



ESPAÑA

Concedido el Registro de acuerdo con los artículos 1 y 2 del presente decreto de acuerdo con el contenido de la Memoria adjunta.

NUMERO	482.758
FECHA DE PRESENTACION	23-7-1979

ES

AI

PATENTE DE INVENCION

<p>30 PRIORIDADES:</p> <p>31 NUMERO</p> <p>78-22883</p>	<p>32 FECHA</p> <p>24 Julio 1978</p>	<p>33 PAIS</p> <p>Francia</p>
---	--------------------------------------	-------------------------------

*COPF 2/10, COPF 2/50 // CO2B 1/20*

47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
------------------------	--------------------------------	--------------------------------------

54 TITULO DE LA INVENCION

"UN PROCEDIMIENTO DE PREPARACION DE SOLUCIONES ACUOSAS DE MONOMEROS INSATURADOS OLEFINICAMENTE"

71 SOLICITANTE (S)

RHONE-POULENC INDUSTRIES (R 2617 AZ)

DOMICILIO DEL SOLICITANTE

22, avenue Montaigne, 75-París (8ème), Francia.

72 INVENTOR (ES)

Jean BOUTIN, Bernard GUENOT y Bruno JAMET

73 TITULAR (ES)

74 REPRESENTANTE

DON OSCAR DE ELZABURU FERNANDEZ (P.-71.943)

jga

POOR QUALITY

La presente invención se refiere a un procedimiento de preparación de soluciones de monómeros destinados en especial a la fabricación de polímeros orgánicos utilizables, por ejemplo, como floculantes.

5 Es bien conocido preparar floculantes por fotopolimerización de monómeros acrílicos, en especial de acrilamida, metacrilamida, ácidos acrílico o metacrílico eventualmente salificados, y sales de amonio derivadas de (met)acrilatos de dialcoholaminoalcoholo.

10 Se requiere habitualmente de estos floculantes orgánicos que sean solubles en agua, que tengan un peso molecular alto (por tanto una viscosidad intrínseca alta), que se disuelvan rápidamente en el agua, y que no dejen residuo insoluble cuando se disuelvan.

15 Sobre el plan del procedimiento de preparación de estos floculantes orgánicos, se busca a este respecto que la polimerización tenga lugar de modo continuo con soluciones tan concentradas como sea posible, pero buscando también evacuar del mejor modo posible las calorías que se desprenden durante la fotopolimerización.

20 Estas exigencias diversas, y otras más han conducido a preparar polímeros orgánicos floculantes por un procedimiento en el que una solución acuosa de monómeros que contienen un fotoiniciador se deposita en capa delgada sobre un soporte móvil y se somete allí, de modo continuo, a irradiación por rayos ultravioleta (UV).

25 La realización de la solución acuosa de monómeros con anterioridad a la irradiación plantea algunos problemas técnicos. En efecto, además de la disolución propiamente dicha de los monómeros en el agua, es necesario in-

corporar a dichas soluciones un fotoiniciador y, en ciertos casos, un agente alcalino tal como la sosa para aumentar el pH de dichas soluciones.

5 Además, cuando se busca irradiar en ausencia de oxígeno, es necesario privar a estas soluciones de monómeros, del oxígeno disuelto que pueden contener (este oxígeno ha sido introducido frecuentemente con anterioridad y voluntariamente, con un contenido elevado, con el objeto de bloquear la polimerización en el momento del almacenamiento previo).

10 Si la realización de tales soluciones de monómeros se efectúa sin precaución especial o según modalidades inadecuadas, pueden intervenir diversas consecuencias nefastas: los monómeros sensibles a la acción de los agentes alcalinos pueden comenzar a saponificarse, lo que conduce a productos floculantes de calidad poco constante o mal determinada; las soluciones mal desoxigenadas corren el riesgo de ser difícilmente polimerizables; finalmente, y sobre todo, existe a la inversa el riesgo de polimerizaciones prematuras e intempestivas en el interior del aparato, siendo estas polimerizaciones tanto más peligrosas porque son propagativas; estas polimerizaciones prematuras e intempestivas son asimismo tanto más nefastas ya que, estando dispuesta la instalación y lista para operar de modo continuo, existe el riesgo de bloqueo de toda la instalación, en especial por obstrucción de las canalizaciones; estas polimerizaciones prematuras e intempestivas pueden no desencadenarse mas que tardíamente (por ejemplo después de varios días de funcionamiento); por consiguiente es particularmente necesario suprimir toda causa que tienda, poco o mucho,

a iniciar o favorecer estas polimerizaciones prematuras.

