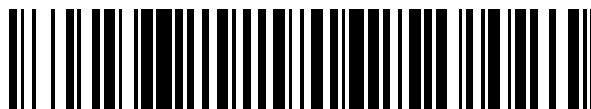


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 422 174**

51 Int. Cl.:

B29C 67/24 (2006.01)

B29B 7/76 (2006.01)

G01N 33/44 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **24.07.2010** **E 10737517 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **05.06.2013** **EP 2461964**

54 Título: **Dispositivo para el procesamiento de sistemas de reacción polimérica rápida**

30 Prioridad:

07.08.2009 DE 102009036505

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
09.09.2013

73 Titular/es:

**BAYER INTELLECTUAL PROPERTY GMBH
(100.0%)
Alfred-Nobel-Strasse 10
40789 Monheim, DE**

72 Inventor/es:

**WAGNER, JOACHIM;
GLADISCH, MICHAEL;
EHBING, HUBERT;
HERWEG, THOMAS y
GOLLAN, JÜRGEN**

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 422 174 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

Dispositivo para el procesamiento de sistemas de reacción polimérica rápida

La presente invención se refiere a un dispositivo para el procesamiento automatizado de sistemas de reacción polimérica rápida, particularmente sistemas de poliuretano, en los que se desea un cambio rápido de formulación al mismo tiempo que un bajo consumo de materia prima.

En el desarrollo de nuevos materiales, deben ensayarse las propiedades de las distintas formulaciones. Es decisivo un cribado rápido de muchas composiciones distintas.

El procesamiento de productos poliméricos de reacción rápida, particularmente productos de poliuretano, se realiza por ejemplo en procedimientos de moldeo por inyección-reacción (RIM, Reaction Injection Moulding). Los correspondientes dispositivos contienen todos los elementos de un reactor químico.

Se transfieren ambos componentes principales, en el caso del poliuretano poliol y poliisocianato, desde depósitos de almacenamiento a los depósitos de trabajo. En los depósitos de trabajo, se llevan las materias primas al estado procesable. Se entiende por esto en primer lugar un acondicionamiento térmico exacto, ya que cada modificación de temperatura conlleva una modificación de viscosidad. Esto puede conducir a problemas en el proceso de procesamiento posterior o a propiedades materiales modificadas del producto. Existe sin embargo también la posibilidad de realizar mezclas individuales a partir de los distintos depósitos de suministro de materia prima mediante etapas de premezcla o de mezclar componentes adicionales como activadores, estabilizadores, espumantes o ignífugos con los respectivos componentes y rellenar solo con estas mezclas los depósitos de trabajo. Para mantener los componentes en estado procesable, estos deben acondicionarse térmicamente y homogeneizarse. Correspondientemente, los depósitos de trabajo están dotados mayoritariamente de camisas de calentamiento y refrigeración. A menudo, se aportan también circuitos de acondicionamiento térmico separados mediante intercambiadores de calor para el cumplimiento exacto de las temperaturas de procesamiento deseadas. Los agitadores de homogeneización pertenecen igualmente a los posibles equipamientos, como sistema automático de relleno, indicadores de nivel, presión y temperatura.

Los equipos de dosificación transportan entonces los componentes en una relación de mezcla definida exactamente desde los depósitos de trabajo al cabezal de mezclado. Aquí se encuentran los reactantes y se combinan entre sí para la mezcla de reacción.

Según el sistema de poliuretano para procesar, se requieren equipos de dosificación de precisión de distintas capacidades de transporte e intervalos de presión. Básicamente, todos deben satisfacer unos altos a máximos requisitos de exactitud de dosificación para mantener la estequiometría. Además de bombas de engranajes y series de bombas de pistón convencionales, se acreditan también bombas de pistón axiales.

Generalmente, se diferencia entre dos procedimientos de procesamiento: el procedimiento a baja presión (BP) y a alta presión (AP).

