

414006



414086

CASE A 729 E

f.e 26-5-75

~~26-5-75~~

Int. Cl.: <u>BOID, J</u>

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

por "INSTALACION PARA LA TRANSFORMACION DE FASES LIQUIDAS DE SUSTANCIAS NO METALICAS, EN ESPECIAL POLIMERIZABLES O CRISTALIZABLES, EN UNA FASE SOLIDA", a favor de la firma suiza CIBA-GEIGY AG, residente en BASILEA (Suiza).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

5. En distintas publicaciones se ha propuesto ya para la transformación de fases líquidas en fases sólidas, extender la fase líquida sobre una superficie y descascarar de esta superficie la capa de fase sólida que se origina despues de la compactación. De acuerdo con lo conocido se prevé un tambor rotativo alrededor de un eje horizontal, en cuya superficie lateral interna se extiende la fase líquida, formando el tramo inferior de esta superficie lateral una bandeja para la recepción de la fase líquida aducida . continuamente. De esta manera se produce con-

10.

414086

- 2 -



- tinuamente. La transformación considerada de modo general -, puesto que la capa de la fase sólida se origina ininterrumpidamente en el extremo posterior del tambor y en su sentido de circulación. En una consideración más detenida
5. se reconoce que en el interior de la fase líquida no se realiza con la misma continuidad o con la misma uniformidad local la transformación. Esto es así, porque la fase líquida junto a su longitud determinada por las dimensiones del tambor también posee una anchura y profundidad relativamente grandes, de tal manera que siempre existe una
10. cantidad relativamente grande de fase líquida, en la cual no se origina propiamente un frente de transformación, sino que la transformación se establece más bien en zonas separadas unas de otras, de localización casual y sin distinción temporal, que se extienden con la progresiva transformación y finalmente crecen conjuntamente. Naturalmente los procesos en la transformación ejercen su influencia sobre la homogeneidad y otras características de la fase sólida, cuyas calidades, a causa de la irregularidad de
15. la transformación, aparecen en todos los casos de un modo igualmente irregular. No se consigue un remedio mediante la disminución de la cantidad de la fase líquida en el tambor, entre otras razones, porque ésto es muy difícilmente realizable en la práctica y porque mediante una medida de esta
20. clase la productividad descendería ampliamente por debajo de los límites económicos. Por el contrario, con el empleo de estos tambores no se puede incrementar a discreción la producción en todos los casos sin que queden afectadas seriamente las características de la fase sólida.
- 25.



Estas desventajas no se pueden subsanar con la instalación conocida a través de la patente francesa 2.104.041, en la que se prevé una cámara de reacción en forma de cuerpo hueco tubular que se mantiene verticalmente, en cuyo extremo inferior se evacúa continuamente la fase sólida con la ayuda de cilindros extractores. En primer lugar la extracción de la fase sólida de la cámara de reacción con la ayuda de cilindros extractores presupone una considerable resistencia a la tracción, que para las substancias que entran en consideración por lo regular no puede ser eliminada. En segundo lugar en una instalación de esta clase numerosos factores dependientes de la casualidad también entran en consideración, y por su imposibilidad de cálculas descartan una favorable influencia en el proceso de transformación. También es éste el caso, cuando - como también se aprecia ésto en la citada patente francesa - en lugar del cilindro extractor se incorpora en la fase sólida un alma bajo la forma de un órgano de tiro flexible.

El presente invento tiene como cometido el procurar por una parte que la transformación no se verifique como anteriormente de un modo incontrolado, sino sensiblemente como un frente de transformación, así como facilitar por otra parte que en un tiempo comparativamente igual o incluso menor se transformen mayores cantidades de la fase líquida sin que quede afectada la calidad de la fase sólida que se produce. La solución de este cometido prosupone que partiendo de una capa de fase líquida, a medida que progresa el cambio de fase que se establece en esta capa, se aduce a la misma, manteniéndose constantemente por encima de la fa-

414086

- 4 -



se sólida que se va formando, una capa de fase líquida.

- Para conseguir este supuesto previo, - partiendo de la citada patente francesa - la cámara de reacción de acuerdo con el invento se rodea, al menos en su zona superior que contiene la fase líquida, por una envolvente de sección transversal poligona, en donde cada uno de los tramos de pared de la cámara de sección transversal correspondientemente poligonal está constituida por un ramal, que se aplica sobre el correspondiente tramo de envolvente, de una cinta sin fin, la cual con su indicado ramal se mueve continuamente hacia abajo, siendo accionada sincrónicamente con cada una de las restantes cintas.
- 5.
- 10.

