

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 369 940**

51 Int. Cl.:
B01J 19/00 (2006.01)
B01J 19/18 (2006.01)
C08F 6/00 (2006.01)
C08F 2/01 (2006.01)
C08F 2/36 (2006.01)
C08F 20/10 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **07814482 .1**
96 Fecha de presentación: **28.08.2007**
97 Número de publicación de la solicitud: **2057197**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **13.05.2009**

54 Título: **PROCESO DE POLIMERIZACIÓN EN MASA EN UN REACTOR DE BUCLE DE RECIRCULACIÓN.**

30 Prioridad:
30.08.2006 US 841079 P
23.10.2006 US 853578 P

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
09.12.2011

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
09.12.2011

73 Titular/es:
INTERTAPE POLYMER CORP.
3647 CORTEZ ROAD WEST
BRADENTON FL 34210, US

72 Inventor/es:
BARBIERI, Mark, D.;
ST. COEUR, Richard, W.;
TYNAN, John, K., Jr. y
LEWANDOWSKI, Mark, A.

74 Agente: **Arias Sanz, Juan**

ES 2 369 940 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Proceso de polimerización en masa en un reactor de bucle de recirculación

5 Antecedentes de la invención

Esta solicitud se refiere a procesos de polimerización en masa continua y a los aparatos asociados para la preparación de composiciones poliméricas utilizando un sistema de reactor de bucle de recirculación tubular y, más particularmente, a un proceso de polimerización en masa continua y a los aparatos asociados para la preparación de composiciones poliméricas, tales como adhesivos, utilizando un reactor de bucle de recirculación tubular que incluye un extrusora de rodillos planetarios (ERP).

En la técnica se conocen procesos de polimerización en masa convencionales para la producción de adhesivos por polimerización. Uno de tales procesos incluye un reactor de tanque agitado que tiene una camisa de refrigeración para eliminar el calor del recipiente generado en el mismo durante la reacción exotérmica. Dichos procesos convencionales han resultado de algún modo eficaces a bajas velocidades de conversión. Sin embargo, a altas velocidades de conversión y ante las altas viscosidades asociadas, las superficies de transferencia de calor muchas veces se ensucian perdiendo así el control de la temperatura y facilitando reacciones incontroladas. La obligación de que las velocidades de conversión sean bajas no ha ofrecido ninguna solución económica al problema ya que el exceso de monómero utilizado en las operaciones de conversión baja hay que retirarlo después del polímero mediante, por ejemplo, técnicas de secado, de desvolatilización y análogos, lo cual añade un paso más al proceso con sus costes asociados.

En la patente US 4 324 868 A se divulga un proceso y un aparato para la preparación de polímeros de vinilo mediante la polimerización continua en masa o en solución.

En la patente US 3 551 396 A se divulga un proceso de polimerización vinílica continua en un medio líquido.

En la patente DE 196 38 094 A se divulga un proceso de polimerización continua para formar polímeros de metacrilato de metilo.

En la patente US 4 209 599 A se divulga un proceso para la polimerización en masa continua de monómeros olefinicamente insaturados en presencia de un iniciador de la polimerización.

En la patente WO-A-2007/087465 se divulga un proceso de polimerización en masa continua realizada en una extrusora de rodillos planetarios.

Conforme a la presente invención, se presenta un proceso de reactor de bucle de recirculación que consiste en los pasos siguientes:

40 a) introducir un material de alimentación que contiene al menos un monómero y al menos un iniciador activable en un reactor de bucle en el que hay un material parcialmente polimerizado recirculando a su través para formar una mezcla polimerizable;

45 b) calentar la mezcla del paso a) a por lo menos la temperatura de activación del iniciador de la reacción para polimerizar el monómero y el material parcialmente polimerizado y formar un producto intermedio polimerizado;

50 c) hacer circular una porción del producto intermedio polimerizado de paso b) a través de un reactor de bucle al tiempo que se enfría a una temperatura inferior a la temperatura de activación del iniciador a un flujo predeterminado;

55 d) mezclar el material circulante refrigerado del paso c) con un material de alimentación adicional para polimerizar aún más el monómero y el producto intermedio polimerizado;

e) dirigir la porción restante del producto aún más polimerizado a una corriente para extraerlo del reactor de bucle; y

60 f) someter a la porción restante del producto intermedio polimerizado a una reacción adicional en una extrusora de rodillos planetarios para reducir el monómero que no haya reaccionado y formar un producto polimerizado,

en donde el al menos un iniciador activable se utiliza en una cantidad de un 0,002 a un 2,0% en peso en base al peso total del al menos un monómero.

65

Preferentemente, el paso (a) se lleva a cabo en una extrusora de rodillos planetarios ubicada en el reactor de bucle.

Convenientemente, el producto polimerizado es una composición autoadhesiva que comprende el producto de una reacción de polimerización de al menos un monómero de acrilato de alquilo.

5 Convenientemente, dicha extrusora de rodillos planetarios comprende una pluralidad de secciones de mezcla que incluyen un husillo principal rodeado por e interconectado a una pluralidad de husillos planetarios.

10 Convenientemente, la cantidad de la porción de recirculación y la de la porción restante se regula a través de una bomba de engranajes en la corriente de extracción.

Más preferiblemente, el al menos un iniciador activable se utiliza en una cantidad de entre un 0,01 y un 1,0% en peso en base al peso total del al menos un monómero.

15 En un aspecto, un proceso de polimerización en un reactor de bucle de recirculación tubular puede consistir en los pasos de (a) preparar un material de alimentación mezclando al menos un monómero con al menos un iniciador, cuya activación comience cuando el iniciador se caliente a una temperatura superior a la temperatura de activación, (b) calentar la mezcla a por lo menos la temperatura de activación del iniciador para producir un producto intermedio parcialmente polimerizado, (c) recircular una porción del producto intermedio parcialmente polimerizado por el reactor de bucle, (d) dirigir la porción restante del producto intermedio polimerizado a una corriente para su extracción del reactor de bucle, (e) enfriar el producto intermedio recirculante a una temperatura inferior a la temperatura de activación del iniciador, (f) mezclar el producto intermedio recirculante con un material de alimentación adicional, (g) extraer opcionalmente el monómero que no haya reaccionado de la porción restante del producto intermedio polimerizado mediante técnicas de secado, desvolatilización, o análogas, y (h) opcionalmente poner la porción restante en un material en forma de red.

20 En una realización de la invención, se utilizan mezcladores estáticos en el reactor de bucle para mezclar el material de alimentación y mezclar el material de alimentación mezclado con el producto intermedio parcialmente polimerizado recirculado. En otra realización, para este fin se utiliza una extrusora de rodillos planetarios en el reactor de bucle.

30 Los mezcladores estáticos pueden resultar convenientes para su uso en el reactor de bucle ya que, comparativamente, pueden recibir grandes volúmenes de reactivos y proporcionar así el tiempo de residencia necesario para obtener el grado de conversión al polímero deseado en una etapa particular en el reactor de bucle. No obstante, dado que los reactivos se polimerizan en el mezclador estático, su peso molecular y su viscosidad de fusión aumentan. Esto puede hacer que al material polimerizado le resulte más difícil circular a través del reactor de bucle. En una realización, se ha visto que lo mejor es reemplazar uno (o más) de los mezcladores estáticos del reactor de bucle por un mezclador dinámico como, por ejemplo, una extrusora de husillo doble o una extrusora de rodillos planetarios (ERP). Aunque un mezclador dinámico, por ejemplo una ERP, normalmente tiene un volumen de residencia menor que los mezcladores estáticos, imparte un adelgazamiento por corte a la mezcla de reacción que reduce la viscosidad de fusión de la mezcla de reacción haciendo así que resulte más fácil mover el material polimerizado a través del reactor de bucle. También resulta conveniente un mezclador dinámico, como una ERP, dado que mezcla de manera eficaz los reactivos y reduce acumulaciones localizadas de monómero sin reaccionar en la masa de reacción.

40 Según esto, otro proceso para la preparación de un material polimérico utilizando un reactor de bucle puede consistir en los pasos de (a) introducir un material de alimentación que contenga al menos un monómero y al menos un iniciador activable en un mezclador dinámico como, por ejemplo, una extrusora y, más concretamente, una extrusora de rodillos planetarios ubicada en un bucle de reacción, (b) introducir un producto intermedio parcialmente polimerizado en el mezclador dinámico para formar una mezcla polimerizable, (c) calentar la mezcla del paso (b) a, por lo menos, la temperatura de activación del iniciador para polimerizar el monómero presente en el material de alimentación con el producto intermedio polimerizado, (d) recircular una primera porción del producto del paso (c) en el reactor, (e) dirigir la porción restante del producto del paso (c) a una corriente para su extracción del reactor de bucle y (f) mezclar la porción recirculante del producto del paso (c) con un material de alimentación adicional.