Hasta el presente los principales medios utilizados para la realización de soluciones acuosas de monómeros son, por una parte, la mezcla directa de los constituyentes de estas soluciones, y por otra parte, la utilización de una serie de mezcladores sucesivos.

Pero la mezcla directa no conviene cuando se ha preparado por anticipado una solución acuosa de monómero y cuando, para poder almacenarla sin polimerización prematura, se ha oxigenado esta solución acuosa.

La utilización de una serie de mezcladores sucesivos a pesar de sus ventajas (mezcla perfecta de un reactivo antes de la adición del reactivo siguiente), tiene diversos inconvenientes, en especial el tamaño excesivo de la instalación empleada, el tiempo de permanencia demasiado largo de los reactivos; la utilización de agitadores o cualquier otro sistema de piezas metálicas móviles no es tampoco oportuno porque puede favorecer las polimerizaciones prematuras.

Un objeto de la invención es proporcionar un procedimiento perfeccionado de preparación de polímeros orgánicos por irradiación UV.

Otro objeto de la invención es remediar los inconvenientes de los procedimientos conocidos.

Otro objeto de la invención es proporcionar un medio perfeccionado de realizar rápidamente soluciones acuosas de monómeros destinadas a ser sometidas a irradiación UV.

Otro objeto de la invención es proporcionar soluciones de monómeros dispuestas para la irradiación UV.

Otro objeto de la invención es proporcionar soluciones de monómeros bien desoxigenadas y que tienen un pH constante.

5 Otro objeto de la invención es proporcionar soluciones acuosas de monómeros dispuestas para irradiación UV sin utilizar sistemas de agitación mecánica de piezas móviles.

10 Otro objeto de la invención es reducir al mínimo el tiempo de transformación entre la solución acuosa de monómeros estable durante el almacenamiento y la solución acuosa de monómeros dispuesta para la polimerización.

Otros objetos de la invención aparecerán todavía en el curso de la descripción que sigue.

15 Se ha encontrado en la actualidad que se podían alcanzar estos fines gracias al procedimiento que constituye el objeto de la invención. Este procedimiento es un procedimiento de preparación de soluciones acuosas de monómeros insaturados olefinicamente, destinadas a ser sometidas, de preferencia de modo continuo, a irradiación UV  
20 al estado de capa delgada, y este procedimiento está caracterizado porque una solución acuosa de dichos monómeros se introduce por la parte superior de una columna, porque se introduce en esta misma columna un fotoiniciador, porque se introduce por la parte inferior de esta columna un  
25 gas inerte, porque en la columna el gas circula de modo ascendente y los líquidos de modo descendente, y porque el gas inerte sale por la parte alta de la columna y la solución de monómero dispuesta para el uso (es decir dispuesta para la irradiación UV) se retira de la parte inferior de la columna.

La columna utilizada en el procedimiento de la invención es, de preferencia, una columna de relleno.

5 La solución acuosa de monómeros que se introduce por la parte superior de la columna es generalmente una solución sencilla que comprende esencial y simplemente el agua y los monómeros; lo más frecuente es que se trate de una solución estable durante el almacenamiento, es decir que posee un elevado contenido de oxígeno disuelto, generalmente próximo a la saturación.

10 Cuando es deseable tener una solución de monómeros con un pH alcalino determinado, el procedimiento de la invención es completado porque se introduce por la parte superior de la columna una solución acuosa de agente alcalino, y el pH de la solución dispuesta para la fotopolimerización  
15 retirada de la parte inferior de la columna se mide continuamente y porque un sistema de dependencia regula el caudal de solución acuosa de agente alcalino para fijar el pH en el valor deseado.