- Si para la transformación de fases líquidas en fases sólidas se emplea una instalación de esta clase, entonces a causa de la acción directa e independiente de contingencias de las cintas sobre la fase sólida, se puede procurar que esta fase sólida se vaya creando desde abajo hacia arriba, en donde la fase líquida se encuentra siempre bajo la forma de una tenue capa por encima de la fase sólida. Esta tenue capa de la fase líquida queda así sometida a la transformación prácticamente en la totalidad de su extensión, de tal manera que se origina un frente de transformación y la fase sólida crece permanentemente hacia arriba, produciéndose este crecimiento de un modo uniforme, De esta manera se puede incrementar sin más la productividad hasta los límites determinados por la velocidad de transformación de las fases líquidas en cuestión, obteniéndose sin embargo la homogeneidad y uniformidad de las restantes características de la fase sólida. Hasta incluso se ha puesto de manifiesto
- 15.
- 20.
- 25.



de modo sorprendente que en ciertos casos la calidad de la fase sólida puede superar aquel grado que difícilmente podría esperarse en lo que respecta a la uniformidad de la transformación. Pero incluso prescindiendo de los casos extremadamente favorables, las fases sólidas originadas con el empleo de la instalación aquí descrita se destacan por sus características especiales respecto a las fases sólidas obtenidas a partir del estado de la técnica anteriormente conocida.

- 5.
10. El dispositivo de acuerdo con el invento es adecuado para la realización de prácticamente todas las transformaciones de fases líquidas en sólidas. Así por ejemplo pueden realizarse reacciones de policondensación, reacciones de polimerización, reacciones de precipitación o reacciones de cristalización; en especial polimerización de vinilo, en las que monómeros líquidos, en caso dado después de una iniciación catalítica y/o de una acción térmica, se transforman en polímeros sólidos copolímeros, o reacciones de precipitación, en las que partiendo de silicato sódico y solución ácida se obtiene ácido silícico altamente disperso
- 15.
20. o partiendo de silicato sódico y sulfato de aluminio se obtiene silicato de aluminio.

25. El dispositivo de acuerdo con el invento es especialmente adecuado para la realización continuada del procedimiento para la fabricación de polímeros de condensación altamente dispersos y reticulados sobre la base de urea y/o melamina y formaldehído. Un procedimiento de esta clase se describe por ejemplo en la patente belga número 730.186 y consiste esencialmente en que la solución acuosa de un con-



densado previo a base de urea y formaldehído, en presencia de un coloide de protección, mediante la adición de ácido sulfaníico o una solución acuosa de sulfato de hidrógeno amónico de la fórmula.

5.



en donde

10.

R es un átomo de hidrógeno o un radical orgánico que no ejerce influencia sobre la solubilidad del agua, como en especial representan un radical de alquilo, cicloalquilo, hidroxialquilo, aralquilo o arilo, se transforma en un gel reticulado, en donde la relación formaldehído : urea, más tarde del momento de la formación del gel, es superior a 1, y porque el gel obtenido se tritura, seca y desaglomera.

15.

Una ventaja decisiva del dispositivo de acuerdo con el invento consiste, como anteriormente se ha indicado, en que el producto de la reacción, en especial un gel, durante e inmediatamente después de su compactación no está sometido a sollicitaciones mecánicas, o solamente muy reducidas. Esto representa para muchos productos, por ejemplo los citados polímeros de condensación, una premisa esencial para la calidad del producto.

20.

25.

En el dibujo se representa esquemáticamente un ejemplo de ejecución del objeto del invento.

La figura 1 muestra la instalación en corte longitudinal.

414086

- 7 -



La figura 2 muestra el objeto de la figura 1 en planta.

Según se desprende del dibujo, la instalación presenta una cámara de reacción 1, en forma de una cámara hueca de sección transversal cuadrada, que se extiende de abajo a arriba, limitada por todos los lados pero abierta sin embargo por ambos extremos. Las paredes limitadoras de la cámara de reacción 1 están formadas cada una de ellas por un ramal 2 de una cinta sin fin 4 conducida sobre cilindros de reenvío 3. En orden a una mejor claridad en la figura 1 solamente se representan dos de estas cintas, pero en la figura 2 se representan las cuatro cintas.