45 En otra realización, el paso (d) incluye además el paso de (g) enfriar el producto del paso (c) a una temperatura inferior a la temperatura de activación del iniciador. En otra realización, el proceso incluye adicionalmente el paso opcional de (h) someter a la porción restante del material parcialmente polimerizado a una reacción adicional para polimerizar aún más el material polimerizado antes de su extracción en el paso (e). En otra realización, el proceso incluye adicionalmente el paso de (i) extraer el monómero sin reaccionar de la porción restante mediante técnicas de secado, de desvolatilización, o análogas, antes de la extracción. En otra realización más, el proceso puede incluir adicionalmente el paso de (j) colocar el producto polimerizado en un material en forma de red.

50 En otro aspecto de la invención, se utiliza una combinación de un reactor de bucle de recirculación y un mezclador dinámico como, por ejemplo, una extrusora y, más concretamente, una extrusora de rodillos planetarios, para la preparación de un material polimérico que consiste en los pasos de (a) introducir un material de alimentación que

5 contenga al menos un monómero y al menos un iniciador en un reactor de bucle que tenga un producto intermedio
parcialmente polimerizado recirculando a su través para formar una mezcla polimerizable, (b) calentar la mezcla del
paso (a) a una temperatura al menos igual a la temperatura de activación del iniciador para polimerizar el monómero
con el producto intermedio parcialmente polimerizado (c) hacer circular el producto intermedio polimerizado del paso
5 (b) a través del reactor enfriándolo al mismo tiempo a una temperatura inferior a la temperatura de activación del
iniciador, (d) mezclar el producto intermedio polimerizado recirculante y enfriado del paso (c) con un material de
alimentación adicional para polimerizar aún más el monómero con el producto intermedio, (e) extraer una porción del
material aún más polimerizado del reactor de bucle y (f) someter al material polimérico aún más polimerizado a una
10 reacción adicional en una extrusora de rodillos planetarios para reducir el monómero sin reaccionar. En otra
realización, el proceso incluye adicionalmente el paso de (g) extraer el monómero sin reaccionar mediante técnicas
de secado, de desvolatilización, o análogas. En otra realización más, el proceso puede incluir adicionalmente el paso
de (h) colocar el producto polimerizado en un material en forma de red.

15 En otro aspecto, y según el proceso previamente mencionado, se fabrica una composición autoadhesiva que es el
producto de reacción de al menos un monómero de acrilato de alquilo que tiene al menos una fracción de
polimerización de radicales libres y un iniciador termoactivado.

20 En otro aspecto, la composición autoadhesiva se puede colocar en un material en forma de red utilizando una unidad
de aplicación como, por ejemplo, una unidad aplicadora con una boquilla de ranura ancha y, posteriormente, se
puede reticular.

BREVE DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS

25 La Fig. 1 es una ilustración esquemática de un aspecto del proceso presentado en un reactor de
recirculación tubular.

La Fig. 2 es un diagrama de control del proceso de la Fig. 1. A continuación se proporciona una leyenda para la Fig.
2

Índice	Descripción	Índice	Descripción
ML	Tubería principal	FIC	Control del indicador de flujo
AL	Tubería para aditivos	PIC	Control del indicador de presión
AA	Válvula	LIC	Control del indicador de nivel
AT	Filtro	PSA	Sonda de presión
CF	Caudalímetro	TSA	Sonda de temperatura
SI	Válvula de seguridad	HTS	Número de pieza n/a
SM	Mezclador estático	CT	Número de pieza n/a
CP	Número de pieza n/a	HL	Tubería calentada
FU	Convertidor de frecuencia	M	Motor
TCU	Unidad de control de la temperatura	FT	Transmisor de flujo
TIC	Control del indicador de temperatura	AP	Bomba
	Control		

30 La Fig. 3 es una ilustración esquemática de un aspecto del proceso presentado en un reactor de bucle de
recirculación tubular y una extrusora de rodillos planetarios combinados.

35 La Fig. 4 es una ilustración esquemática de otro aspecto del proceso presentado en un reactor de bucle de
recirculación tubular y una extrusora de rodillos planetarios combinados.

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCION

40 En un aspecto, puede prepararse un producto adhesivo (por ejemplo, un adhesivo piezosensible de acrilato)
mediante el proceso en un reactor de recirculación tubular 10 mostrado en la Fig. 1. Las materias primas primarias
pueden incluir un primer monómero 12 (por ejemplo, acrilato de butilo o "BA"), un segundo monómero 13 (por
ejemplo, acetato de vinilo o "VA"), un tercer monómero 14 (por ejemplo, ácido acrílico o "AA") y un iniciador térmico
15 (por ejemplo, azo-diisobutironitrilo o "AIBN"). La dosificación de los monómeros 12, 13, 14 y del iniciador 15
puede regularse a través de unas bombas 16, 17, 18, 19 correspondientes que pueden ser bombas de doble
45 diafragma o análogas. El caudal de cada una de las bombas 16, 17, 18, 19 puede controlarse, por ejemplo,
controlando la frecuencia y/o la longitud de la carrera del pistón (no mostrado) dentro cada una de las bombas 16,
17, 18, 19.

50 Aquellos versados en la materia se darán cuenta de que la cantidad, la calidad y el tipo de monómero e iniciador
utilizados depende del producto final que se desea obtener y de que el proceso de la Fig. 1 en el que se ilustra el

uso de tres monómeros 12, 13, 14 y de un iniciador 15, no es más que un ejemplo. Pueden utilizarse iniciadores adicionales. Pueden utilizarse uno o más monómeros. También se darán cuenta de que el monómero o monómeros y el iniciador o iniciadores no tienen por qué ser mezclados fuera del bucle en la corriente de alimentación 25 sino que pueden introducirse en el bucle a modo de alimentos individuales y ser mezclados en un mezclador en el bucle.

5 Entre los monómeros útiles para el proceso presentado 10 cabe incluir, aunque no de forma exclusiva, monómeros de acrilato de alquilo o mezclas de monómeros de acrilato de alquilo que tengan, por ejemplo, un grupo alquilo con de aproximadamente 2 a aproximadamente 20 y, preferentemente de 4 a 10 átomos de carbono. Los monómeros de acrilato de alquilo preferentes pueden incluir acrilato de 2-etilhexilo, acrilato de butilo (BA), acrilato de isooctilo, acrilato de isodecilo y cualquier otro monómero o mezclas de los mismos conocidos por aquellos versados en la material. Pueden utilizarse monómeros de divinilo para aumentar el peso molecular y la resistencia interna de la estructura central polimérica y pueden utilizarse en un aspecto del proceso 10. En un aspecto, pueden utilizarse monómeros de divinilo en cantidades de hasta un 11 por ciento en peso aproximadamente del polímero acrílico. Entre los monómeros vinílicos adecuados utilizados en la práctica de ciertas realizaciones cabe incluir el estireno, ácido acrílico (AA), alfa metil estireno, diacrilato de tetraetilenglicol, metacrilato de hidroxietilo, metilmetacrilato, etilacrilato, metilacrilato, propilacrilatos, propilmetacrilatos, hexilacrilatos, hexilmetacrilatos y acetato de vinilo (VA).

10 En un aspecto, los iniciadores de polimerización adecuados 15 útiles conforme al proceso presentado 10 pueden ser cualquier compuesto o composición o combinación de compuestos y/o composiciones que liberen radicales libres al ser calentados a una temperatura de activación o de descomposición. Por ejemplo, entre los iniciadores útiles 15 cabe incluir peróxidos orgánicos y compuestos azo tales como, aunque no exclusivamente, peróxido de lauroilo, terc-butil peroxi(2-etilhexanoato), peróxido de benzoilo, 1,1-bis(terc-butil peroxi)-3,3,5-trimetilciclohexano, azo-diisobutironitrilo y azobis-2-metilbutironitrilo.

20 En un aspecto, los iniciadores 15 pueden utilizarse en cantidades que varían entre aproximadamente un 0,002 y aproximadamente un 20 por ciento peso, y, más concretamente, entre aproximadamente un 0,01 y aproximadamente un 1,0 por ciento en peso, en base al peso total de los monómeros.

25 Las temperaturas para la reacción de polimerización pueden seleccionarse en base al tipo de material monomérico utilizado, la temperatura de descomposición del material iniciador y/o el producto polimérico que se desea obtener. Por ejemplo, cuando el iniciador 15 es AIBN puede llevarse a cabo una reacción de polimerización a una temperatura de entre unos 100 y unos 140 °C aproximadamente.

30 En referencia de nuevo a la Fig. 1, los monómeros 12,13,14 y el iniciador 15 pueden mezclarse a fondo en un primer mezclador estático 28. En un aspecto, el iniciador 15 puede mezclarse inicialmente con el primer monómero 12 para formar una mezcla combinada 24 antes de que entre en la corriente de alimentación a granel 25 (también indicada como F en la Fig. 1 y que tiene unidades de peso por unidad de tiempo) y fluya al interior del mezclador 28. En una modificación, el iniciador 15 se puede premezclar con el monómero que tenga el rendimiento más alto facilitando así la distribución del iniciador.

