

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 425 195**

51 Int. Cl.:

**C08C 2/00** (2006.01)

**C08L 9/00** (2006.01)

**C08L 23/22** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **17.09.2009 E 09814120 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **12.06.2013 EP 2328937**

54 Título: **Procedimiento para la producción de caucho sintético libre de agua y disolvente**

30 Prioridad:

**19.09.2008 EP 08105393**

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

**14.10.2013**

73 Titular/es:

**LANXESS INTERNATIONAL SA (100.0%)  
Route Louis Braille 12  
1763 Granges-Paccot, CH**

72 Inventor/es:

**KIRCHHOFF, JÖRG;  
BÄCKER, WERNER;  
FELLER, ROLF;  
WAGNER, PAUL;  
LOVEGROVE, JOHN y  
PAUL, HANNS-INGOLF**

74 Agente/Representante:

**VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro**

**ES 2 425 195 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

Procedimiento para la producción de caucho sintético libre de agua y disolvente

5 La presente invención se refiere a polímeros libres de agua y disolvente, en particular productos de caucho sintético libres de agua y disolvente tal como productos de caucho de butilo halogenados o no halogenados, así como a un procedimiento para su producción. La invención además se refiere a un dispositivo apropiado para conseguir dicho procedimiento.

10 Los cauchos sintéticos tienen usos industriales importantes y normalmente se producen por medio de (co)polimerización de monómeros, que normalmente se lleva a cabo por medio de procedimientos en suspensión, emulsión o solución. Ejemplos de cauchos sintéticos incluyen cauchos de butilo y cauchos de butilo halogenados, poliisobutileno, cauchos de clase-M de dieno de etileno y propileno (EPDM), cauchos de butadieno y nitrilo (NBR) y cauchos de estireno-butadieno (SBR).

15 Tras la (co)polimerización, la mezcla de descarga del reactor contiene al menos el polímeros, disolventes, monómeros residuales y el catalizador. Para recuperar el polímero, normalmente se trata la corriente de descarga con vapor y agua caliente. La mayoría del disolvente y los monómeros sin reacción se lavan abundantemente de este modo. Una desventaja del contacto con el vapor y el agua es que se coagulan los cauchos sintéticos. Posteriormente, los polímeros de caucho están presentes en forma de grumos húmedos en agua. Posteriormente, se separa la mayoría del agua por medio de drenaje, seguido, por ejemplo, de la aplicación de extrusoras de secado y una etapa final de secado a vacío.

20 Se lleva a cabo la copolimerización de isobuteno e isopreno, que conduce a caucho de butilo, por ejemplo industrialmente a temperaturas reducidas de aproximadamente  $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$  a  $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$  para obtener masas molares elevadas. El procedimiento de suspensión usa clorometano como diluyente mientras que el procedimiento en solución usa un hidrocarburo inerte como disolvente. Tras la polimerización, el polímero de caucho de butilo está presente bien como suspensión en clorometano o bien como solución homogénea en un hidrocarburo. Los monómeros que no han reaccionado también están presentes en la mezcla de descarga del reactor. Es necesario recuperar y aislar el polímero de caucho de butilo a partir del diluyente o disolvente.

25 En el procedimiento en suspensión, se trata la corriente de descarga del reactor de polimerización con vapor y agua caliente en un tambor de lavado. La mayoría del clorometano y los monómeros que no han reaccionado se lavan abundantemente de este modo y se separa el agua de los vapores por medio de condensación. Cuando se procesa el polímero del reactor de manera adicional, tal como por medio de halogenaciones, se puede recuperar el caucho de butilo directamente como solución por medio de descarga del contenido del reactor en el interior de un disolvente caliente tal como hexano. Se evapora el clorometano después de esta etapa y posteriormente se aplica una etapa de separación para retirar los residuos de monómeros restantes.