Los ramales 2 que forman las paredes de la cámara están rodeados por una envolvente de doble pared para calefacción o refrigeración 5 y se apoyan mediante la pared interna de dicha envolvente. Correspondientemente la envolvente 5 forma un paso prismático de sección transversal cuadrática. En 6 y 7, la envolvente 5 se conecta al circuito de un vehículo térmico.

Como se desprende de la figura 2, los cilindros 3 están unidos entre sí en el accionamiento mediante engranajes cónicos 8, y asimismo son impulsados mediante el motor de accionamiento 9. Como se desprende de esta disposición y como además se indica en la figura 3 mediante la flecha P, al circular las cintas 4 se mueven conjuntamente hacia abajo todos los ramales 2. De esta manera se debe sacar por abajo - como se aclara detenidamente más adelante - la fase sólida que se origina en la cámara de reacción 1. Para este objeto, naturalmente no necesitan ser accionadas todas las cintas

414086

- 8 -



mediante el motor 9. Preferentemente es posible disponer libremente al menos una cinta y actuar continuamente sobre la fase sólida.

5.  
10.  
Por encima de la cámara de reacción 1 se encuentran una acometida controlable 10 para la fase líquida, cuya acometida está configurada en el presente caso como una tobera mezcladora para la combinación de dos componentes líquidas en una fase líquida. Por debajo de la cámara se prevé un dispositivo triturador 11, que en el presente caso presenta dos cilindros dentados 12 que engranan entre sí.

15.  
20.  
25.  
En la puesta en servicio de la instalación descrita, la cámara de reacción se cierra preferentemente en la zona de su extremo superior mediante un obturador (no representado), el cual se aplica netamente en los ramales 2 de las cintas 4. Por encima de este obturador se produce entonces una capa 13 de fase líquida. En esta capa se establece ahora la transformación de la fase líquida a la fase sólida. A medida de la progresiva transformación se va aportando entretanto fase líquida, de tal manera que por encima de la fase sólida que se va originando y que va creciendo hacia arriba existe siempre una capa de fase líquida. Simultáneamente se ponen en movimiento las cintas 4, igualmente de conformidad con la progresiva transformación, de tal manera que la capa de la fase líquida se encuentra siempre en la zona superior extrema de la cámara de reacción y la fase sólida se va retirando hacia abajo conjuntamente con el obturador.

Este obturador puede configurarse como un elemento nue

414086

- 9 -



vamente empleable de la instalación, en cuyo caso debe ser captado en el extremo inferior de la cámara y ser retirado. A este respecto es concebible emplear como obturador a la misma fase sólida, en donde por ejemplo en el caso de interrupción del servicio no se vacía completamente la cámara  
5. l al objeto de que, la fase sólida que se encuentra allí remanente se emplee como obturador en la subsiguiente iniciación del proceso.

10. La fase sólida que entretanto se extrae de la cámara (en la figura 2 denominada con 14) se conduce, en caso necesario, como el presente, directamente al dispositivo triturador.

15. Si para la transformación es necesaria o provechosa la acción de caldeo o de refrigeración de la envolvente 5, entonces puede entrar en consideración que la fase sólida (al-  
20. contrario de lo representado en la figura 1) presenta una superficie cóncava, es decir una superficie superior que vaya decreciendo por todos sus lados hacia el centro. Este es el caso en especial cuando la fase sólida se extrae con  
25. relativa rapidez y/o la cámara presenta una sección transversal relativamente grande. Sin embargo inclusive en este caso se origina un frente de transformación (cóncavo) y la transformación progresa uniformemente desde el interior hacia el exterior y desde abajo hacia arriba. Siempre sucede así - para significarlo una vez más -, cuando por encima de la fase sólida de conformidad con la progresiva transformación se mantiene siempre una capa de la fase líquida. La palabra capa se ha de entender en el más amplio significado

41406

- 10 -

414086



5. puesto que la profundidad de la fase líquida que flota por encima de la fase sólida es limitada en comparación con la extensión de la superficie de la misma y en cualquier caso en esencia solamente viene determinada por la necesidad de mantener siempre "cubierta" la fase sólida por la fase líquida.