20 Como agente alcalino se utilizan de preferencia hidróxidos, en especial de sodio (sosa), de potasio (potasa), o de amonio (amoníaco); también se pueden utilizar sales alcalinas.

25 El fotoiniciador se introduce en la columna generalmente en forma de solución; puede ser introducido por la parte superior de la columna pero, preferentemente, se introduce en la mitad inferior de la parte de la columna provista de relleno; de cualquier manera se prefiere introducirlo en la columna por encima de la parte baja del relleno, a una altura correspondiente por lo menos a la quinta parte de la altura total de este relleno.

La columna de relleno puede ser de cualquier tipo conocido. No obstante se prefiere una columna instalada y utilizada de tal modo que su retención esté comprendida entre el 5 y el 50% del volumen de la columna en las zonas que comprenden el relleno y situada por encima del relleno, de preferencia entre 10 y 40%. La retención de la columna es la cantidad de líquido presente, durante la destilación, en las partes de la columna que comprenden el relleno y situadas por encima de este relleno.

Además, se prefiere utilizar columnas desprovistas de zonas muertas, es decir zonas donde un líquido puede estancarse. Como relleno se puede utilizar, por consiguiente, cualquier relleno que asegure a la vez un buen contacto gas-líquido, una ausencia de zonas muertas y que permita una buena circulación de los líquidos y de los gases; son especialmente utilizables los rellenos de materiales no porosos tales como, por ejemplo, el vidrio, las poliolefinas, las polifluorocolefinas, las poliamidas, los poliésteres, los policarbonatos, o las polisulfonas; como formas de relleno especialmente utilizables se pueden citar, a título de ejemplo, las bolas, las espirales, los cilindros de paredes parcialmente vaciados, y los arrollamientos en hélice.

El conjunto del relleno reposa adecuadamente sobre una rejilla que permite mantenerlo en su lugar; las mallas de esta rejilla tienen una dimensión mínima que es, por lo general, superior a 0,5 mm, y de preferencia, superior a 3 mm.

Según una variante preferente, el relleno comprende en su parte superior elementos finos (relleno fino) y

en su parte inferior elementos de mayor tamaño (relleno grueso). Estas dos partes pueden estar dissociadas (es decir separadas por una zona sin relleno). El relleno grueso tiene un tamaño generalmente superior en 1,2 veces al relleno fino, y de preferencia superior en 1,5 a 5 veces. No obstante, se pueden utilizar también dos rellenos que tengan elementos del mismo tamaño.

Las paredes de la columna de relleno son ventajosamente lisas por el interior; se prefiere también que sean opacas o que se hagan opacas; si están constituidas por una materia transparente se prefiere entonces recubrirlas con una materia opaca, negra por ejemplo, provistas, llegado el caso, de mirillas móviles (es decir que pueden abrirse o cerrarse). Como material apropiado para la columna de relleno se pueden citar, a título de ejemplo, el vidrio y las materias polímeras (incluyendo esta expresión los policondensados).

Según una modalidad preferida pero no obligatoria, la alimentación de los diversos líquidos y gas en la columna se hace por tubuladuras que se sumergen, es decir que tienen un extremo que penetra en el interior de la columna, y dirigidas hacia abajo.

Sobre el plan de funcionamiento, se tiende a respetar todavía ciertas otras condiciones operatorias. Es así como se hace generalmente que el espacio situado justamente por debajo de la rejilla que soporta el relleno esté provisto de una fase gaseosa (incluyendo esta expresión los vapores); en estas condiciones, descendiendo por la columna se encuentra sucesivamente: el relleno, la rejilla, una zona provista de una fase gaseosa, y después, en el fondo de

la columna, una fase líquida que consta de la solución de monómero dispuesta para la irradiación UV. Se prefiere además que la parte superior del relleno no esté recubierta por una fase líquida.