30 En el procedimiento en solución, se aplican un disolvente de hidrocarburo inerte y un catalizador de haluro de alquil aluminio durante la etapa de polimerización. Posteriormente, se retiran los monómeros restantes, de la solución del reactor por medio de un procedimiento de separación por destilación. Tras la etapa de destilación, el polímero de caucho de butilo está presente en forma de solución homogénea en un hidrocarburo. Esta solución bien se puede procesar de manera adicional, tal como se puede someter a una etapa de halogenación, o bien se puede aislar directamente el polímero de caucho de butilo a partir de la solución. El aislamiento del caucho de butilo a partir de la solución es similar al del procedimiento en suspensión y también implica el contacto con el vapor y el agua caliente, por medio del cual el polímero coaguló. Posteriormente, el polímero de caucho de butilo está presente en forma de grumos húmedos en agua (de un 6 a un 10 % en peso de polímero en agua). Para contrarrestar la coagulación, se añaden sales de ácidos grasos en el tambor de lavado que contiene grumos de caucho de butilo en agua tras el procedimiento de coagulación/separación de vapor. Tras la adición de aditivos, posteriormente se convierte el caucho de butilo en una forma final de fardo comercial a través del secado posterior. Normalmente, el secado se lleva a cabo por medio de drenaje, seguido de la aplicación de extrusoras de secado y una etapa final de secado en un lecho fluidizado.

35 La modificación química importante comercialmente del caucho de butilo es halogenación que conduce a caucho de butilo clorado y bromado, en lo sucesivo también denominados cauchos de halobutilo o individualmente caucho de bromobutilo o caucho de clorobutilo.

40 El caucho de halobutilo se produce técnicamente poniendo en contacto una solución de caucho de butilo normal en un alcano con cloro o bromo en un recipiente agitado. Generalmente, dicha solución viene indicada como cemento. Se neutralizan el halógeno y el ácido halohídrico que no han reaccionado, formados como subproductos por medio de la adición de una solución cáustica. También se pueden incorporar aditivos en esa etapa. Posteriormente, se separa la solución resultante por medio de vapor para retirar el disolvente, coagulando de este modo el caucho para dar lugar al producto sólido. Generalmente, el producto sólido se recupera en forma de un 5 a un 12 % de suspensión en agua. Los estabilizadores y/o los antioxidantes se añaden al caucho de butilo halogenado inmediatamente antes de la recuperación. Posteriormente, el caucho de butilo halogenado se somete a terminación usando un equipo de secado mecánico en un procedimiento análogo al usado para el caucho de butilo normal; no

obstante, debido a la mayor reactividad del producto halogenado, se emplean condiciones menos severas.

Los procedimientos anteriormente mencionados para la coagulación y separación por vapor tienen un consumo energético muy elevado. Se requiere una gran cantidad de vapor no solo para evaporar el disolvente sino también para mantener el contenido completo de agua de los tambores de separación a una temperatura elevada. También es necesaria la adición de vapor adicional para separar cantidades residuales de disolvente por medio de la rebaja de la presión parcial del disolvente en el tambor de separación.

Los procedimientos anteriormente mencionados también utilizan una gran cantidad de agua debido a que la concentración de caucho de butilo en la suspensión tras la coagulación es generalmente solo de un 5 a un 12 % en peso y solo de un 5 % a un 20 % para los cauchos de butilo halogenados. Toda el agua de esta suspensión constituye agua residual y se requiere su eliminación. Mientras que el agua residual contiene sales de sodio procedentes de la neutralización, el reprocesado y el reciclaje de agua residual para retirar las sales de sodio no es económicamente viable debido a que la concentración de sal es demasiado baja.

Se separan mecánicamente los grumos de caucho del agua en masa usando tamices o bandejas de tamices simples. El caucho de (halo)butilo todavía contiene de aproximadamente un 30 a un 50 % de agua después de esta primera separación. Posteriormente, se lleva a cabo un secado mecánico adicional usando extrusoras por medio de amasado del producto y escurrido del agua. La desventaja de este procedimiento de secado mecánico es la contaminación del agua por medio de pequeñas partículas de caucho que no fueron retenidas por los tamices con el resultado de que el agua residual requiere un tratamiento adicional.

