me-
nos una olefina con 2 a 8 átomos de carbono por molécula.

520 3). Procedimiento según las reivindicaciones 1) o
2), caracterizado por el hecho de que el agente de purga de
dicha segunda zona de purga es vapor o nitrógeno.

4). Procedimiento según cualquiera de las reivindi-
caciones 1) a 3), caracterizado por el hecho de que la densi-
525 dad volumétrica del polímero obtenido como producto del pro-
cedimiento es controlada regulando la presión en dicha prime-
ra zona de vaporización rápida, por lo cual un aumento de
dicha presión se traduce en un aumento de la densidad volu-
métrica del polímero y una reducción de la presión se tradu-
ce en una disminución de la densidad volumétrica del polímero.
530

5). Procedimiento según cualquiera de las reivindi-
caciones 1) a 4), caracterizado por el hecho de que la prime-
ra zona de brusca vaporización trabaja a una temperatura com-
prendida entre 66° y 121° C. y a una presión comprendida en-
535 tre 1,1 y 3,4 atmósferas absolutas; la segunda zona de vapo-

352816



540 rización rápida trabaja a una temperatura comprendida entre
66° y 121° C. y a una presión comprendida entre 1 y 1,4 at-
mósferas absolutas y a cuando menos 0,2 atmósferas por deba-
jo de la presión de dicha primera zona de vaporización rá-
pida; dicha primera zona de purga trabaja a una temperatura
comprendida entre 66° y 121° C. y a una presión comprendida
entre 1 y 1,7 atmósferas absolutas, y una segunda zona de
545 purga trabaja a una temperatura comprendida entre 66° y 121°
C. y a una presión comprendida entre 1 y 1,7 atmósferas abso-
lutas.

550 6). Procedimiento según cualquiera de las reivin-
dicaciones 1) a 5), caracterizado por el hecho de que la den-
sidad volumétrica de dicho polímero obtenido como producto
del procedimiento es controlada regulando la temperatura de
dicha solución de polímero conducida a dicha primera zona de
pulverización rápida, de modo que un aumento de la tempera-
tura de la solución produce un aumento de la densidad volu-
métrica mientras que inversamente, una disminución de dicha
555 temperatura produce una disminución de la densidad volumétri-
ca de dicho producto polímero.

560 7). Procedimiento según cualquiera de las reivin-
dicaciones 1) a 6), caracterizado por el hecho de introdu-
cirse una solución, que contiene aproximadamente un 22% en
peso de un copolímero de etileno y buteno-1, en n-heptano en
dicha primera zona de vaporización rápida, que se encuentra
a una temperatura de 110° C. y a una presión de 2,4 atmós-
feras absolutas, conduciéndose luego el polímero sólido re-
sultante de tamaño regulado a dicha segunda zona de brusca
vaporización mantenida a una temperatura de 110° C. y a una
565 presión de 1,2 atmósferas absolutas, siendo purgado el polí-
mero resultante que tiene una densidad volumétrica de cuando



menos 0,12 g/cm³ del disolvente que queda en dichas primera y segunda zonas de purga.

570 8). Aparato para recuperar un polímero termoplástico normalmente sólido partiendo de una solución del mismo, según la reivindicación 1), caracterizado por las características siguientes combinadas:

575 una primera cámara de presión de vaporización brusca con un primer conducto en comunicación con una fuente de solución de polímero y adecuado para introducir dicha solución de polímero en dicha cámara, con un elemento a modo de pantalla dispuesto en su interior;

580 una segunda cámara de presión de vaporización brusca en comunicación con dicha primera cámara de vaporización brusca destinada a recibir el polímero procedente de dicha primera cámara de vaporización y adecuada para trabajar a una presión inferior a la de dicha primera cámara de brusca vaporización;

585 una primera válvula entre dichas primera y segunda cámaras de brusca vaporización para regular el paso del polímero sólido entre dicha primera y dicha segunda cámara;

590 medios de corte dispuestos en dicha primera zona de brusca vaporización, asociados con dicho elemento a modo de pantalla y dicho conducto, estando previsto el elemento a modo de pantalla de forma que mantiene el polímero cortado en contacto con dichos medios de corte hasta que los sólidos han sido cortados por los mismos a su tamaño;

595 primera cámara de purga, dispuesta horizontalmente en comunicación con dicha segunda cámara de brusca vaporización, destinada a recibir el polímero de dicha segunda cámara de brusca vaporización;

un segundo conducto en comunicación con una fuente de agente de purga y con dicha primera cámara de purga, para la

352816



introducción en ella de agente de purga;

600 una segunda cámara de purga, dispuesta verticalmente y en comunicación con dicha primera cámara de purga, para recibir de ella el polímero;

un tercer conducto que une dichas primera y segunda zonas de purga y que lleva dispuestas en su interior una segunda y tercera válvula adecuadas para interrumpir la mezcla de agentes de purga empleados en dichas primera y segunda cámaras de purga;

610 un cuarto conducto en comunicación con una fuente de agente de purga y con el extremo inferior de dicha segunda cámara de purga y adecuado para la introducción de agente de purga en dicha segunda cámara de purga;

una cuarta válvula en el extremo inferior de dicha segunda cámara de purga, adecuada para regular el nivel de los sólidos contenidos en dicha segunda cámara de purga; y
615 medios agitadores dispuestos en dicha segunda cámara de purga para agitar en ella el polímero mientras es puesto en contacto con dicho agente de purga.