Mientras que en el procedimiento a BP se aplican a las corrientes de componentes presiones en el intervalo de 300 a 4000 kPa, el procedimiento a AP trabaja a presiones de los componentes en el intervalo de 10000 a 40000 kPa. El mezclado de los componentes en el procedimiento a BP sucede mediante cámaras de mezclado agitadas o con mezcladores estáticos; en el procedimiento a AP, se mezclan los componentes según el principio de inyección a contracorriente: se aprovecha la alta energía cinética producida por las corrientes de componentes a la entrada a la cámara de mezclado para la mezcla.

En el procedimiento a BP, se hacen circular los dos componentes de materia prima antes del mezclado en un intervalo de baja presión, a saber de 300 a 4000 kPa, generalmente por el cabezal de mezclado. Con el suministro de la "carga" se abren válvulas del cabezal de mezclado de accionamiento forzado y sincrónicas que desplazan los componentes en la relación de mezcla requerida a la cámara de mezclado. Una correspondiente cámara de mezclado a BP consiste, por ejemplo, en un cilindro hueco con un agitador intensivo del que se descarga la mezcla de reacción después del mezclado. El agitador debe limpiarse regularmente de las cantidades residuales restantes de mezcla de reacción, por ejemplo mediante un agente de lavado. Aunque esto se realiza automáticamente, son inevitables las paradas de limpieza de la máquina a baja presión. El procesamiento a baja presión se utiliza preferiblemente en instalaciones de procesamiento de poliuretano de régimen sustancialmente continuo (por ejemplo, fabricación de espuma de bloques flexibles).

También es conocido mezclar los componentes directamente con un mezclador estático; la ventaja de este procedimiento consiste en que en el mezclado no son necesarias partes móviles mecánicas. La desventaja de este procedimiento consiste en el procedimiento de purificación costoso del mezclador estático y en el hecho de que este mezclador siempre está lleno de polímero reactivo. Una interrupción de la dosificación conlleva por tanto la producción de desechos o la obstrucción del mezclador. Para evitar estas desventajas, pueden utilizarse mezcladores desechables de plástico, como se comercializan por ejemplo en la compañía Agens Stratmann, Oelde, o WEKEM GmbH, Werne. Resulta sin embargo otra desventaja. Pueden no ser operativas altas presiones de transporte a causa de la estabilidad mecánica del mezclador.