La eliminación de agua mecánica anteriormente mencionada puede únicamente disminuir el contenido de humedad por debajo de aproximadamente un 5 a un 15 %. Posteriormente, se requieren etapas adicionales de secado térmico. De este modo, el caucho se calienta hasta 150 a 200 °C bajo presión en una extrusora de husillo individual o de husillo doble. Se instala una placa de boquilla para mantener la presión. Cuando se empuja el caucho a través de la placa de boquilla, se evapora el agua del caucho y se forman grumos porosos abiertos. Posteriormente, un dispositivo de corte lleva a cabo el corte de los grumos para dar lugar a piezas pequeñas. Los grumos son transportados a un secador convectivo en el que se retira la humedad residual por medio de aire caliente. Tras dicho secado, generalmente el caucho de (halo)butilo tiene un contenido de humedad de un 0,1 a un 0,7 %. Posteriormente, se requiere una etapa de enfriamiento, que se logra haciendo fluir aire frío a través de los grumos de caucho, para enfriar los grumos de caucho de butilo por debajo de la temperatura máxima de formación de fardos de 60 °C. A continuación, se forman los grumos para dar lugar a fardos por medio de prensas hidráulicas, y se envasan los fardos en cajas o banastas para transporte.

Los procedimientos anteriormente mencionados para secado de cauchos de (halo)butilo son complejos y requieren un equipo amplio. Además, los parámetros del procedimiento se deben controlar cuidadosamente para evitar el calor y la tensión de cizalladura, que podrían acelerar la degradación del caucho de (halo)butilo.

Se han desarrollado varios procedimientos especiales con el objetivo de retirar agua y los disolventes orgánicos volátiles de los polímeros. La desgasificación de la extrusora a vacío con o sin el uso de agentes separadores ha ganado aceptación en las aplicaciones prácticas como la técnica más importante, no obstante, los requisitos energéticos de dichos procedimientos de la técnica anterior son bastantes elevados.

El documento US 3.117.953 A1 divulga un aparato y un procedimiento para purificar polietileno de alta presión. La sustitución de cemento de caucho sintético por polietileno en el documento US 3.117.953 A1, no obstante, tendría como resultado grumos que se forman antes de entrar en la extrusora, lo cual no resulta deseable en modo alguno.

El documento DE 195 37 113 divulga un procedimiento y un aparato para resinas poliméricas, en particular poli(resinas de carbonato) que usa un separador de vapor, un decantador y una extrusora. No obstante, la introducción del vapor tendría como resultado un contenido elevado indeseable de agua residual o un consumo energético muy elevado.

El documento US 4.055.001 divulga un procedimiento para la preparación de polímeros tales como caucho de butilo que tienen un contenido de agua de menos de un 0,1 % en peso, por medio del uso de sonotrodos durante el procedimiento de secado. No obstante, la tensión de cizalladura muy elevada asociada al uso de ultrasonidos es prohibitiva para los polímeros tal como los caucho de halobutilo.

El documento US. 5.283.021 A1 divulga un procedimiento de dos etapas para retirar disolvente de una solución polimérica elastomérica. De este modo, la solución polimérica se calienta directamente por medio de calentamiento de un fluido y se pulveriza a vacío. Durante la pulverización, se evapora el disolvente formándose de este modo grumos que posteriormente se alimentan en una extrusora para posterior desgasificación. No obstante, la formación de grumos en esa etapa no resulta deseable.

El documento EP 1 127 609 A2 divulga un procedimiento para tratar un producto en al menos un amasador. El documento EP 1 127 609 A2 usa energía introducida en parte a través de la pared del propio amasador para evaporar el disolvente de las soluciones que contienen elastómeros y termoplásticos. Por tanto, se requiere un amasador con una gran área superficial ya que los costes de inversión son elevados. Se introduce otra parte de la

energía por medio de un eje rotatorio del amasador como energía mecánica. La energía mecánica es más cara y por tanto es ambientalmente desventajosa cuando se compara con el calentamiento de vapor. Los amasadores usados en el documento EP 1 127 609 A2 requieren una gran sintonía entre mantenimiento y limpieza. La introducción de energía mecánica por medio del amasador, por tanto, depende en gran medida de la viscosidad del producto, lo cual reduce la flexibilidad del procedimiento.