5 También se prefiere que la alimentación de la banda móvil en solución dispuesta para la irradiación UV después de la columna de relleno se haga sin bomba. Esto se obtiene adecuadamente por una canalización acodada que constituye un sistema de tipo sifón que funciona como rebosadero; en tal sistema, el fondo de la columna de relleno está ocupado por la solución dispuesta para la irradiación UV y esta solución es retirada permanentemente por medio de un tubo acodado, estando la parte superior del codo a una altura inferior a la de la rejilla que soporta el relleno, lo que permite mantener una fase gaseosa sobre esta rejilla; además los diámetros de los tubos se ajustan de modo que la circulación del líquido en el tubo acodado no se haga de golpe, sino de manera regular.

10 Se ha representado en la figura adjunta uno de los dispositivos posibles que permiten la realización del procedimiento según la invención.

15 En este dispositivo la columna (1) está provista de un relleno (2) y de un relleno (3). El relleno (2) puede ser fino y el relleno (3) puede ser grueso; pero se puede utilizar también un mismo relleno en (2) y en (3). Por la parte superior de la columna, se alimenta en (4) una solución acuosa de monómeros insaturados olefinicamente que contiene oxígeno disuelto; en (5) se alimenta sosa; en (6) se alimenta el fotoiniciador; en (7) se alimenta nitrógeno que sale de la instalación en (8); la rejilla (9) soporta la

parte inferior (3) del relleno; puesto que el relleno está en este caso netamente separado en dos partes distintas, una segunda rejilla (10) soporta la parte superior del relleno. La parte inferior de la columna comprende una fase gaseosa (11) y, abajo del todo, la solución (12) dispuesta para la irradiación UV. El tubo acodado (13) asegura la circulación de esta solución en la dirección (14) de la cubierta móvil sobre la que se efectuará la fotopolimerización UV en capa delgada. El dispositivo (16) permite por una parte medir el pH de la solución (12) y, a continuación de esta medida, regular la introducción de sosa (solución acuosa) en (5) por medio de la válvula (15).

El nitrógeno puede ser reemplazado por cualquier gas inerte, por ejemplo el argón. Los caudales respectivos de nitrógeno y de líquidos se escogen de modo que el contenido de oxígeno disuelto en la solución dispuesta para la irradiación sea generalmente inferior al 0,1% de la saturación, de preferencia inferior al 0,01% o, incluso mejor, inferior al 0,005% (porcentajes en peso).

Los monómeros insaturados olefínicamente utilizados son monómeros acrílicos en, por lo menos, un 50% en peso, de preferencia por lo menos 80% en peso.

Como monómeros especialmente utilizables en la invención se pueden citar especialmente la acrilamida, la metacrilamida, los ácidos acrílico, metacrílico, metalil sulfónico, vinilbenceno-sulfónico y sus sales ó esterés, en especial las sales alcalinas; la N-vinilpirrolidona; la metil-2-vinil-5-piridina y los acrilatos y metacrilatos de aminoalcohol, estando estos compuestos de preferencia cuaternizados y teniendo, llegado el caso, de preferencia de

4 a 16 átomos de carbono en la parte de aminoalcoholo cuaternizada; la utilización de estos monómeros aislados o en mezcla, conduce a floculantes homopolímeros o copolímeros, escogiéndose evidentemente la naturaleza y la proporción de estos monómeros de modo que se obtengan polímeros hidrosolubles; así pues el acrilonitrilo y el metacrilonitrilo pueden ser utilizados también como comonómeros, pero se prefiere limitar su contenido con respecto a los otros monómeros a menos del 3% en peso.

Los monómeros preferidos son la acrilamida, el ácido acrílico y sus sales alcalinas y los metacrilatos de dialcoholaminoalcoholo cuaternizados (forma cloruro o sulfato).

La concentración de las soluciones acuosas de monómeros sometidas al procedimiento de la invención y sometidas a irradiación UV está comprendida generalmente entre 30 y 90% en peso.

Con la acrilamida y los acrilatos, (sales metálicas) la concentración está comprendida generalmente entre 30 y 70%, de preferencia entre 30 y 60%.

Con las sales de amonio cuaternizadas, en especial las derivadas de metacrilatos de aminoalcoholo, que estén solas o en mezcla con una acrilamida, la concentración está comprendida generalmente entre 40 y 90% en peso, de preferencia entre 50 y 88%.