- En el procedimiento a AP, se disponen los componentes en primer lugar a una alta presión de 10000 a 40000 kPa, estos se designan a continuación como comprimidos; este material se transporta entonces por los equipos de dosificación a la presión de trabajo presente al cabezal de mezclado y, según el estado de la técnica, de vuelta al depósito de trabajo por circulación por una válvula de descompresión. Un pistón de control en el cabezal de mezclado se retrae con la activación de la "carga" y libera a este respecto los componentes comprimidos sincrónicamente a la entrada de la boquilla del cabezal de mezclado. Los componentes de polioli e isocianato se combinan entre sí por ejemplo a 20000 kPa en la cámara de mezclado y se mezclan. Cuando se carga la cantidad de producto previamente definida, se cierra el pistón de control de la boquilla del cabezal de mezclado y se abre de nuevo la ruta para la recirculación de los componentes no consumidos; mediante una conducción exacta del émbolo, se limpia a este respecto la cámara de mezclado automáticamente, es decir, la mezcla de reacción todavía no gastada se transporta desde la cámara de mezclado sin residuos. No son necesarios aquí agentes de limpieza adicionales. Las máquinas a alta presión pueden aprovecharse más que las máquinas a baja presión, porque se evitan casi completamente las paradas de limpieza.
- La dosificación de los componentes en relaciones estequiométricas correctas debe ser reproducible en ambos procedimientos y realizarse con gran exactitud. Por eso, se emplean solo equipos de dosificación de precisión
- Con el cambio de formulaciones, tanto en procedimientos de fabricación a BP como a AP, los depósitos de materias primas y conductos de circulación han de limpiarse completamente, lo que no representa realmente un problema en la producción industrial, ya que dichos cambios de producto son comparativamente escasos. Para dichos procedimientos en laboratorios de desarrollo, este cambio de formulación es sin embargo muy frecuente, en parte varias veces al día. Esto representa una clara desventaja para el empleo de dichas máquinas.
- La fabricación de productos poliméricos en procedimientos de moldeo por inyección-reacción es conocido en el estado de la técnica (véanse, por ejemplo, "Reinhard Leppkes: Polyurethane", "Die Bibliothek der Technik", 5ª ed., vol. 91, pág. 23 a 27, Verlag Moderne Industrie 1993 o "Ullmann's Enzyklopädie der Technischen Chemie", 4ª Ed., vol. 19, pág. 316 a 317, Verlag Chemie, Weinheim 1980).
- Los distintos fabricantes ofrecen los correspondientes aparatos. Están disponibles en el mercado dispositivos para el procedimiento de moldeo por inyección-reacción cuyos volúmenes de carga varían en el intervalo entre 16 y 50 cm³ y alcanzan hasta varios cientos de litros.
- Además de en un procesamiento industrial, son también conocidas máquinas para uso a escala piloto con menores volúmenes de carga. Tanto la instalación VARIO-MIX® de Hilger y Kern como la instalación a alta presión de poliuretano PSM 3000 de Isotherm AG son adecuadas para bajos volúmenes de carga. La PSM 3000 de Isotherm tiene sin embargo unos requisitos de espacio de 15 m² y es por tanto poco utilizable en el funcionamiento en laboratorio. El aumento de presión se realiza mediante pistones hidráulicos. Ambas instalaciones poseen largas conducciones de alimentación y circulación desde los depósitos de trabajo hasta la cámara de mezclado y por tanto grandes volúmenes de conducciones. Las desventajas de este diseño de construcción para un cambio de formulación frecuente se han mencionado ya anteriormente.
- Dichas y otras máquinas modernas de procesamiento de pequeñas cantidades para escala de laboratorio o piloto trabajan habitualmente con un canal por cada suministro de materia prima y con dos pistones de presión de funcionamiento en tándem y tienen así una gran necesidad de materia prima y una gran canalización conductora de material para limpiar. Debido a las construcciones de las máquinas con circuitos de materia prima, es necesaria una cantidad de materia prima en el intervalo de al menos 10 kg. Un cambio rápido de formulación no es posible aquí, ya que la limpieza de las conducciones así como del cabezal de mezclado son correspondientemente laboriosas.
- No es posible aquí un cribado económico de nuevos materiales ya que, por un lado existe un alto consumo de materias primas que se encuentran en las conducciones. Además, la gran necesidad de tiempo en la limpieza por un cambio de formulación representa un factor de coste.
- La publicación EP-A-529651 da a conocer un dispositivo según el preámbulo de la reivindicación 1.
- La publicación US-A-4908168 da a conocer un dispositivo de RIM de laboratorio que no puede tratar cantidades pequeñas de reactivos.
- El objetivo de la presente invención consiste pues en preparar un dispositivo para un procedimiento de moldeo por inyección-reacción de sistemas de reacción poliméricos con una baja necesidad de materia prima y requisitos de espacio. Particularmente, la necesidad de materia prima por componente debe ascender a menos de 200 ml por componente. Debe ser posible un cambio rápido de formulación, es decir, también la limpieza del dispositivo debe llevarse a cabo rápida y sencillamente. Dicho cambio de formulación debería ser realizable en un periodo de menos de 60 min. Los resultados obtenidos deben ser reproducibles y trasladables a escala industrial. El molde de inyección debe presentar una superficie en el intervalo de tamaño de DIN A5 y un grosor de aproximadamente 2 a 10 mm. Al mismo tiempo, el dispositivo correspondiente debe presentar unos requisitos de espacio bajos para que sea posible su funcionamiento en laboratorio, por ejemplo en una campana extractora transitable.