El documento EP 1 165 302 A1 divulga un dispositivo y un procedimiento para desgasificar plásticos. El aparato del documento EP 1 165 302 A1 es una extrusora con una purga trasera y varias secciones de purga operadas a vacío. Se necesita el vacío para lograr bajas concentraciones de volátiles residuales. El documento EP 1 165 302 A1 divulga que se puede aplicar un agente de separación para mejorar más la eficiencia de desgasificación. El plástico usado en el documento EP 1 165 302 A1, el policarbonato termoplástico, permanecen en masa fundida que fluye al final del procedimiento de desgasificación. No obstante, un cemento de caucho sintético procesado de acuerdo con el documento EP 1 165 302 A1, se convertiría en grumos al final de la etapa de desgasificación y no se podría procesar más.

El documento US 4 055 001 A1 divulga un procedimiento para retirar compuestos polares volátiles tales como agua o disolventes orgánicos de materiales no polares haciendo pasar dicho material a través de al menos una cavidad resonante de cinta transportadora neumática que opera a una frecuencia de microondas. No obstante, el empleo de microondas limita significativamente el escalado creciente debido, normalmente, a la baja penetración.

El documento DE 195 37 113 A divulga un procedimiento para la producción de gránulos poliméricos a partir de soluciones de termoplásticos por medio de la preconcentración seguida de concentración adicional y secado, extrusión y granulado. La desgasificación del disolvente se lleva a cabo antes del granulado. El documento divulga un amasador de desgasificación con una extrusora conectado directamente al mismo para transportar el polímero desde el amasador hasta el punto de alimentación de una extrusora de desgasificación aguas abajo. No obstante, el dispositivo no comprende una unidad de calentamiento ubicada entre la unidad del concentrador y la unidad de la extrusora. Además, el dispositivo divulga la desgasificación únicamente para termoplásticos pero no para las soluciones de caucho elastomérico.

El documento EP 102122 A divulga un dispositivo y un procedimiento para recuperar el polímero de una masa fundida o solución que contiene componentes volátiles. El dispositivo consiste en una zona de evaporación que pasa, por medio de un dispositivo de medición, que puede funcionar también como dispositivo de reducción de presión, al interior de una extrusora de desvolatilización. El dispositivo de medición y de reducción de presión hace posible también el procesado de masas fundidas altamente viscosas de polímeros de alto peso molecular y el rellenado de los husillos de la extrusora de manera incompleta, de manera que tiene lugar la desvolatilización sustancial en la extrusora. No obstante, el dispositivo no es apropiado para la desgasificación de soluciones de caucho viscoelástico ya que no forman una masa fundida tras el calentamiento y posterior desgasificación sino que experimentan una transición de fase para dar lugar a grumos sólidos que tienden a colapsar la extrusora.

A la vista de lo anterior, por tanto un objetivo de la presente invención es proporcionar un procedimiento continuo, eficiente energéticamente y favorable ecológica y económicamente para retirar compuestos volátiles de un fluido que contiene al menos un polímero, preferentemente al menos un caucho sintético, que genera un producto polimérico que está sustancialmente libre de compuestos volátiles.