Los promotores de fotopolimerización, igualmente llamados fotoiniciadores, son de tipo conocido por sí mismo. Se pueden citar en especial el diacetilo, el dibenzoilo, la benzofenona, la benzoina y sus alcohol-éteres, en especial sus éteres metílico, etílico, propílico, e isopropílico.

co. El contenido de fotoiniciador de la solución de monómeros sometida a fotopolimerización está comprendido generalmente entre 0,005 y 1% en peso del o de los monómeros, de preferencia entre 0,01 y 0,5%. También se pueden utilizar  
5 los coadyuvantes de fotopolimerización antraquinónicos como los descritos en la Patente Francesa 2.327.258.

La invención, por tanto, tiene igualmente por objeto un procedimiento de preparación de polímeros orgánicos utilizables en especial como floculantes, caracterizado por  
10 que se somete a irradiación UV una capa delgada de una solución acuosa tal como se prepara por el procedimiento definido anteriormente en una cualquiera de sus variantes.

Esta irradiación UV se lleva a cabo habitualmente con una radiación de longitud de onda comprendida entre  
15 150 y 500 m $\mu$ , de preferencia entre 300 y 450 m $\mu$ .

La solución acuosa de monómero se deposita sobre un soporte móvil que comprende generalmente una banda sin fin o varias bandas sin fin sucesivas. El espesor de la capa delgada de solución acuosa del medio de fotopolimerización está comprendido generalmente entre 2 y 20 mm, de preferencia entre 3 y 8 mm. El soporte móvil es preferentemente antiadherente; se puede citar como material conveniente como soporte las poliperfluoroolefinas, y los metales recubiertos o no con una película plástica hidrófuga tal como,  
20 por ejemplo, una película de poliéster.

Con el objeto de eliminar el calor producido por la fotopolimerización, es habitual enfriar el soporte móvil de fotopolimerización. Este enfriamiento se efectúa adecuadamente sobre la cara inferior del soporte móvil, de preferencia por irrigación con agua fría. Se mantiene la tem-  
25

peratura del medio de polimerización inferior a aproximadamente 75°C, de preferencia inferior a 65°C. No obstante, se puede abstener de proceder a un enfriamiento en especial cuando una parte importante de los monómeros está ya polimerizada, por ejemplo cuando el contenido de monómero residual es inferior al 10%, y de preferencia inferior a 2% (en peso con respecto a la masa sometida a fotopolimerización).

El pH de las soluciones acuosas de monómeros sometidas a fotopolimerización está comprendido en general entre 4 y 13. El valor más particular del pH depende de diversos factores, en especial de los monómeros particulares empleados y del peso molecular hacia el que se tiende, y también de las impurezas propias de los monómeros. Por lo general elevando el pH se tiende a evitar la reticulación de los pesos moleculares más altos (la reticulación produce fracciones insolubles) pero un pH demasiado elevado no es deseable en especial cuando los monómeros son sensibles a la saponificación.

En el caso en que se preparen polímeros orgánicos aniónicos (cambiadores de cationes, como por ejemplo los copolímeros de acrilamidas y de acrilatos alcalinos), el pH utilizado es por lo general superior a 9 y lo más frecuentes es que sea superior a 10.

Según lo que se ha dicho anteriormente, se somete a fotopolimerización una solución acuosa de monómeros insaturados olefinicamente en las condiciones que han sido definidas. Ha de entenderse no obstante y es bien evidente que es sólo inicialmente cuando el medio de fotopolimerización se encuentra al estado de solución acuosa con la naturaleza y las concentraciones antes definidas; por el contra

rio a medida que tiene lugar el avance de la polimerización el medio de fotopolimerización se hace más y más viscoso hasta transformarse en sólido, y la atmósfera que le circun-  
da debe (según un modo preferente) presentar constantemente  
5 humedad (como se indica más abajo).

La fotopolimerización propiamente dicha puede ser efectuada en una o varias fases; se puede proceder a la irra-  
diación UV hasta que la proporción de monómeros residuales  
haya alcanzado el valor deseado. Al final de la irradiación,  
10 se puede, por ejemplo, irradiar sin enfriar la banda móvil de soporte y en presencia de oxígeno.