El objetivo en que se basa la presente invención se consigue mediante un dispositivo en que se procesan automáticamente al menos dos componentes a alta presión. En dicho dispositivo, se mezclan en un cabezal de mezclado los al menos dos componentes a alta presión con solo un pistón de presión cada uno y eventualmente con varios depósitos de trabajo por canal de materia prima para comprimir los respectivos componentes.

5 Se muestra esquemáticamente en la Fig. 1 una posible configuración. Un dispositivo según la invención comprende los depósitos de trabajo 1a y 1b, que contienen los componentes de reacción R1 o R2. En los depósitos de trabajo 1a y 1b pueden aplicarse, además de aire a presión, también gases inertes alternativos (intervalo de presión de 0 a 1000 kPa), para evitar inclusiones de burbujas de aire en los componentes de reacción R1 y R2. Entre los depósitos de trabajo 1a y 1b y el equipo de mezclado, se encuentran las válvulas de bloqueo de retorno por resorte 9a y 9b (normalmente
10 abiertas) accionadas eléctrica o neumáticamente, a las que puede aplicarse en el lado primario 0-1000 kPa y en el lado secundario 0-40000 kPa. La configuración de la presión en los pistones de presión 3a y 3b se realiza respectivamente mediante los motores lineales accionados eléctricamente 5a y 5b, que comprimen las soluciones de materia primera en los pistones de presión 3a y 3b mediante un acumulador de energía mecánica con resortes de platillo 4a y 4b. Mediante las boquillas de inyección 6a y 6b, se introducen los componentes en la cámara de mezclado 7 y de allí al molde F. La
15 zona central del dispositivo, compuesta por la cámara de mezclado 7 y las boquillas de inyección 6a y 6b, se representa como una sección aumentada dentro de la Fig. 1.

En un dispositivo según la invención, se encuentran los pistones de presión 3a y 3b y los depósitos de trabajo 1a y 1b espacialmente cercanos al cabezal de mezclado. Así se garantiza que el volumen de conducción no supere los 5 cm³ por canal de materia prima. La materia prima respectiva fluye desde los depósitos de trabajo 1a o 1b cuando el cabezal de mezclado 7 está cerrado a los respectivos pistones de presión 3a y 3b, y se comprime allí después de cerrarse las
20 válvulas de bloqueo 9a y 9b. Mediante múltiples rellenos y vaciados cíclicos de los componentes de materia prima en los respectivos suministros de materia prima, el aire que se encuentre eventualmente en el sistema se comprimirá desde las conducciones hasta los depósitos de trabajo. Las conducciones y los depósitos de trabajo, y por tanto también el producto final posterior, están por tanto exentos de inclusiones de aire. Sin embargo, en caso necesario, pueden
25 introducirse también en las materias primas gases especiales, o también aire, por agitadores con palas de agitación especiales y homogeneizarse a una presión de como máximo 1000 kPa ya en los depósitos de suministro. Esto permite la fabricación de productos finales espumados.

La aplicación de presión al material bruto líquido en los pistones de presión 3a y 3b se realiza con la ayuda de los motores lineales accionados eléctricamente 5a y 5b. Mediante el uso de motores eléctricos, se reduce la necesidad de espacio del aparato completo. Los pistones de presión de acción hidráulica, como son conocidos en el estado de la técnica, tienen una necesidad de espacio claramente elevada.

Según la invención, se realiza la aplicación de presión al material bruto líquido mediante los acumuladores de energía mecánica acoplados 4a y 4b, que están compuestos en este diseño concreto como resortes de platillo. La materia prima se comprime en el pistón de presión 3a o 3b a una presión en el intervalo de 10000 a 40000 kPa y los resortes de platillo almacenan a este respecto energía para el comienzo de la dosificación. Por tanto, proporcionan una presión
35 sustancialmente constante ya en el comienzo de la dosificación, hasta que la dosificación transcurre a movimiento constante.