Este objetivo se soluciona por medio de un procedimiento para retirar compuestos volátiles de un fluido (F) que contiene al menos un polímero no volátil y al menos un compuesto volátil que comprende al menos las etapas de:

a) tratar el fluido (F) en al menos una unidad de concentrador que comprende al menos un calentador, un recipiente de desgasificación (4) y una tubería de vapor, en el que el fluido (F) se calienta, el fluido caliente (G) se alimenta en el interior de un recipiente de desgasificación en el que parte de los compuestos se retiran por medio de la tubería de vapor para obtener un fluido concentrado (H),

b) recalentar el fluido concentrado (H) de la etapa a) en al menos una unidad de recalentamiento para obtener un fluido (L) concentrado y recalentado;

c) alimentar el fluido (L) concentrado recalentado de la etapa b) en al menos una unidad extrusora que comprende al menos una sección de desgasificación de la extrusora que comprende al menos una sección de transporte, un puerto de purga con una o más tuberías de vapor, una sección de acumulación y una sección de salida, por medio de la cual se retiran los compuestos volátiles a través de los puertos de purga y las tuberías de vapor;

en el que el polímero no volátil es un producto de caucho sintético y el fluido (L) concentrado recalentado fluye libremente tras penetrar en la sección de desgasificación de la extrusora y el producto (P) obtenido en la sección de salida (22) está sustancialmente libre de compuestos volátiles.

Se apunta que el alcance de la invención también engloba cualesquiera combinaciones deseadas de los intervalos y áreas de preferencia especificadas para cada característica.

A la vista de lo anterior, un objeto de la presente invención fue por tanto proporcionar un procedimiento continuo, eficiente energéticamente, y ecológica y económicamente favorable para retirar compuestos volátiles de un fluido que contiene al menos un polímero, preferentemente al menos un caucho sintético, generando un producto polimérico que está sustancialmente libre de compuestos volátiles.

5 Este objetivo se consigue por medio de un procedimiento para retirar compuestos volátiles de un fluido (F) que contiene al menos un polímero no volátil y al menos un compuesto volátil que comprende al menos las etapas de:

10 a) tratar el fluido (F) en al menos una unidad de concentrador que comprende al menos un calentador, un recipiente de desgasificación (4) y una tubería de vapor, en el que el fluido (F) se calienta, el fluido caliente (G) se alimenta en el interior de un recipiente de desgasificación en el que parte de los compuestos se retiran por medio de la tubería de vapor para obtener un fluido concentrado (H),

b) recalentar el fluido concentrado (H) de la etapa a) en al menos una unidad de recalentamiento para obtener un fluido (L) concentrado y recalentado;

15 c) alimentar el fluido (L) concentrado recalentado de la etapa b) en al menos una unidad extrusora que comprende al menos una sección de desgasificación de la extrusora que comprende al menos una sección de transporte, un puerto de purga con una o más tuberías de vapor, una sección de acumulación y una sección de salida, por medio de la cual se retiran los compuestos volátiles a través de los puertos de purga y las tuberías de vapor;

en el que el fluido (L) concentrado y recalentado fluye libremente tras entrar en la sección de desgasificación de la extrusora y el producto (P) obtenido en la sección de salida está sustancialmente libre de compuestos volátiles.

20 Se apunta que el alcance de la invención también engloba cualesquiera combinaciones deseadas de los intervalos y áreas de preferencia especificadas para cada característica.

En el contexto de la presente invención, la expresión "que fluye libremente" significa una viscosidad dentro del intervalo de 500 a 50.000.000 mPa\*s, preferentemente de 5.000 a 30.000.000 mPa\*s y del modo más preferido de 10.000 mPa\*s a 300.000 mPa\*s.

25 Con tal de que no se mencione lo contrario, los valores de viscosidad de los fluidos se refieren a la viscosidad de cizalladura cero extrapolada a partir de las mediciones a una temperatura dada, usando un viscosímetro de Haake Rheostress RS 150 o un reómetro rotacional de tipo cono-placa para muestras muy viscosas.

30 En el contexto de la presente invención, la expresión "sustancialmente libre de compuestos volátiles" significa una concentración total de compuestos volátiles de menos de un 1 % en peso, preferentemente de menos de un 0,5 % en peso, basado en la masa del polímero no volátil.

En particular, la expresión "sustancialmente libre de compuestos volátiles" significa sustancialmente libre de agua y sustancialmente libre de compuestos orgánicos volátiles.