35 El mezclador estático 28 puede caracterizarse por tener un tiempo de residencia τ_1 suficiente para que se mezclen a fondo el monómero 12, 13, 14 y el iniciador 15 y generar una corriente de salida 30. Debe tenerse en cuenta que el mezclador estático 28 puede incluir una camisa 26 o cualquier otro elemento de transferencia de calor capaz de calentar/enfriar por si se desea subir o bajar la temperatura del material de alimentación conforme pasa a través del mezclador 28. El tiempo de residencia en el reactor tubular, normalmente representado por τ , puede definirse como la relación entre el volumen libre en el recipiente del reactor y el caudal volumétrico de alimentación. Aunque en la Fig. 1 se muestra un mezclador estático 28 dispuesto fuera del bucle, aquellos versados en la materia apreciarán que el mezclador 28 también podría colocarse dentro del propio bucle.

40 En base a un equilibrio general de los materiales del proceso 10 ilustrado en la Fig. 1, la producción de polímero **P** puede ser igual al caudal **F** del monómero o monómeros e iniciador o iniciadores. La corriente de material de alimentación 30 tiene un caudal **F** y se puede combinar con una corriente de polímero recirculante 48 que tiene un caudal **R** para formar una corriente mixta de polímero/monómero/iniciador 32. La corriente mixta de polímero/monómero/iniciador 32 se puede alimentar en un mezclador estático 35, que puede caracterizarse por tener un tiempo de residencia τ_2 suficiente para mezclar a fondo la corriente 32. La salida del recipiente 35 puede ser una corriente de salida 36. El mezclador estático 35 puede incluir una camisa 34 capaz de calentar y/o enfriar en caso necesario.

45 El caudal de recirculación **R** puede definirse como el volumen de líquido devuelto al bucle del reactor (es decir, el punto donde confluyen las corrientes 30 y 48). La relación de recirculación **RR** puede definirse como la relación de **R** a **P**.

50 Puede haber una bomba de engranajes 37 conectada hidráulicamente al canal de flujo entre la corriente 36 del mezclador estático 35 y la corriente de entrada 38 a un mezclador estático 40, que puede caracterizarse por tener un tiempo de residencia **T3** suficiente para mezclar/hacer reaccionar a la corriente 38 para formar una corriente 41. El caudal volumétrico de la bomba de engranajes 37 puede ser la suma de **F** y **R**.

55

En un aspecto, la corriente 38 puede ser calentada en el mezclador 40 a una temperatura superior a la temperatura de activación del iniciador, iniciándose así una reacción de polimerización de radicales libres, según la cual el monómero queda convertido al menos parcialmente en un polímero (es decir, la corriente 41 puede tener una conversión X_1). El mezclador 40 puede incluir una camisa 39 que actúa como medio de calentamiento/enfriamiento de las corrientes 38, 41.

La conversión fraccional del monómero líquido en un polímero adhesivo, generalmente representado como X_n , puede calcularse del modo siguiente:

$$X_n = 1 - (C_n/C_0)$$

en donde X_n tiene un valor numérico de entre 0 y 1, ambos inclusive. Por ejemplo, X_1 puede calcularse del modo siguiente:

$$X_1 = 1 - (C_1/C_0)$$

en donde C_0 es la concentración de monómero reactivo en la corriente 32 y C_1 es la concentración de monómero reactivo en la corriente 41. De forma similar, X_2 puede calcularse del modo siguiente:

$$X_2 = 1 - (C_2/C_0)$$

en donde C_2 es la concentración de monómero reactivo en la corriente 44. De igual modo, X_3 puede calcularse del modo siguiente:

$$X_3 = 1 - (C_3/C_0)$$

en donde C_3 es la concentración de monómero reactivo en la corriente 50.

Por ejemplo, cuando se utiliza el proceso 10 para hacer reaccionar BA, VA y AA con AIBN para formar un adhesivo piezosensible (PSA) de acrilato, la conversión X_1 puede ser 0,8 aproximadamente, la conversión X_2 puede ser 0,95 y la conversión X_3 puede ser 0,99, aunque aquellos versados en la materia se darán cuenta de que las conversiones reales pueden depender de los caudales F , R , P y de los tamaños de los recipientes 28, 35, 40, 42, 50, 60, entre otros factores.

La corriente 41 del mezclador estático 40 puede fluir hasta el interior del mezclador estático 42 que puede caracterizarse por tener un tiempo de residencia τ_4 suficiente para seguir convirtiendo el monómero en polímero para obtener una conversión X_2 . El recipiente 42 puede incluir una camisa 43 que actúa como elemento de calentamiento/enfriamiento de la corriente 41. La corriente 44 puede caracterizarse por tener un caudal que consiste en la suma de F y R y que puede separarse en una corriente 45 que tiene un caudal P y en una corriente 46 que tiene un caudal R . La separación volumétrica puede regularse a través de una bomba de engranajes 51, que puede conectarse hidráulicamente en el canal de flujo entre las corrientes 50 y 52. El caudal volumétrico de la bomba de engranajes 51 puede caracterizarse como P . Alternativamente, o en combinación con la bomba 51, puede colocarse una válvula de tres vías (no mostrada) en el punto en el que la corriente 45 se separa de la corriente 46 para regular el caudal de recirculación R . La corriente 45 puede entrar en un mezclador estático 60 para hacer reaccionar aún más al monómero hasta una conversión X_3 . El recipiente 60 puede caracterizarse por tener un tiempo de residencia τ_6 y unas aptitudes de calentamiento/enfriamiento (por ejemplo, camisa 58) suficientes para convertir la corriente 45 que un caudal P a una conversión X_2 en una corriente 50 que tiene un caudal P a una conversión X_3 .

La recirculación del proceso en el bucle del reactor tubular puede completarse haciendo entrar a la corriente 46 en un mezclador estático 50 a un caudal R , que puede caracterizarse por tener un tiempo de residencia τ_5 suficiente para enfriar la masa a una temperatura inferior a la temperatura de iniciación. La corriente de salida 48 puede salir del recipiente 50 manteniendo por lo general la conversión X_2 . El mezclador estático/enfriador 50 puede incluir una camisa 54 para facilitar el enfriamiento de la corriente 46.

En otro aspecto, el tiempo de residencia total en el bucle puede ser la suma de τ_2 , τ_3 , τ_4 , y τ_5 . Por ejemplo, el tiempo de residencia total en el bucle puede ser de unos 20 minutos de modo que la mezcla de polímeros recircule por el bucle unas 3 veces por hora. En otro aspecto, las bombas de engranajes 37, 51 pueden ajustarse de modo que el tiempo de residencia total en el bucle proporcione de 1 a 4 recirculaciones por hora aproximadamente. Llegados a este punto, aquellos versados en la materia se darán cuenta de que el tiempo de residencia total puede seleccionarse para obtener el producto deseado dependiendo del tipo de polímero final deseado y de los monómeros e iniciadores utilizados.

En un aspecto, la corriente del producto 52 (es decir, el producto final) puede colocarse en un material en forma de red utilizando una unidad de aplicación como, por ejemplo, un aplicador con una boquilla de ranura ancha. No obstante, aquellos versados en la materia se darán cuenta que el proceso en el reactor tubular de recirculación 10

descrito en la presente invención puede utilizarse para producir una amplia variedad de materiales poliméricos para una variedad de usos diferentes. Por ejemplo, el proceso 10 aquí descrito puede ser utilizado para producir revestimientos despegables, revestimientos de imprimación, adhesivos no PSA, materiales de sellado, materiales de calafateo, PSA híbridos acrílicos y revestimientos no PSA, tales como acrílicos de uretano, acrílicos epoxi, acrílicos de estireno y análogos.

Los mezcladores estáticos, tales como los reactores tubulares continuos, pueden caracterizarse porque los reactivos pueden introducirse al mismo tiempo que se sacan los productos de manera continua. Los reactivos pueden entrar por un extremo del reactor y los productos pueden salir por el otro extremo, con una variación continua en la composición de la mezcla de reacción entre medias. La transferencia de calor a y/o del reactor tubular puede conseguirse con camisas o con una estructura de cubierta y tubo. Los elementos líquidos pueden ser forzados a mezclarse entre ellos a través de una progresión de divisiones y recombinaciones dentro de un mezclador estático. Dado que los mezcladores estáticos no contienen piezas móviles, los costes de mantenimiento y funcionamiento pueden verse considerablemente reducidos. La energía para la mezcla puede ser proporcionada por las bombas 37, 51 que facilitan el flujo a través de los recipientes. Los reactores tubulares pueden caracterizarse por el hecho de que el flujo del líquido a través del reactor tiene lugar de forma ordenada sin que ningún elemento del líquido sobrepase o se mezcle con cualquier otro elemento que pudiera haber delante o detrás.