La atmósfera que circunda en el medio sometido a fotopolimerización es, al menos en la parte inicial, de pre-  
ferencia húmeda y/o desprovista de oxígeno. Se obtiene una  
15 atmósfera húmeda por ejemplo por barrido con un gas que haya borboteado en el agua o un líquido acuoso. Por atmósfera desprovista de oxígeno, se entiende una atmósfera que tiene menos de 5% en volumen, de preferencia menos de 0,5%, de oxígeno; se obtiene una atmósfera desprovista de oxígeno  
20 por ejemplo por barrido con ayuda de un gas inerte.

Se puede, finalmente, añadir a la solución acuosa de monómero diversos coadyuvantes de polimerización en especial compuestos polihidroxilados y más particularmente compuestos que poseen por lo menos una función ácida o sal  
25 y por lo menos dos funciones alcohol secundario. Los gluconatos alcalinos convienen especialmente bien. Estos compues-  
tos pueden ser añadidos por ejemplo por la parte superior de la columna (con relleno) o en la solución de monómeros introducidos por la parte superior de la columna (con re-  
lleno).

Los floculantes preparados según la invención son muy útiles en el campo del tratamiento de aguas y de efluentes.

5 El ejemplo siguiente, dado a título no limitativo, ilustra la invención y muestra como puede ser puesta en práctica.

#### EJEMPLO

10 Se utiliza una columna tal como la de figura. Su diámetro es de 15 cm y su altura de 185 cm.

La altura del relleno superior es de 100 cm.

La altura del relleno inferior es de 20 cm.

Está revestida por una película negra.

15 En la parte superior así como en la parte inferior, el relleno es de vidrio y está constituido por arrollamientos en hélice de forma general cilíndrica, que tienen 9 mm de diámetro.

20 Por la parte superior de la columna se introducen 369 litros/hora de una solución de monómero obtenida a partir de 1364 kg de agua desmineralizada, 351 kg de ácido acrílico (pureza 97%, siendo el resto agua), 378 kg de solución acuosa de sosa cáustica (concentración 50% en peso), 950 kg de acrilamida y 34 kg de glicerina.

25 Se introduce por la parte superior de la columna una solución acuosa al 50% en peso, y se regula el pH a 11.

Entre los dos rellenos se introduce una solución de fotoiniciador (0,45 kg de éter isopropílico de la benzoina en 13 kg de metanol), a razón de 2,1 litros/hora.

El caudal de nitrógeno introducido por la parte inferior de la columna es de 4,5 m<sup>3</sup>/hora. El contenido de

oxígeno de la solución de monómeros introducida por la parte superior de la columna corresponde a la saturación mientras que en la parte baja de la columna la solución dispuesta para la fotopolimerización posee un contenido de oxígeno inferior o igual a 0,2 ppm (partes por millón).

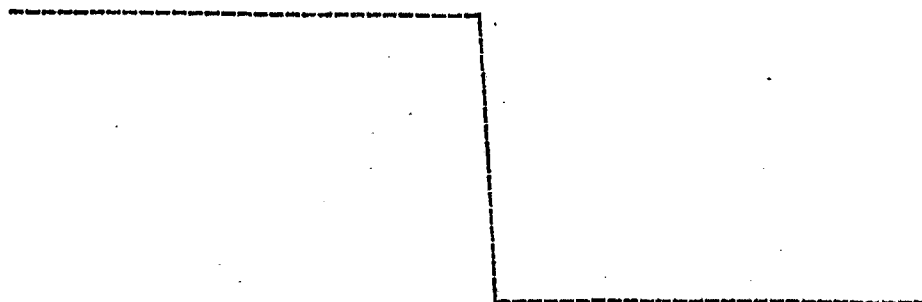
La temperatura es la temperatura ambiente (aproximadamente 23°C).

No se produce polimerización prematura alguna incluso en funcionamiento continuo y prolongado. El aparato tiene, por consiguiente, un tamaño pequeño y la solución de monómero a la salida de la instalación posee un contenido de oxígeno muy pequeño.