10. En un aparato construido de conformidad con las figuras 1 y 2, con una cámara de 500 mm de longitud lateral y aproximadamente 200 mm de longitud utilizable, se realizó entre otras la siguiente operación:

Producción de polímeros de condensación altamente dispersos a base de urea y formaldehído, con  $30 \text{ m}^2/\text{g}$  de superficie específica y densidad aparente de 40 g/litro, como sigue:

15. Un precondensado de urea formaldehído se mezcló continuamente a través de la tobera 10, en la relación de pesos de 2,93:1, con solución de ácido sulfámico y se inyectó en la cámara 1 precalentada a la temperatura de  $65^\circ\text{C}$ , en donde la velocidad de avance de las cintas alcanzadas aproximadamente 1 m/hora. Se podía renunciar a un tiempo de permanencia del gel en la torre de maduración.

20. En el mismo aparato también podrían realizarse entre otras las siguientes operaciones:

Producción de una gel de sílice:

25. En la tobera mezcladora 10 se mezclan en la relación volumétrica de 1:4 ácido sulfurico frio al 30% y una solución de silicato sódico y se inyectan en la cámara, cuya temperatura se mantiene por ejemplo a aproximadamente  $120^\circ\text{C}$

414086

- 11 -



15/3

mediante vapor sobrecalentado y cuyo avance se ajusta aproximadamente a 50 cm/hora. Con ello se forma un gel sólido que no necesita ya ser tratado posteriormente en una torre de maduración.

5.

= . =

#### REIVINDICACIONES

10. Descrito el objeto del presente invento se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones, con prioridad de la solicitud de patente suiza Serial nº 6329/72 del 27 de Abril de 1972.

15. 1.- Instalación para la transformación de fases líquidas de sustancias no metálicas, en especial polimerizables o cristalizables, en una fase sólida, con una cámara de reacción bajo la forma de un cuerpo hueco en forma tubular mantenido verticalmente, en cuyo extremo superior se aduce la fase líquida y en cuyo extremo inferior se evacua continuamente la fase sólida, caracterizado por que la cámara de reacción (1) está rodeada, al menos en la zona superior que contiene la fase líquida, por una

20. envolvente (5) de sección transversal poligonal, en donde cada uno de los tramos de pared de la cámara de sección transversal correspondientemente poligonal está constituido por un ramal (2), que se aplica sobre el correspondiente tramo de envolvente, de una cinta sin fin

25. (4), la cual con su indicado ramal (2) se mueve continuamente hacia abajo, siendo accionada sincrónicamente con cada una de las restantes cintas.

2.- Instalación de conformidad con la reivindicación 1, caracterizada porque las cintas presentan un accio-



414086

- 12 -



1973

namiento común.

3.- Instalación de conformidad con la reivindicación 1 ó 2, caracterizada porque los tramos de pared de la envolvente (5) son caldeados o refrigerables.

5. 4.- Instalación de conformidad con una de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizada porque por debajo de la cámara (1) se dispone un dispositivo de trituración (11) para la fase sólida.

10. 5.- Instalación para la transformación de fases líquidas de sustancias no metálicas, en especial polimerizables o cristalizables, en una fase sólida.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 12 páginas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

15.

Madrid, a 26 Abril de 1973

JAIME ISERN

P.a. p.p.