35 Se considera que los polímeros no volátiles son sustancialmente libres de agua, si la concentración de agua residual es menor de un 0,5 % en peso, preferentemente menor de un 0,25 % en peso, más preferentemente menor de un 0,1 % en peso y del modo más preferido menor de un 0,075 % en peso, basado en la masa del polímero.

En el contexto de la presente invención, la expresión "compuestos orgánicos volátiles" significa compuestos orgánicos que tienen un punto de ebullición por debajo de 250 °C a presión normalizada.

40 Se considera que los polímeros no volátiles están sustancialmente libres de compuesto orgánicos volátiles, si la concentración de dichos compuestos orgánicos volátiles es menor de un 0,75 % en peso, preferentemente menor de un 0,25 % en peso y del modo más preferido menor de un 0,1 % en peso, basado en la masa del polímero. Normalmente, dichos compuestos orgánicos volátiles son los disolventes empleados en la polimerización o en las etapas de procesado posteriores tal como una etapa de halogenación e incluyen hidrocarburos tal como hexanos y pentanos.

Polímeros no volátiles preferidos son productos de caucho sintéticos.

45 En el contexto de la presente invención, la expresión productos de caucho sintéticos incluye cauchos de butilo y cauchos de butilo halogenados, poliisobutileno, cauchos de la clase M de dieno de propileno y etileno (EPDM), cauchos de butadieno y nitrilo (NBR) y cauchos de estireno-butadieno (SBR). Los productos de caucho sintéticos preferidos son cauchos de butilo y cauchos de halobutilo tal como caucho de bromobutilo y clorobutilo, en el que el caucho de bromobutilo es incluso más preferido.

50 En el contexto de la presente invención, caucho de butilo indica un (co)-polímero de isobuteno (2-metilpropeno) e isopreno (2-metilbuta-1,3-dieno). En base en moles, el contenido de isopreno del polímero está entre un 0,001 % y 5, preferentemente entre un 1,8 y un 2,3 % en moles. El caucho de butilo está formado por cadenas de poliisobuteno lineales con unidades de isopreno distribuidas de manera uniforme. Las unidades de isopreno introducen sitios

saturados en la cadena polimérica para permitir el vulcanizado. El peso molecular medio en masa de las moléculas de caucho de butilo  $M_w$  es normalmente de 50.000 y 1.000.000 g/mol, preferentemente entre 300.000 y 1.000.000 g/mol.

5 Los cauchos de butilo halogenados también contienen una determinada cantidad de halógeno químicamente unido a las moléculas de caucho. Normalmente, la cantidad de halógeno químicamente unido está dentro del intervalo de más de 0 a un 3 % en peso, con respecto a la masa total del polímero. Los cauchos de (halo)butilo también pueden contener aditivos, por ejemplo de 0,0001 a 4 phr (phr = partes por cada 100 partes de caucho con respecto al peso de caucho), aceite de soja epoxidado (ESBO), de 0,0001 a 5 phr de estearato de calcio y de 0,0001 a 0,5 phr de antioxidantes. También se pueden aplicar otros aditivos, dependiendo de la aplicación del producto de caucho de butilo, es decir, cargas o colorantes.

10 En el caso del caucho de bromobutilo, el contenido típico de bromo en el producto acabado es de un 1,5 a un 2,5 % en peso, preferentemente de un 1,6 a un 2,0 % en peso.

En el caso de clorobutilo, el contenido típico de cloro en el producto acabado es de un 1,0 a un 1,5 % en peso, preferentemente de un 1,5 a un 1,35 % en peso.

15 El objeto de la invención se describirá con más detalle por medio de los dibujos adjuntos en los cuales:

La Figura 1 muestra una unidad de concentrador de etapa individual, una unidad de recalentamiento y una unidad extrusora que comprende una sección de desgasificación de la extrusora, una sección de acumulación y una sección de salida.