En el interior de la columna el líquido no recubre el relleno superior y tiene, en la parte inferior de la columna, el reparto indicado en la figura.

La solución de monómero que sale de la instalación y que está dispuesta para la fotopolimerización, se reparte seguidamente en capa delgada (espesor 4,5 mm) sobre una banda móvil y se irradia por rayos ultravioleta (lámparas de mercurio de baja presión), en una anchura de 1,08 m, durante 15 minutos.

Después de secar y triturar, se obtiene un copolímero soluble en agua que tiene una viscosidad intrínseca de 18 dl/g.



REIVINDICACIONES

5

Los puntos de invención propia y nueva, que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

10

1ª. Un procedimiento de preparación de soluciones acuosas de monómeros insaturados olefinicamente destinadas a ser sometidas a irradiación UV al estado de capa delgada, caracterizado porque una solución acuosa de dichos monómeros se introduce por la parte superior de una columna, porque se introduce en esta misma columna un fotoiniciador, porque se introduce por la parte inferior de esta columna un gas inerte, porque en la columna el gas circula de modo ascendente y los líquidos de modo descendente, y porque el gas inerte sale por la parte superior de la columna y la solución de monómeros dispuesta para la irradiación UV se retira de la parte inferior de la columna.

15

20

2ª. Un procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque la columna es una columna de relleno,

25

3ª. Un procedimiento según una de las reivindicaciones 1ª ó 2ª, caracterizado porque la solución acuosa de monómero introducida por la parte superior de la columna comprende agua, los monómeros y un contenido elevado de oxígeno disuelto.

30  
14069

4ª. Un procedimiento según una de las reivindicaciones 1ª a 3ª, caracterizado porque se introduce por la

parte superior de la columna una solución acuosa de un agente alcalino, de preferencia un hidróxido, porque el pH de la solución dispuesta para la fotopolimerización retirada de la parte inferior de la columna se mide continuamente, y porque un sistema de dependencia regula el caudal de solución acuosa de agente alcalino de manera que se fija el pH.

5  
10  
5ª. Un procedimiento según una de las reivindicaciones 2ª a 4ª, caracterizado porque la retención de la columna está comprendida entre 5 y 50%, de preferencia entre 10 y 40%, del volumen de la columna en las zonas que comprenden el relleno y situada por encima del relleno.

15  
6ª. Un procedimiento según una de las reivindicaciones 2ª a 5ª, caracterizado porque la columna es de un material liso interiormente, opaco o hecho opaco, porque la columna está desprovista de zonas inertes, porque el relleno es de un material no poroso, y porque el relleno reposa sobre una rejilla.

20  
7ª. Un procedimiento según una de las reivindicaciones 2ª a 6ª, caracterizado porque bajo la rejilla que soporta el relleno, se encuentra una zona provista de una fase gaseosa, y después, en el fondo de la columna, la solución dispuesta para la irradiación UV, y porque esta solución se retira sin bomba por una canalización acodada.

25  
8ª. Un procedimiento según una de las reivindicaciones 1ª a 7ª, caracterizado porque la solución de monómero dispuesta para la irradiación UV, posee un contenido de oxígeno inferior a 0,01% de preferencia inferior a 0,005%.

30  
9ª. Un procedimiento según una de las reivindicaciones 1ª a 8ª, caracterizado porque el ó los monómeros

1 insaturados olefinicamente se escogen en el grupo que comprende acrilamida, metacrilamida, los ácidos acrílico, metacrílico y sus sales o ésteres; los acrilatos y los metacrilatos de aminoalcohilo cuaternizados.

5 10ª.- Un procedimiento según una de las reivindicaciones 1ª a 9ª, caracterizado porque la concentración de las soluciones de monómero está comprendida entre 30 y 90% en peso, estando comprendida la concentración de fotoiniciador entre 0,005 y 1% en peso, de preferencia entre 0,01 y 0,5%.

10 11ª.- Un procedimiento de preparación de soluciones acuosas de monómeros insaturados olefinicamente.

15 Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en los dibujos que se acompañan y con los fines que se han especificado.