  
Firmado: JOSÉ F. NIETO

414086

414086

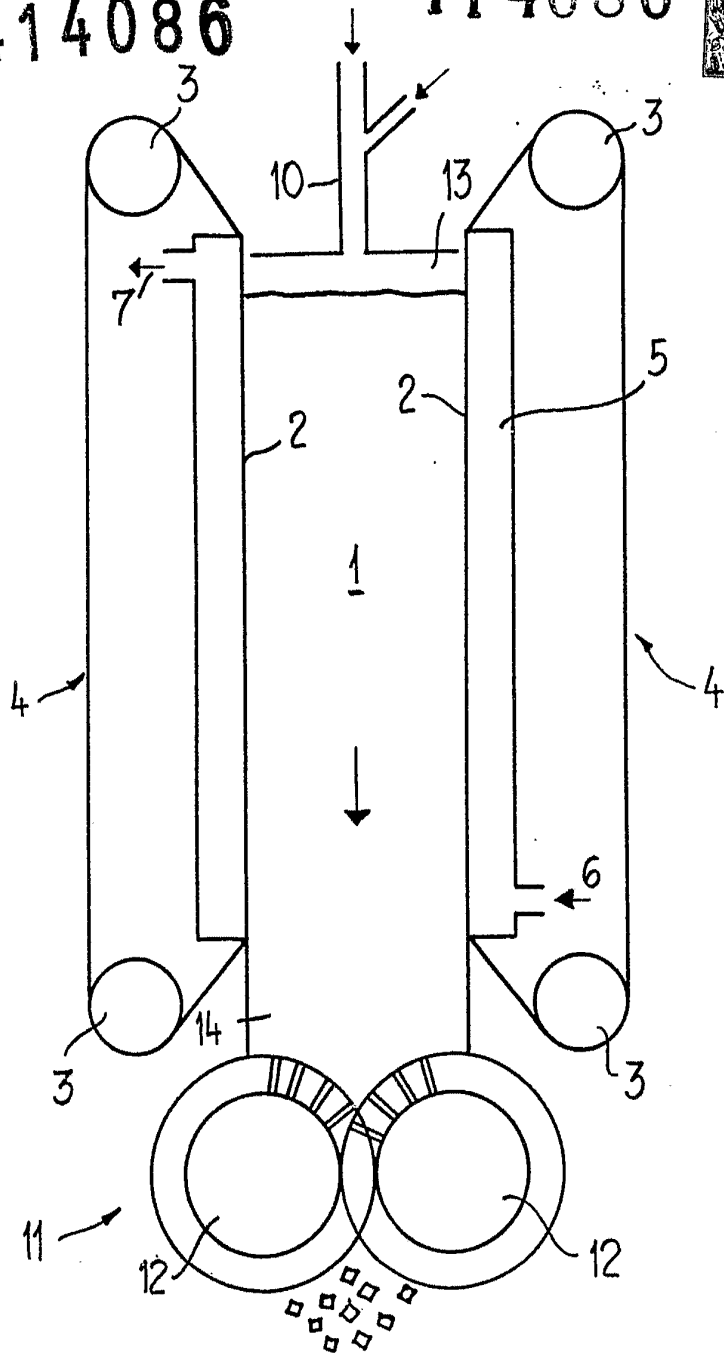


Fig. 1

MADRID, a 26 ABR. 1973

p. a. JAIME ISERN  
p. p.

Firmado: JOSE F. NIETO

414086

414086

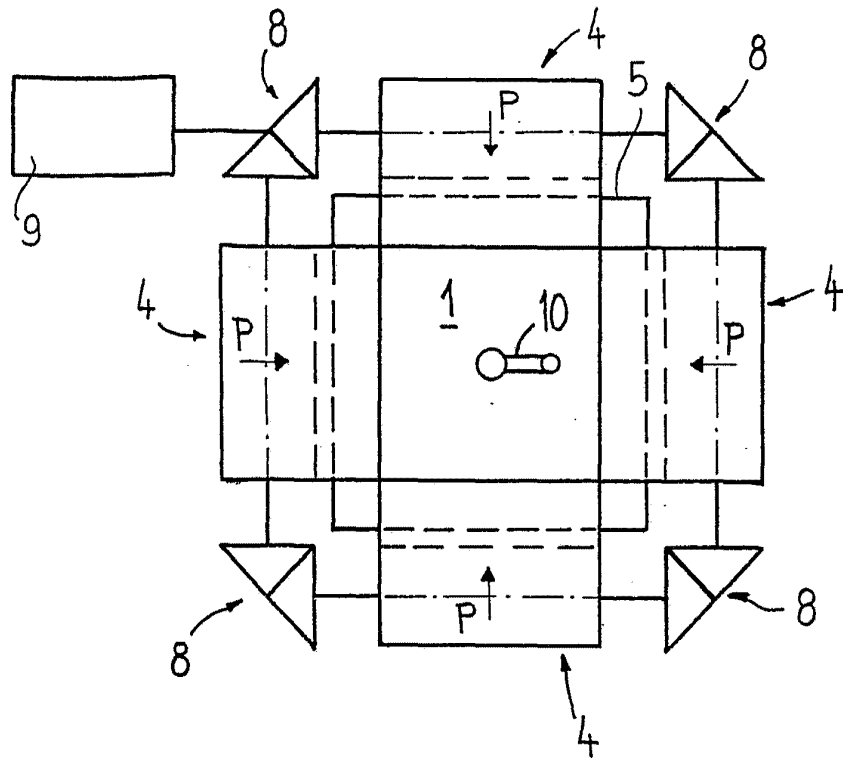


Fig.2

MADRID, a 26 ABR. 1973

p. a.

JAIME ISERN

p. p.

Firmado: JOSE F. NIETO