20 La Figura 2 muestra una unidad de concentrador de etapa individual, una unidad de recalentamiento y una unidad extrusora que comprende dos secciones de desgasificación de la extrusora, dos secciones de acumulación y una sección de salida.

25 La Figura 3 muestra una unidad de concentrador de etapa individual que tiene una válvula de liberación de presión, una unidad de recalentamiento y una unidad extrusora que tiene una válvula de liberación de presión y que además comprende dos secciones de desgasificación de la extrusora, dos secciones de acumulación y un alimentador lateral y una sección de salida.

La Figura 4 muestra una unidad de concentrador de etapa doble, una unidad de recalentamiento y una unidad extrusora que comprende una sección de desgasificación de la extrusora, una sección de acumulación y una sección de salida.

30 La Figura 5 muestra una unidad de concentrador de etapa individual, una unidad de recalentamiento y una unidad extrusora que comprende tres secciones de desgasificación de la extrusora, tres secciones de acumulación y una sección de salida, en la que la sección de salida de la extrusora es una sección de desgasificación inversa.

35 La Figura 6 es una unidad de concentrador de etapa individual que comprende un dispositivo de regulación de presión, una unidad de recalentamiento y una unidad extrusora que comprende un dispositivo de regulación de presión cuatro secciones de desgasificación de la extrusora, cuatro secciones de acumulación y una sección de salida, en la que una sección de desgasificación de la extrusora es una sección de desgasificación inversa

40 La Figura 7 es una unidad de prelavado de etapa individual, una unidad de concentrador de etapa individual, una unidad de recalentamiento y una unidad extrusora que comprende una sección de desgasificación de la extrusora, una sección de acumulación y una sección de salida.

La Figura 8 muestra una unidad de prelavado básica.

La Figura 9 muestra una unidad de prelavado que comprende un agente de coalescencia.

La Figura 10 muestra una unidad de prelavado de etapa doble.

La Figura 11 muestra una unidad de prelavado de etapa doble que tiene calentadores adicionales.

45 La Figura 1 muestra una realización básica y ejemplar de la etapa de procedimiento. En la etapa a), se transfiere el Fluido F que contiene al menos un polímero no volátil y al menos un compuesto no volátil, por medio de la bomba 1 al calentador 2, donde se calienta el fluido F.

50 El fluido F, también denominado cemento, contiene por ejemplo de un 3 a un 50 % en peso de un polímero no volátil, preferentemente un caucho sintético y más preferentemente un caucho de (halo)butilo y de un 60 a un 97 % en peso de compuestos volátiles, en particular un disolvente o un disolvente y agua, en el que los componentes anteriormente mencionados suman de 90 a 100, preferentemente de un 95 a un 100 % en peso de la masa total del fluido F.

Preferentemente, el disolvente está seleccionado entre el grupo que consiste en alcanos lineales y ramificados que tienen entre 4 y 10 átomos de C, preferentemente de 4 a 7 átomos de C. Los disolventes más preferidos son n-pentano, isopentano, n-hexano, ciclo-hexano, iso-hexano, metil-ciclopentano, metil-ciclohexano y n-pentano así como mezclas que comprenden o incorporan esos alcanos.

5 En una realización preferida de la invención, el fluido F contiene de un 3 a un 40 % en peso de un polímero no volátil, preferentemente un caucho sintético y más preferentemente un caucho de (halo)butilo, de un 60 a un 95 % en peso de compuestos orgánicos volátiles, en particular un disolvente, y de un 0,5 a un 20 % de agua, en el que los componentes anteriormente mencionados suman de un 95 a un 100 % en peso de la masa total de fluido F.

10 Normalmente, el fluido F se obtiene a partir de procedimientos de polimerización o etapas de procesado posteriores. Por ejemplo, una etapa de procesado es la halogenación de caucho de butilo. Los fluidos F que contienen agua normalmente se obtienen tras los procedimientos de separación de vapor posteriores a la polimerización.