La retirada del émbolo de presión de la cámara de mezclado en la cámara de mezclado 7 durante el periodo del tiempo de dosificación abre los canales de materia prima y conduce a un mezclado a alta presión de los reactantes con posterior descarga del material reactivo en el molde F. El movimiento del émbolo de presión de la cámara de mezclado puede realizarse eléctrica o neumáticamente a voluntad.

La introducción de los componentes de materia primera en la cámara de mezclado se realiza por las boquillas 6a y 6b. Estas se encuentran en una línea o las aberturas para las boquillas se encuentran opuestas entre sí en el cabezal de mezclado. Las boquillas están configuradas respectivamente como boquillas anulares mediante una cubierta y una
45 aguja cónica dispuesta céntricamente. Las secciones transversales de las boquillas (modificación del espacio anular) pueden alterarse antes y también durante el proceso de mezclado desde fuera mediante la modificación de la profundidad de penetración de la aguja cónica. Dicho ajuste es posible tanto manual como electrónicamente. Esto permite una adaptación exacta de la presión de mezclado y el caudal de dosificación. Los sensores correspondientemente fijados para presión del depósito de trabajo, presión del pistón de presión, presión de mezclado, posición del pistón, temperaturas del producto y temperaturas de la mezcla permiten una observación detallada del procedimiento de procesamiento. Una transmisión de los datos de los sensores a un PC a intervalos de pocos milisegundos permite además la supervisión de la reacción incluso durante el curso de la reacción.

Preferiblemente, el cabezal de mezclado mismo presenta exclusivamente canales lineales. Estos permiten una limpieza sencilla del cabezal de mezclado desde fuera mediante troqueles metálicos sin un costoso desmontaje. Todas las alimentaciones al cabezal de mezclado se encuentran en un plano. La cámara de mezclado misma es un inserto cilíndrico que puede fabricarse también como constituyente plástico fácil y económicamente. Este inserto está fijado en el cabezal de mezclado mediante tornillos y puede desmontarse fácilmente soltando estos tornillos. Por eso, es posible sin problemas un cambio de la cámara de mezclado por un cambio de formulación. Una cámara de mezclado según la invención presenta, por ejemplo, un volumen de mezcla de aprox. 2 a 3 mm³, ascendiendo a ≤ 15 mm³ el volumen total

hasta la transición de la cámara de mezclado al molde, incluyendo la aguja de alimentación. Debido a los bajos volúmenes de conducción, el volumen de material bruto requerido es $\leq 200 \text{ cm}^3$ por componente.

- 5 Los depósitos de trabajo 1a y 1b, los pistones de presión 3a y 3b y el cabezal de mezclado 7 se acondicionan térmicamente independientemente entre sí. Así, es posible calentar la materia primera a una temperatura de hasta 80°C. Igualmente, el molde, que está movido o conectado a la salida del cabezal de mezclado, puede calentarse a una temperatura de hasta 130°C. También es posible cargar una mezcla de reacción no en un molde, sino en un recipiente abierto adecuado. Esto posibilita, por ejemplo, el control respecto a reactividad y calidad de mezcla, color, viscosidad y homogeneidad de una formulación en las condiciones de procesamiento reguladas.
- 10 El dispositivo según la invención posibilita el procesamiento de componentes reactivos con tiempos de cremado en el intervalo de 0,5 hasta más de 100 s. Los tiempos de dosificación pueden variar a este respecto entre 0,3 y 20 s, pudiendo ascender la precisión de los tiempos de dosificación, por ejemplo, a un milisegundo. Son fácilmente practicables tiempos de dosificación mayores en caso necesario. Pueden procesarse materias primas que presenten, por ejemplo, una viscosidad de 1 a 10000 mPas, pudiendo ascender la velocidad de descarga al intervalo de 100 g/s a menos de 0,5 g/s.
- 15 Los componentes de materias primas se introducen en la cámara de mezclado, por ejemplo, a contracorriente de alta presión de 10000 a 40000 kPa. Debido a las conducciones lineales cortas así como al funcionamiento a alta presión, puede mantenerse bajo el tiempo necesario para un cambio de formulación. Es posible el mismo en un marco temporal de aprox. 15 a 30 min. Además, el dispositivo según la invención presenta una baja necesidad de espacio de aprox. 2 m². En un laboratorio, podría acomodarse por tanto el dispositivo según la invención, que se desplaza fácilmente por ejemplo con la ayuda de rodillos, en una campana de extracción transitable.
- 20
- 25 La supervisión y control del dispositivo se realizan electrónicamente mediante un PC conectado y un CLP ligado. Mediante una pantalla táctil, es posible una manipulación sencilla. Con la ayuda de los correspondientes programas, pueden monitorizarse continuamente todos los parámetros sensores y regularse los parámetros de procedimiento en caso necesario. También las temperaturas de producto, así como la temperatura de molde, pueden supervisarse correspondientemente.