Las bombas de engranajes 37, 51 aquí mencionadas pueden incluir un alojamiento que define una cavidad de la bomba (no mostrada), un par de ruedas dentadas engranadas (no mostradas) dispuestas de forma rotatoria dentro de la cavidad de la bomba, teniendo cada engranaje un eje de montaje (no mostrado) que sobresale axialmente del mismo y un elemento de cojinete (no mostrado) para soportar de forma rotatoria los ejes de los engranajes. El elemento de cojinete puede incluir una superficie radial dispuesta de modo que mire hacia los engranajes y un par de aberturas axiales para recibir de forma rotatoria los ejes de los engranajes. Las bombas de engranajes 37, 51 pueden ser accionadas desde el exterior rotando el eje de accionamiento de las bombas 37, 51 con un motor (no mostrado). Conforme los materiales pasan a través de las bombas de engranajes 37, 51, la rotación impartida por o sobre los engranajes puede ser directamente proporcional a la cantidad de material que pasa a través de los engranajes. De este modo, los engranajes pueden actuar como dispositivos de precisión para medir la cantidad de plástico que fluye por el canal. Puede variarse el volumen de los mecanismos de engranaje variando bien el tamaño de los engranajes o bien el grosor axial de los engranajes.

Los recipientes 28, 35, 40, 42, 50, 60 descritos en la presente invención pueden tener una doble función, a saber (1) aumentar y/o reducir la temperatura y (2) mezclar el líquido que pasa a su través. Los recipientes 28, 35, 40, 42, 50, 60 pueden ser "reactores con tiempos de residencia" ya que pueden proporcionar a los reactivos un tiempo adicional para alcanzar la temperatura de activación y pueden proporcionar una mezcla adicional.

Llegados a este punto, aquellos versados en la materia se darán cuenta de que, según el proceso 10, pueden utilizarse más o menos recipientes 28, 35, 40, 42, 50, 60. Por ejemplo, los recipientes 40, 42 pueden ser recipientes individuales o se pueden combinar formando un solo recipiente.

Sólo a modo de ejemplo, la corriente de alimentación en masa 25 puede incluir una corriente de monómero de **BA** 12 a un caudal de 6,83 kg/hr, una corriente de monómero de **VA** 13 a un caudal de 0,6 kg/hr, una corriente de monómero de **AA** a un caudal de 68 gramos/hr y un iniciador de AIBN 15 a un caudal de 2 gramos/hr. La corriente del producto 52 puede ser un PSA de acrilato a un caudal **P** de 7,5 kg/hr.

El mezclador estático/calentador 35 puede mezclar los monómeros de baja viscosidad/iniciador con el polímero de alta viscosidad. A 70 °C, el iniciador (AIBN) y los monómeros están juntos pero no reaccionan. La corriente de recirculación 48 puede ser de 0,042 m³/hr, 900 kg/m³, 700 Pas; la corriente 30 puede ser de 0,00833 m³/hr, 900 kg/m³, 0,01 Pas; la corriente 32 puede ser de 0,05 m³/hr, 900 kg/m³, 583 Pas. El mezclador estático/calentador 35 puede ser un CSE-X/8, con brida DN 49,5, de 18 elementos, Δp = aprox. 21 bar, velocidad de cizallamiento 10,5 s⁻¹, tiempo de residencia 104 seg., longitud aproximada 900 mm, tal y como se muestra en la Fig. 2.

En un aspecto, la bomba de engranajes 37 puede ser capaz de bombear unos 50 kg/hr de polímero con una viscosidad de 1.000 Pas aproximadamente frente a una presión de 50 bar aproximadamente. El flujo se puede controlar a través de la precisión de la bomba 37 (puede incluirse un caudalímetro opcional). En un aspecto, la velocidad de recirculación **R** puede ser de 1 a 5 veces mayor que la velocidad de alimentación **F** aproximadamente.

La mezcla homogeneizada 38 de monómero/polímero/iniciador se puede calentar en el mezclador/intercambiador de calor 40. Si se aumenta la temperatura de unos 70°C a unos 120°C puede inducirse la reacción de polimerización. El calor exotérmico generado puede ser parcialmente absorbido por el polímero en masa y el aumento de temperatura resultante de la reacción puede ser de unos 20 a unos 40 °C, por ejemplo. El calentamiento puede realizarse introduciendo un líquido de transferencia de calor Marlotherm® L en la camisa del reactor 39 (a unos 120 °C, por ejemplo). Una vez comienza la reacción, la camisa del reactor 39 puede actuar como refrigerador, manteniendo así la temperatura bajo control. Los datos de la mezcla (corriente 41) pueden ser 0,005 m³/hr, 900 kg/m³, 700 Pas, Cp (capacidad térmica) de 2.300 J/kg/°K, (calor latente) de 0,15 W/m²/K. El mezclador/intercambiador de calor 40

puede ser un CSE-XR, con brida DN 80, de 8 elementos, $\Delta p =$ aprox. 5 bar, velocidad de cizallamiento 4 s^{-1} , tiempo de residencia 170 seg., longitud aproximada 750-1.100 mm, tal y como se muestra en la Fig. 2.

El Marlotherm® LH es un medio de transferencia de calor orgánico, sintético, de alto rendimiento, de uso en la fase líquida en sistemas de transferencia de calor no presurizados de circulación forzada cerrada a unas temperaturas de trabajo de unos 0° a unos 280°C . El líquido de transferencia de calor Marlotherm® lo suministra Sasol Olefins & Surfactants (Marl, Alemania). Para el iniciador de AIBN sería adecuado seleccionar una temperatura de reacción de unos 120°C , si bien puede que otros iniciadores térmicos o mezclas de iniciadores térmicos diferentes requieran una temperatura de reacción diferente.

El recipiente 42 puede ser un mezclador con dos camisas y ser capaz de proporcionar un tiempo de residencia y una acción de mezcla adicionales para aumentar la producción y la calidad del producto. Las corrientes de polímero 41, 44 pueden mantenerse a una temperatura constante (120°C , por ejemplo). Los datos de la mezcla (corriente 44) se pueden caracterizar como $0,05 \text{ m}^3/\text{hr}$, $900 \text{ kg}/\text{m}^3$, 700 Pas . El mezclador/intercambiador de calor 42 se puede caracterizar como un CSE-X/4, con brida DN 80, de 15 elementos, $\Delta p =$ aprox. 3 bar, velocidad de cizallamiento $1,6 \text{ s}^{-1}$, tiempo de residencia 390 seg., longitud aproximada 1.200 mm, tal y como se ilustra en la Fig. 2.

La mezcla de monómero/polímero/iniciador se puede enfriar en el bucle de recirculación a través del recipiente 50 de unos 120°C a unos 70°C , reduciendo o evitando así que continúe la polimerización. El enfriamiento del recipiente 50 puede realizarse alimentando un líquido de transferencia de calor Marlotherm® L en la camisa 54 del recipiente 50 (a unos 60°C , por ejemplo). Los datos de la mezcla (corriente 48) pueden ser $0,005 \text{ m}^3/\text{hr}$, $900 \text{ kg}/\text{m}^3$, 700 Pas , C_p de $2.300 \text{ J}/\text{kg}/^\circ\text{K}$, λ de $0,15 \text{ W}/\text{m}/^\circ\text{K}$. El mezclador/intercambiador de calor 50 puede ser un CSE-XR, con brida DN 80, de 18 elementos, $\Delta p =$ aprox. 11 bar, velocidad de cizallamiento 4 s^{-1} , tiempo de residencia 390 seg., longitud aproximada 1.600 mm, tal y como se ilustra en la Fig. 2.

El recipiente 60 puede ser un mezclador estático con dos camisas y puede proporcionar un tiempo de residencia y una mezcla adicionales, aumentando así la conversión de X_2 a X_3 . El caudal P de $7,5 \text{ kg}/\text{hr}$ se puede regular con la bomba de engranajes 51. Los datos de la mezcla (corriente 52) se pueden caracterizar como $0,00833 \text{ m}^3/\text{hr}$, $900 \text{ kg}/\text{m}^3$, 700 Pas . El mezclador/intercambiador de calor 60 se puede caracterizar como un CSE-X/4, con brida DN 40, de 15 elementos, $\Delta p =$ aprox. 6 bar, velocidad de cizallamiento $2,7 \text{ s}^{-1}$, tiempo de residencia 265 seg., longitud aproximada 700 mm, tal y como se muestra en la Fig. 2.

Pueden proporcionarse las lecturas de los sensores de caudal, temperatura, presión, nivel en el recipiente, viscosidad de la masa fundida y energía eléctrica y varios sistemas de control para ayudar al operario del proceso a controlar el proceso tal y se ilustra en la Fig. 2. Otros medios de control del proceso pueden incluir la colocación de tuberías resistentes a la presión, válvulas resistentes a la presión, medios de inicio del proceso, medios de parada del proceso, válvulas de 3 vías, control del contenido de los polímeros, control de los monómeros residuales y similares.