9). Aparato según la reivindicación 8), caracterizado además por medios para controlar la presión en dicha
620 primera cámara de rápida vaporización de presión, medios para determinar la densidad volumétrica del polímero contenido en dicha segunda zona de purga, medios para producir una señal de control proporcional a dicha densidad, y medios para aplicar dicha señal a dichos medios para controlar la presión de modo que un aumento de dicha densidad provoque una reducción de dicha presión y una disminución de dicha densidad provoque un aumento de dicha presión.

10). Aparato según las reivindicaciones 8) o 9), caracterizado por medios para controlar la entrada de calor

352816



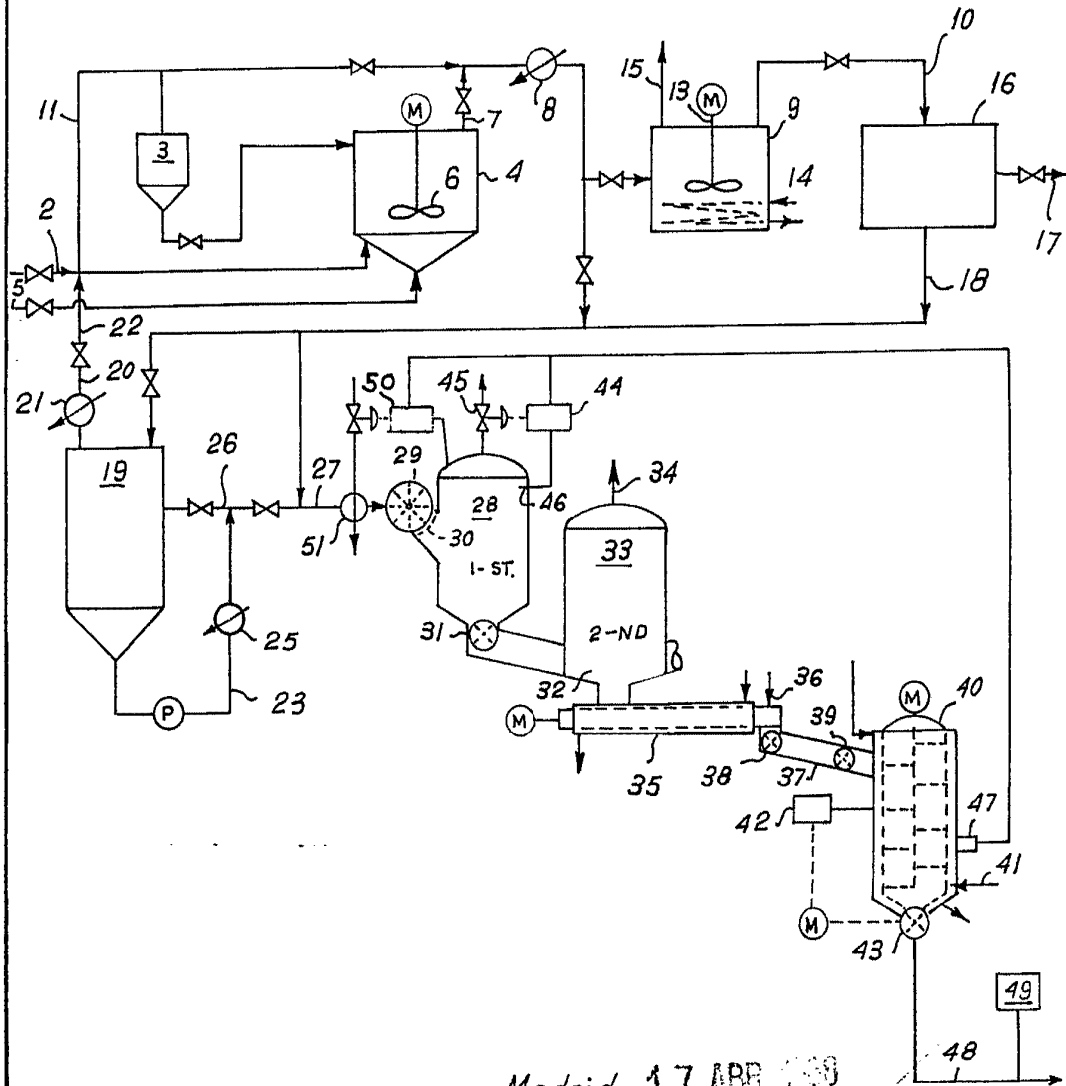
630 en dicho primer conducto, medios para determinar la densi-
dad volumétrica del polímero en dicha segunda cámara de pur-
ga, medios para producir una señal de control proporcional a
dicha densidad y medios para aplicar dicha señal a dichos me-
dios para controlar la entrada de calor de modo que un aumen-
635 to de dicha densidad provoque una disminución de dicha entra-
da de calor y una disminución de dicha densidad provoque un
aumento de dicha entrada de calor.

11). "PROCEDIMIENTO Y APARATO PARA LA RECUPERACIÓN
DE POLÍMERO".

Todo según queda expuesto en la presente Memoria,
que consta de veintidos hojas foliadas y mecanografiadas por
una sola cara, y una hoja de dibujos que con la misma se
acompaña.

MADRID, 17 de abril de 1.968.

P. A.
Modesto Polo
P. P.



Madrid. 17 ABR. 1950
[Handwritten signature]

ESCALA VARIABLE.