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

Madrid, 28.ABR.1980

P.A.

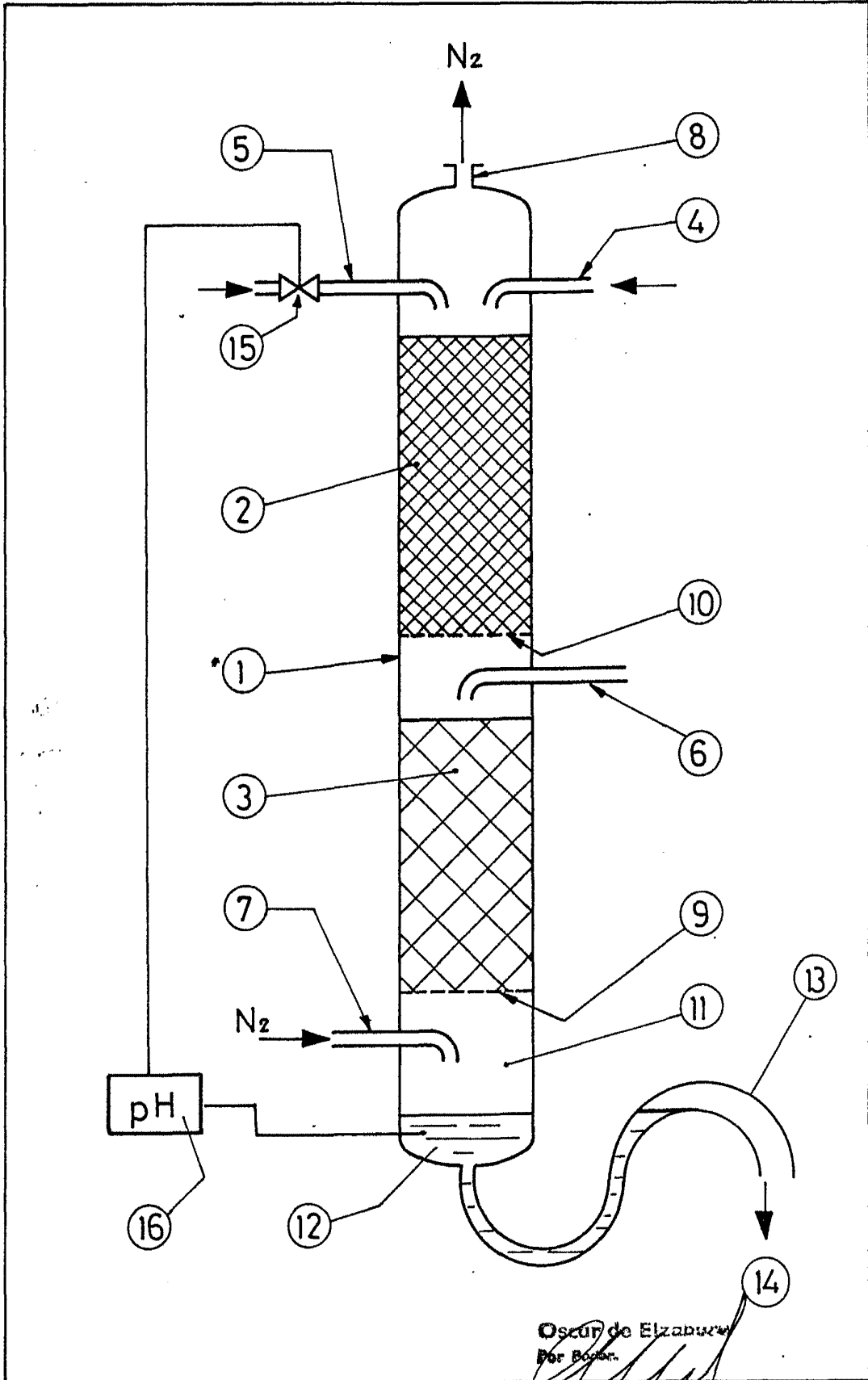
Oscar de Elizaburu  
Por Poder.



25

11040

JL/.



Oscar de Elzaburu  
Por Bazar.