En un aspecto, puede prepararse un producto polimérico (por ejemplo, un adhesivo piezosensible de acrilato (PSA)) según el proceso 110 mostrado en la Fig. 3 utilizando una extrusora de rodillos planetarios. Aunque en esta figura se ilustra una ERP, podrían utilizarse otros mezcladores o extrusoras dinámicos en lugar de la ERP o combinados con la ERP. Las materias primas primarias pueden incluir un primer monómero 120 (por ejemplo, acrilato de butilo o "BA"), un segundo monómero 130 (por ejemplo, acetato de vinilo "VA"), un tercer monómero 140 (por ejemplo, ácido acrílico o "AA") y un iniciador térmico 150 (por ejemplo, azo-diisobutironitrilo o "AIBN"). La dosificación de los monómeros 120, 130, 140 y la de un iniciador líquido o un iniciador sólido en solución 150, puede realizarse y controlarse a través de unas bombas 160, 170, 180, 190 correspondientes que pueden ser bombas de doble diafragma o análogas. El caudal de cada una de las bombas 160, 170, 180, 190 puede controlarse controlando, por ejemplo, la frecuencia y/o la longitud de la carrera en cada una de las bombas 160, 170, 180, 190.

Aquellos versados en la materia se darán cuenta de que la cantidad, la calidad y el tipo de monómero e iniciador utilizados depende del producto final que se desea obtener y de que el proceso de la Fig. 3 en el que se ilustra el uso de tres monómeros 120, 130, 140 y de un iniciador 150, no es más que un ejemplo. Dependiendo del producto, pueden utilizarse más o menos monómeros e iniciadores.

Entre los monómeros 120, 130, 140 y los iniciadores de polimerización 150 adecuados para el proceso presentado 110 cabe incluir los listados anteriormente para el proceso presentado 10.

En un aspecto, los iniciadores 150 pueden utilizarse en cantidades que varían entre aproximadamente un 0,002 y aproximadamente un 2,0 por ciento peso, y, más concretamente, entre aproximadamente un 0,01 y aproximadamente un 1,0 por ciento en peso, en base al peso total del material de alimentación monomérico.

En referencia a la Fig. 3, en un aspecto se utiliza el bucle de un reactor, indicado generalmente como 110, para preparar un producto polimérico de acrilato. Los monómeros 120, 130, 140 y un iniciador líquido o un iniciador sólido en solución 150 se alimentan a través de unas bombas 160, 170, 180 y 190 correspondientes para formar una corriente de alimentación a granel 200 (que tiene un caudal F en la Fig. 3).

La corriente de alimentación 200 se introduce en el primer barril de rodillos planetarios 270 y se combina con una corriente de polímero recirculada 370 (que tiene un caudal de recirculación R en la Fig. 3), y se calienta a una temperatura de entre unos 25 y unos 240°C para iniciar el proceso de reacción de radicales libres. En esta realización, la mezcla 300 se alimenta en un segundo barril extrusor de rodillos planetarios 280 y un tercer barril de rodillos planetarios 290, en los que se proporciona un tiempo de residencia predeterminado para minimizar el contenido de monómeros residuales en la corriente de polímero acabado 300. Pueden inyectarse monómeros individuales 120, 130, 140 además de la corriente de alimentación 200 en cualquier lugar a lo largo de la ERP, pero preferentemente se utilizan unas válvulas de inyección que hay insertadas en un anillo de pulverización que hay antes del primer barril de la ERP. Alternativamente, también podría haber válvulas de inyección insertadas en cualquiera de los anillos de dispersión que hay delante y detrás de cualquiera de los barriles de la ERP o un orificio lateral formado directamente en un barril o cualquier otro mecanismo de suministro interno y externo. La corriente de polímero de recirculación 370 puede introducirse en la ERP en cualquier lugar de su longitud pero, preferentemente, utilizando un orificio de recirculación que hay formado en el lateral de un barril de la ERP. Alternativamente, también podría introducirse en cualquiera de las válvulas de inyección especialmente diseñadas para manipular un material tan sumamente viscoso en los mismos anillos en los que se introducen los monómeros o cualquier otro mecanismo de suministro interno o externo. Para aquellos versados en la materia, se entiende que el uso de una ERP con tres barriles es sólo un ejemplo y que pueden añadirse o quitarse barriles en función del producto deseado. El control de la temperatura se mantiene dentro de las zonas 270, 280, 290 haciendo pasar por ejemplo un medio de calentamiento/enfriamiento a través de las paredes de los barriles 220, 230, 240 así como a través de un orificio central 250 que hay formado en el husillo central 260. En una realización, la temperatura del proceso de polimerización se mantiene por debajo de 240°C (por ejemplo, la temperatura de degradación mínima para los polímeros y copolímeros acrílicos).

La conversión fraccional del monómero líquido en un polímero adhesivo, generalmente representada como Y_n en el proceso 110, puede calcularse del modo siguiente:

$$Y_n = 1 - (C'_n / C'_0)$$

en donde Y_n tiene un valor numérico de entre 0 y 1, ambos inclusive. Por ejemplo, Y_1 puede calcularse del modo siguiente:

$$Y_1 = 1 - (C'_1 / C'_0)$$

en donde C'_0 es la concentración de monómero reactivo en las corrientes combinadas 200 y 370 y C'_1 es la concentración de monómero reactivo en la corriente 300. De forma similar, Y_2 puede calcularse del modo siguiente:

$$Y_2 = 1 - (C'_2 / C'_0)$$

en donde C'_2 es la concentración de monómero reactivo en la corriente 350. De igual modo, Y_3 puede calcularse del modo siguiente:

$$Y_3 = 1 - (C'_3 / C'_0)$$

en donde C'_3 es la concentración de monómero reactivo en la corriente 400.

La corriente 300 puede tener una conversión Y_1 y un caudal caracterizado como la suma de F , el flujo de los materiales de alimentación, y R , el alimento recirculado. Hay una bomba de engranajes 310 conectada hidráulicamente en el canal de flujo entre la corriente 300 y la corriente 320 a un mezclador estático 340. El caudal volumétrico de la bomba 310 puede ser, aunque no necesariamente, la suma de F y R . Aquellos versados en la materia reconocerán que como resultado del adelgazamiento por corte que se produce en la ERP y del resto de los cambios volumétricos que pueden resultar de la mezcla de reactivos, como por ejemplo los efectos compresivos que pueden producirse dentro del reactor de bucle, el caudal de la bomba 310 puede variar. En general, el objetivo de la bomba 310 es minimizar las pulsaciones en el caudal. El mezclador estático 340 puede incluir una camisa 330 y/o cualquier otro dispositivo de intercambio de calor que actúa como medio de calentamiento/enfriamiento de la corriente 320.

La corriente 350 puede tener una conversión Y_2 y puede ser separada en una corriente 360 que tiene un caudal P y una corriente 370 que tiene un caudal R . La separación volumétrica puede regularse a través de una bomba 410, que puede conectarse hidráulicamente en el canal de flujo entre las corrientes 400 y 420. El caudal volumétrico de la bomba 410 puede caracterizarse como P . La corriente 360 puede entrar en un mezclador estático 390 para hacer reaccionar aún más al monómero hasta una conversión Y_3 . El mezclador estático 390 puede incluir elementos de calentamiento/enfriamiento (por ejemplo, camisa 380) para convertir la corriente 360 que tiene un caudal P a una conversión Y_2 en una corriente 400 que tiene un caudal P a una conversión Y_3 .

65

De este modo, con la incorporación de al menos una ERP en el reactor de bucle, el reactor y el proceso anteriormente definidos resultan más versátiles. Si los únicos mezcladores son mezcladores estáticos, la mezcla depende entonces de una velocidad umbral lineal del material polimérico, por encima del cual resulta necesario impartir un cizallamiento suficiente para que la mezcla resulte efectiva. Con un mezclador dinámico, la eficiencia de la mezcla es en gran medida independiente de la velocidad lineal del material polimérico. Por tanto, la opción de utilizar una ERP en el reactor de bucle aumenta la versatilidad de la mezcla y el intercambio de calor del sistema del reactor en general.

En referencia a la Fig. 4, en un aspecto se utiliza un proceso alternativo, indicado generalmente como 120, para preparar un producto polimérico de acrilato. Los monómeros 500, 510, 520 y un iniciador líquido o un iniciador sólido en solución 530 se alimentan a través de unas bombas 540, 550, 560 y 570 correspondientes para formar una corriente de alimentación a granel 580 (también indicada como **F** en la Fig. 4).

En una realización, la corriente 580 puede tener caudal **F** y se puede combinar con una corriente de polímero recirculante 740 que tiene un caudal **R** para formar una corriente mixta de polímero/monómero/iniciador 590. La corriente mixta de polímero/monómero/iniciador 590 se puede alimentar en un mezclador estático 600, diseñado para mezclar a fondo la corriente 590. La salida del mezclador estático 600 puede ser una corriente de salida 620. El mezclador estático 600 puede incluir una camisa 610 capaz de calentar y/o enfriar en caso necesario. Puede haber una bomba de engranajes 630 conectada hidráulicamente en el canal de flujo entre la corriente 620 del mezclador estático 600 y la corriente de entrada 640 a un mezclador estático 650, diseñado para mezclar/hacer reaccionar a la corriente 640 para formar una corriente 670. El caudal volumétrico de la bomba 37 puede ser, aproximadamente, la suma de **F** y **R**, pero como ya se ha dicho anteriormente, en el sistema se producirán variaciones del flujo.