REIVINDICACIONES

1. Dispositivo para el procesamiento automatizado de sistemas de reacción poliméricos con al menos dos componentes a alta presión con solo un pistón de presión cada uno y eventualmente varios depósitos de trabajo por canal de materia prima para comprimir los componentes respectivos y un cabezal de mezclado, **caracterizado porque** el volumen de conducciones entre el pistón de presión y el cabezal de mezclado asciende a $\leq 5 \text{ cm}^3$ por canal de materia prima.
2. Dispositivo según la reivindicación 1, **caracterizado porque** los motores lineales eléctricos comprimen las materiales brutos líquidos que se encuentran en los pistones de presión.
3. Dispositivo según la reivindicación 2, **caracterizado porque** los motores lineales eléctricos comprimen los materiales brutos mediante un acumulador de energía mecánica.
4. Dispositivo según la reivindicación 3, **caracterizado porque** el acumulador de energía mecánica presenta resortes de platillo.
5. Dispositivo según una de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado porque** los materiales brutos se comprimen en los pistones de presión a una presión respectivamente en el intervalo de 10000 a 40000 kPa.
6. Dispositivo según una de las reivindicaciones 1 a 5, **caracterizado porque** todas las alimentaciones al cabezal de mezclado se encuentran en un plano y las boquillas de inyección mediante las que entran los materiales brutos en el cabezal de mezclado se encuentran combinados en una línea.
7. Dispositivo según la reivindicación 6, **caracterizado porque** las secciones transversales de la tobera son ajustables manual o electrónicamente.
8. Dispositivo según una de las reivindicaciones 1 a 7, **caracterizado porque** el cabezal de mezclado presenta exclusivamente canales lineales.
9. Dispositivo según la reivindicación 8, **caracterizado porque** la cámara de mezclado comprende un revestimiento de plástico.
10. Dispositivo según una de las reivindicaciones 1 a 9, **caracterizado porque** el cabezal de mezclado presenta un volumen de mezcla $\leq 15 \text{ mm}^3$ incluyendo la aguja.
11. Dispositivo según una de las reivindicaciones 1 a 10, **caracterizado porque** el volumen de materia prima necesaria por componente asciende a 200 cm^3 o menos.
12. Dispositivo según una de las reivindicaciones 1 a 11, **caracterizado porque** los depósitos de trabajo se pueden acondicionar térmicamente hasta una temperatura de 80°C .
13. Dispositivo según una de las reivindicaciones 1 a 12, **caracterizado porque** el molde se puede acondicionar térmicamente hasta una temperatura de 130°C .
14. Dispositivo según una de las reivindicaciones 1 a 13, **caracterizado porque** presenta una supervisión con la que pueden controlarse y supervisarse la presión de mezcla, desplazamiento de pistón y aumento de presión en el molde durante el curso de la reacción.
15. Procedimiento para la fabricación de cuerpos de moldeo poliméricos en procedimientos de RIM usando un dispositivo según una de las reivindicaciones 1 a 14.

Fig. 1: Configuración esquemática