La conversión fraccional del monómero líquido en un polímero adhesivo, generalmente representada como Z_n en el proceso 120, puede calcularse del modo siguiente:

$$Z_n = 1 - (C''_n / C''_0)$$

en donde Z_n tiene un valor numérico de entre 0 y 1, ambos inclusive. Por ejemplo, Z_1 puede calcularse del modo siguiente:

$$Z_1 = 1 - (C''_1 / C''_0)$$

en donde C''_0 es la concentración de monómero reactivo en la corriente 590 y C''_1 es la concentración de monómero reactivo en la corriente 670. De forma similar, Z_2 puede calcularse del modo siguiente:

$$Z_2 = 1 - (C''_2 / C''_0)$$

en donde C''_2 es la concentración de monómero reactivo en la corriente 700. De igual modo, Z_3 puede calcularse del modo siguiente:

$$Z_3 = 1 - (C''_3 / C''_0)$$

en donde C''_3 es la concentración de monómero reactivo en la corriente 840.

De forma análoga a la descripción anterior, la corriente de entrada 640 puede ser calentada en el mezclador estático 650 a una temperatura superior a la temperatura de activación del iniciador, iniciándose así una reacción de polimerización de radicales libres, según la cual el monómero queda convertido al menos parcialmente en un polímero (es decir, la corriente 670 puede tener una conversión Z_1). El mezclador estático 650 puede incluir una camisa 660 y/o cualquier otro dispositivo de intercambio de calor que actúa como medio de calentamiento/enfriamiento de la corriente 640, 670.

La corriente de salida 670 del mezclador estático 650 puede fluir al interior del mezclador estático 680 que se caracteriza por tener un tiempo de residencia suficiente para seguir convirtiendo el monómero en polímero para obtener una conversión Z_2 en la corriente 700. El mezclador estático 680 puede incluir una camisa 690 y/o cualquier otro dispositivo de intercambio de calor que actúa como medio de calentamiento/enfriamiento de las corrientes 670, 700. La corriente 700 se puede separar en una corriente 750 que tiene un caudal del producto **P** y una corriente recirculada 710 que tiene un caudal **R**. La cantidad de producto extraída del bucle del reactor 120 se puede regular con una bomba 850 que se puede conectar hidráulicamente en el canal de flujo entre las corrientes 840 y 860. El caudal volumétrico de la bomba 850 se puede caracterizar como **P**. La corriente 710 puede entrar en un mezclador estático 720 para hacer reaccionar aún más al monómero. El mezclador estático 720 puede caracterizarse por tener un tiempo de residencia suficiente y nos elementos de enfriamiento (por ejemplo, camisa 730) para convertir la corriente 710 que tiene un caudal **R** en una corriente 740 a una temperatura inferior a la temperatura de activación y una posible conversión adicional Z_4 (es decir, donde C''_4 es la concentración de monómero reactivo en la corriente 740).

La corriente 750 que tiene una conversión Z_2 es llevada al interior del primer barril de rodillos planetarios 760 y calentada a una temperatura de entre unos 25 y unos 240°C para continuar con el proceso de reacción de los radicales libres. La mezcla es llevada al interior de un segundo barril de rodillos planetarios 770 y a un tercer barril de rodillos planetarios 780, en los que se ha ajustado un tiempo de residencia predeterminado para minimizar el contenido de monómeros residuales de la corriente con el polímero acabado 840. Dentro de los barriles 760, 770, 780 puede mantenerse un control preciso de la temperatura si se hace pasar al medio de calentamiento/enfriamiento a través de las paredes de los barriles correspondientes 790, 800, 810 y cerca de las superficies reticuladas, además de a través de un agujero central 830 que hay formado en el husillo central 820. La temperatura del proceso de polimerización se mantiene por debajo de la temperatura de degradación de los materiales poliméricos (es decir, 240°C en el caso de los polímeros acrílicos de butilo). Unos barriles de rodillos planetarios 760, 770, 780 convierten la corriente 750 que tiene un caudal P a una conversión Z_2 en una corriente 840 que tiene un caudal P a una conversión Z_3 .

En un aspecto, las corrientes del producto 52, 420 y 860 de los procesos 10, 110, 120, respectivamente, pueden colocarse en un material en forma de red utilizando una unidad de aplicación como, por ejemplo, un aplicador de boquilla de ranura ancha o cualquier otro método de aplicación o de raspado.

Aquellos versados en la materia se darán cuenta de que los procesos 10, 110, 120 aquí descritos pueden ser utilizados para producir una amplia variedad de materiales poliméricos para una amplia variedad de usos diferentes, por ejemplo, revestimientos despegables, revestimientos de imprimación, adhesivos, PSA y no PSA, materiales de sellado, materiales de calafateo y revestimientos arquitectónicos. Además, estos adhesivos y revestimientos se pueden polimerizar con una amplia variedad de composiciones químicas, en concreto, composiciones químicas como, aunque no exclusivamente, monómeros acrílicos, polioles, isocianatos, materiales de vinilo, resinas epoxi y análogos.

En una realización, la composición polimérica producida conforme a los procesos 10, 110, 120 se puede reticular con la ayuda de haces de electrones o de energía UV en la forma conocida en la técnica. Por ejemplo, para reticular el material polimérico utilizando energía UV puede que sea necesario añadir promotores de UV apropiados (por ejemplo, fotoiniciadores, tales como peróxidos). Si se desea, los promotores de UV o promotores de una radiación actínica se pueden añadir a través del proceso recirculación en un reactor tubular.

En caso de que se necesite una pegajosidad y/o adhesión adicional, pueden añadirse resinas, aceites y/u otros aditivos a los reactivos y/o al producto final. En caso de que se desee cambiar el color u otras propiedades pueden añadirse pigmentos, tintes, sustancias de relleno, antidegradantes y/u otros aditivos a los reactivos y/o al producto final.

Entre las resinas adhesivas cabe incluir, aunque no de manera exclusiva, madera, goma o colofonias de aceite de resina parcial o totalmente hidrogenadas, madera, goma o colofonias de aceite de resina esterificadas, resinas de alfa y beta pineno y resinas de politerpeno. Las resinas pueden introducirse en estado sólido, líquido, es decir, incluyendo, aunque no de manera exclusiva, soluciones y dispersiones, y/o estado fundido. Entre los antidegradantes típicos cabe incluir agentes antioxidantes, agentes absorbentes de ultravioletas y agentes estabilizadores de ultravioletas. Entre los agentes de reticulación cabe incluir peróxidos, resinas iónicas, activadas térmicamente, isocianatos, agentes de curado activados por UV y por haces de electrones. Entre los colorantes típicos cabe incluir el dióxido de titanio y otros muchos pigmentos metálicos. En caso de que se desee utilizar disolventes, entre los disolventes típicos cabe incluir carboxilatos líquidos tales como acetato de etilo y acetato de n-butilo, cetonas como acetona, dimetilcetona y ciclohexanonas, hidrocarburos aromáticos como benceno, tolueno y los xilenos, hidrocarburos líquidos alifáticos y cicloalifáticos tales como fracciones de petróleo con puntos de ebullición de entre unos 50 y 150 °C y, en particular, de entre unos 60 y 100 °C, ciclohexano, y otros como ésteres de dioxano, tetrahydrofurano y di-t-butilo o mezclas de los mismos. Entre los disolventes especialmente útiles para la composición polimérica de esta invención cabe incluir el acetato de etilo, ciclohexano y mezclas de acetona con éter de petróleo (por ejemplo, con un punto de ebullición de entre unos 60 y unos 95 °C).

El uso de una boquilla de ranura ancha para el revestimiento de materiales poliméricos sobre un material en forma de red puede tener ventajas especiales con comparación con los procesos de revestimiento tradicionales, por ejemplo, rodillo sobre rodillo, rodillo inverso, cuchilla sobre rodillo y análogos. Las velocidades de revestimiento de materiales en forma de red, cuando se utilizan procesos de revestimiento tradicionales, pueden verse limitadas a materiales poliméricos con viscosidades de 40.000 cPs o menos y no son propicias para materiales poliméricos con un alto contenido de sólidos. No obstante, el uso de la tecnología de revestimiento con boquilla de ranura ancha, sobre todo cuando se utiliza junto con materiales poliméricos con un alto contenido de sólidos producidos mediante el proceso de recirculación en reactor tubular puede ser especialmente interesante ya que las velocidades de aplicación se aproximan a y sobrepasan los 1.000 metros por minuto.

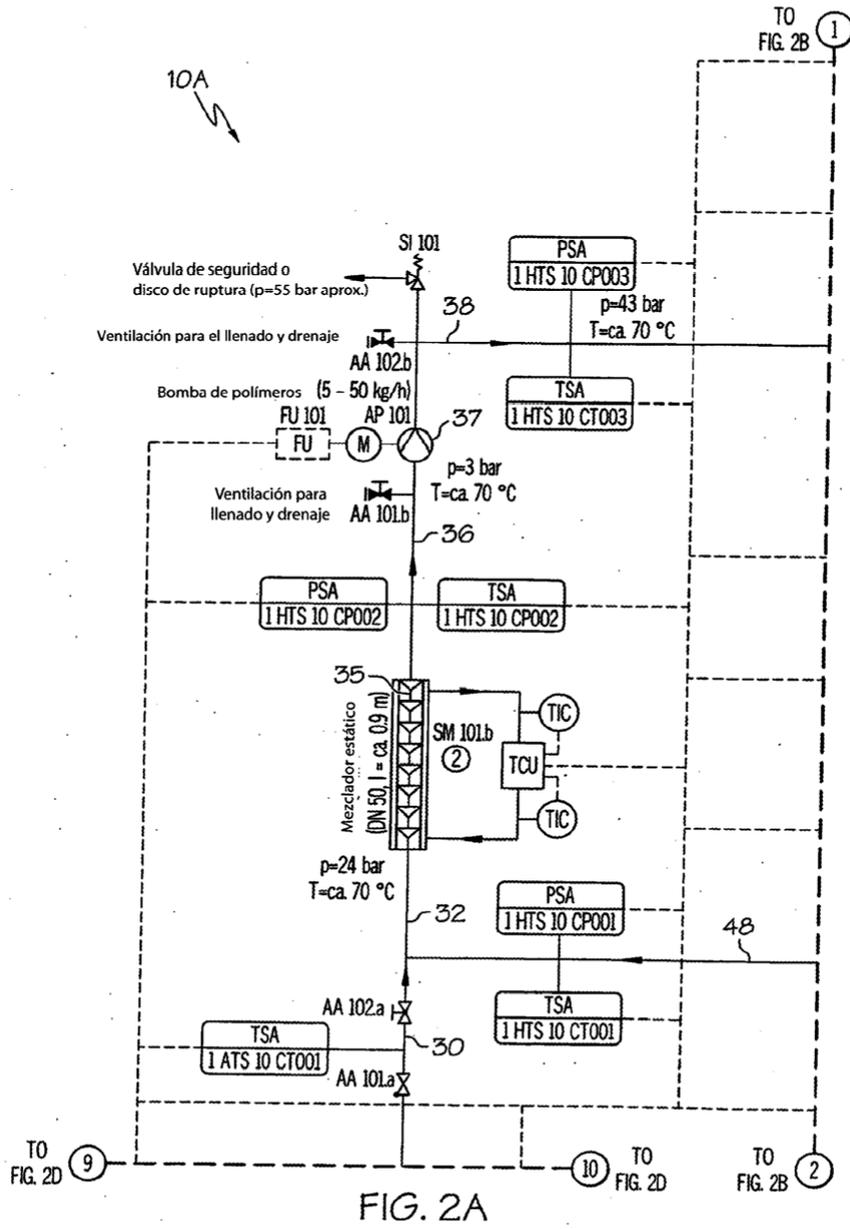
Dependiendo del uso previsto del producto en forma de red con los polímeros producidos según el proceso presentado, entre los materiales de soporte en forma de red adecuados cabe incluir cualquier soporte conocido, con o sin un tratamiento químico o físico apropiado de la superficie del lado de revestimiento y con o sin un tratamiento

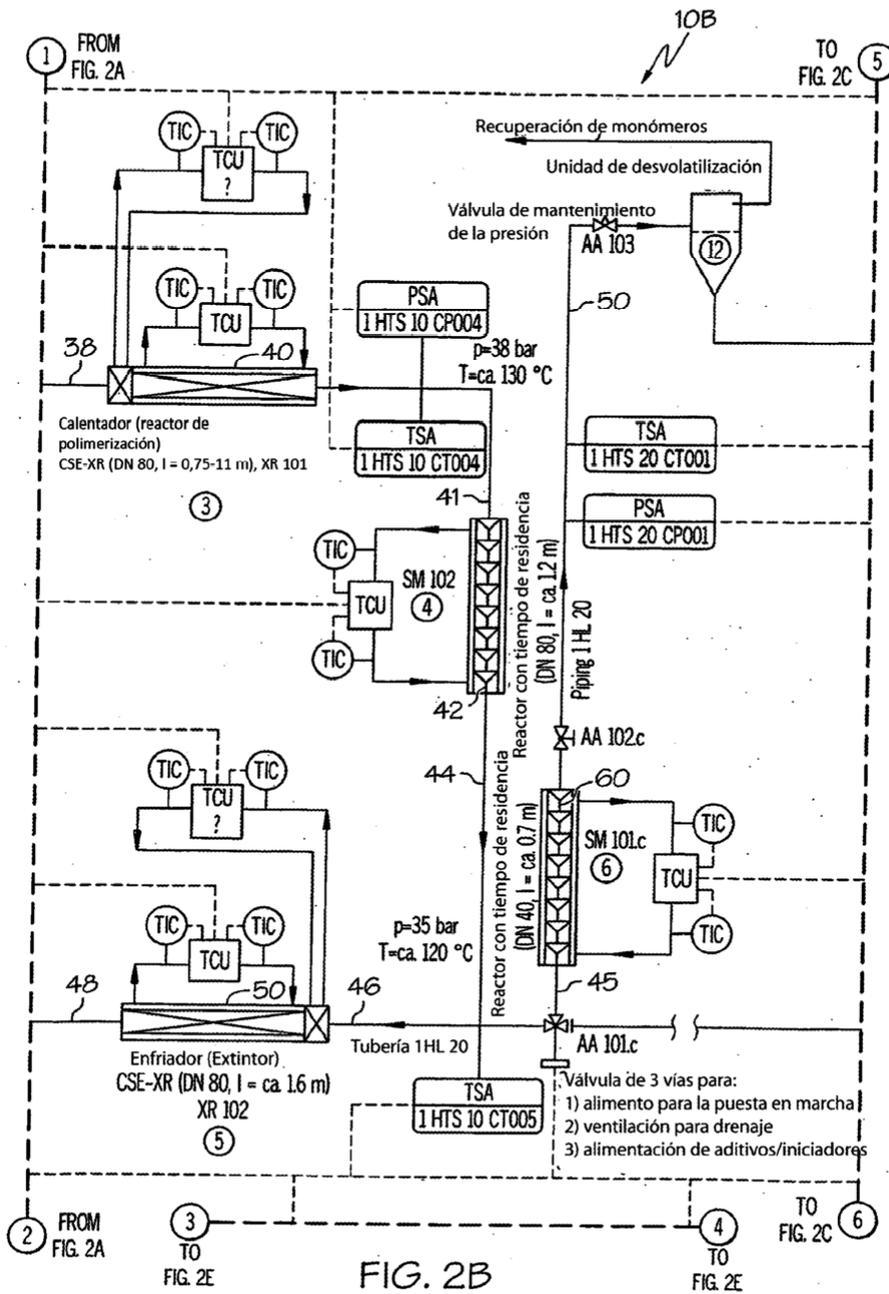
físico antiadhesivo correcto del revestimiento del lado inverso. Entre los ejemplos representativos cabe incluir papeles rizados, no rizados y antiadherentes, polietileno, polipropileno, películas de polipropileno orientadas mono o biaxialmente, poliéster, PVC, películas antiadherentes y de otro tipo, además de materiales alveolares, tejidos, tricotados y no tejidos en forma de red fabricados a partir de poliolefinas.

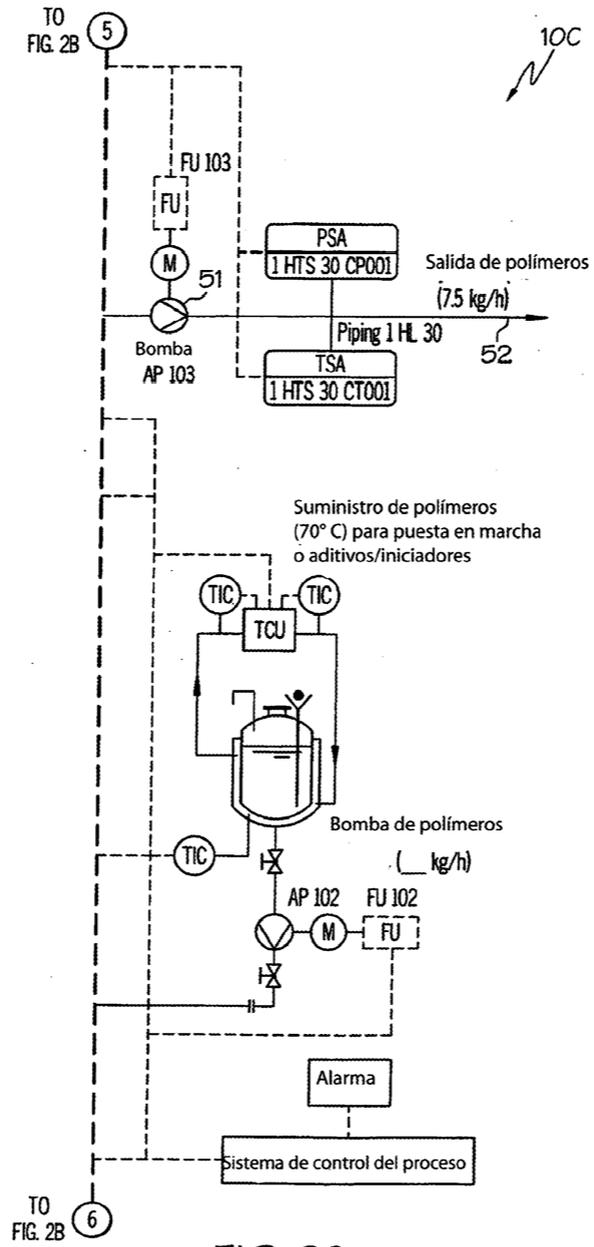
5

REIVINDICACIONES

1. Un proceso en un reactor de bucle de recirculación que consiste en los pasos de:
- 5 a) introducir un material de alimentación que contiene al menos un monómero y al menos un iniciador activable en un reactor de bucle en el que hay un material parcialmente polimerizado recirculando a su través para formar una mezcla polimerizable;
- 10 b) calentar la mezcla del paso a) a por lo menos la temperatura de activación del iniciador de la reacción para polimerizar el monómero y el material parcialmente polimerizado y formar un producto intermedio polimerizado;
- 15 c) hacer circular una porción del producto intermedio polimerizado del paso b) a través de un reactor de bucle al tiempo que se enfría a una temperatura inferior a la temperatura de activación del iniciador a un flujo predeterminado;
- 20 d) mezclar el material circulante refrigerado del paso c) con un material de alimentación adicional para polimerizar aún más el monómero y el producto intermedio polimerizado;
- e) dirigir la porción restante del producto aún más polimerizado a una corriente para extraerlo del reactor de bucle; y
- f) someter a la porción restante del producto intermedio polimerizado a una reacción adicional en una extrusora de rodillos planetarios para reducir el monómero que no haya reaccionado y formar un producto polimerizado,
- 25 en donde el al menos un iniciador activable se utiliza en una cantidad de un 0,002 a un 2,0% en peso en base al peso total del al menos un monómero.
2. Un proceso según la reivindicación 1 en donde el paso (a) se lleva a cabo en una extrusora de rodillos planetarios ubicada en el reactor de bucle.
- 30 3. El proceso de la reivindicación 1 o de la reivindicación 2 en donde el producto polimerizado es una composición autoadhesiva que comprende el producto de una reacción de polimerización de al menos un monómero de acrilato de alquilo.
- 35 4. Un proceso según la reivindicación 1 o a la reivindicación 2 en donde dicha extrusora de rodillos planetarios comprende una pluralidad de secciones de mezcla que incluyen un husillo principal rodeado por e interconectado a una pluralidad de husillos planetarios.
- 40 5. El proceso de la reivindicación 1 o de la reivindicación 2 en donde la cantidad de la porción de recirculación y la de la porción restante se regula a través de una bomba de engranajes en la corriente de extracción.
6. Un proceso según cualquiera de las reivindicaciones precedentes en donde el al menos un iniciador activable se utiliza en una cantidad de entre un 0,01 y un 1,0% en peso en base al peso total del al menos un monómero.







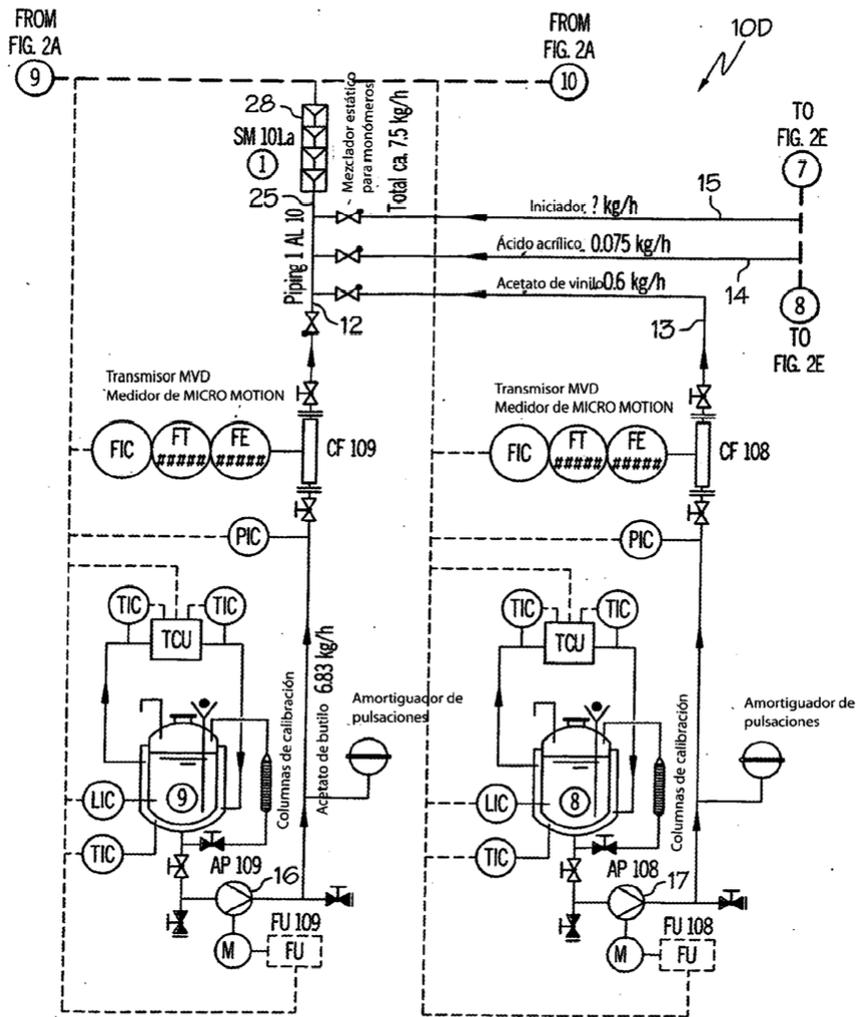


FIG. 2D

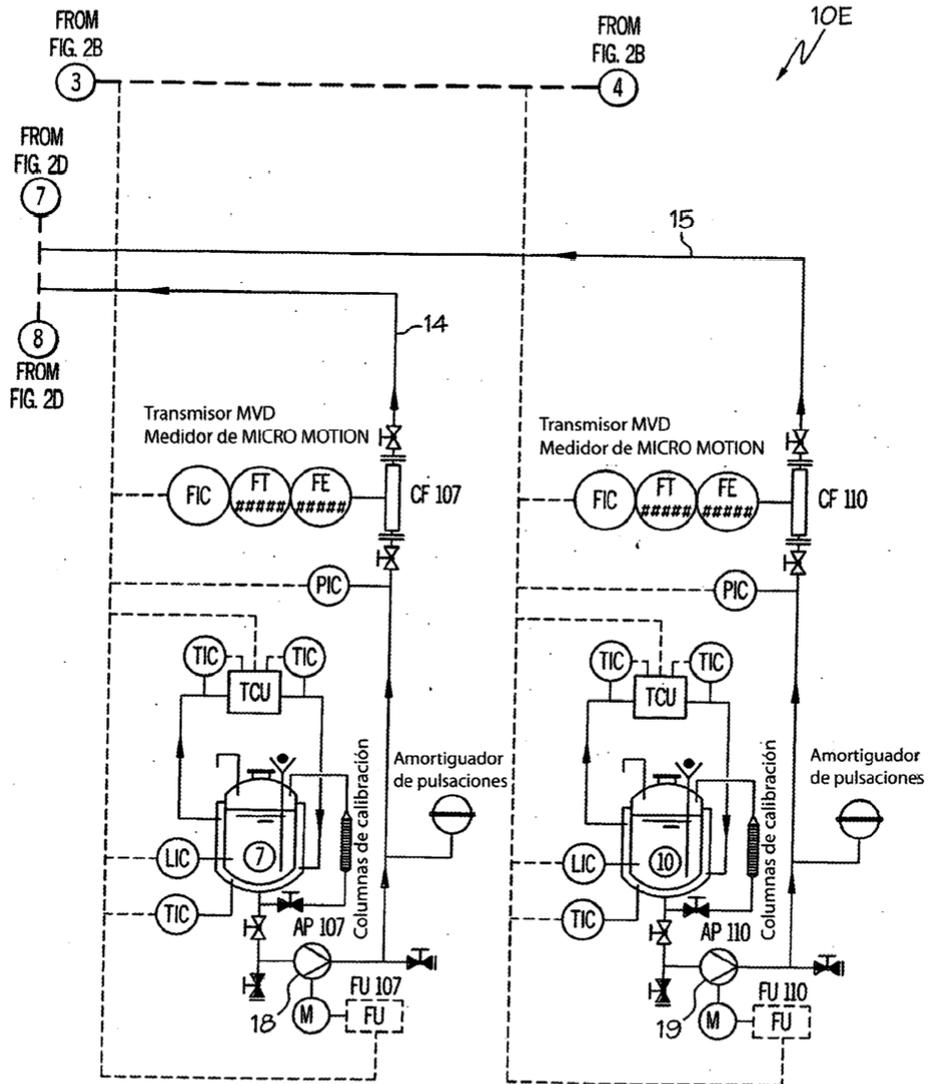


FIG. 2E