Normalmente, el fluido F penetra en el calentador y preferentemente tiene una temperatura de 10 °C a 100 °C, preferentemente de 30 °C a 80 °C. Por ejemplo, la viscosidad del fluido F está dentro del intervalo de 100 mPa\*s a 25.000 mPa\*s, preferentemente dentro del intervalo de 500 mPa\*s a 5.000 mPa\*s.

15 Un calentador puede ser cualquier dispositivo que sea capaz de elevar la temperatura del Fluido F. En una realización preferida, el calentador 2 es un intercambiador de calor. El medio de calentamiento está seleccionado entre el grupo que consiste en vapor, aceite de calentamiento o agua presurizada caliente. El intercambiador de calor es por ejemplo de tipo cubierta-y-tubo, en el que el fluido F está dentro de los tubos y el medio de calentamiento está sobre el lado de la cubierta. Se pueden aplicar insertos especiales en los tubos para mejorar la transferencia de calor. También se puede usar otro tipo de intercambiador de calor, en el que el fluido F está sobre el exterior de los tubos del intercambiador de calor. La ventaja de los tipos anteriormente mencionados de los intercambiadores de calor es evitar la mala distribución y el fácil mantenimiento así como también la buena transferencia de calor. Dichos intercambiadores de calor son bien conocidos y se encuentran disponibles comercialmente. En una realización menos preferida también se pueden aplicar intercambiadores de calor de tipo placa.

20 Tras el calentamiento, se obtiene el fluido caliente G. El fluido caliente G tiene una temperatura más elevada que el fluido F, preferentemente una temperatura de 100 a 200 °C, más preferentemente de 110 °C a 190 °C e incluso más preferentemente de 120 °C a 175 °C. El fluido G se convierte posteriormente en un recipiente de desgasificación 4. En el recipiente de desgasificación, los compuestos volátiles se evaporan al menos parcialmente. Los vapores se separan y se retiran del fluido caliente G por medio de una tubería de vacío 4.1. La presión en el interior del recipiente de desgasificación 4 está por ejemplo dentro del intervalo de 100 hPa a 4.000 hPa, preferentemente dentro del intervalo de 200 hPa y 2.000 hPa y más preferentemente dentro del intervalo de 230 a 1.100 hPa.

30 Los vapores retirados por medio de la tubería de vacío 4.1 se condensan preferentemente y se reciclan al interior del procedimiento para la preparación del fluido F. Tras la desgasificación y la separación, se obtiene un fluido concentrado H, que se retira del recipiente de desgasificación 4 por medio de la bomba 4.2.

35 En una realización preferida de la invención, se diseña el recipiente de desgasificación con la forma de un ciclón para contribuir más a la separación de vapor a partir del fluido caliente G. En otra realización de la invención, el recipiente de desgasificación 4 tiene forma cónica o al menos una parte inferior con forma toriesférica, para permitir el vaciado completo o sustancialmente completo del recipiente de reacción.

40 En otra realización, se puede calentar la superficie interna del recipiente de desgasificación.

Preferentemente, la bomba 4.2 está directamente conectada a la salida del recipiente de desgasificación 4. En general, la pieza de conexión entre la bomba y el recipiente es preferentemente tan corta como sea posible.

Debido a la elevada viscosidad del fluido concentrado H en esta etapa, preferentemente se diseña la entrada de la bomba con una entrada grande, reduciendo de este modo la caída de presión en la entrada.

45 La bomba 4.2 puede estar seleccionada entre el grupo que consiste en bombas de tipo desplazamiento positivo, bombas de engranajes, bombas de pistón, bombas de membrana, bombas de tipo husillo, bombas de tipo extrusora tal como extrusoras de husillo individual o de husillo doble co-rotatorios o contra-rotatorios o bombas de tipo amasador. Se prefieren las bombas de tipo desplazamiento positivo y las bombas de engranajes, siendo las bombas de engranajes incluso más preferidas.

50 En otra realización preferida la bomba 4.2 comprende una combinación de una bomba extrusora o amasador y una bomba de engranajes, de manera que la bomba de engranajes se alimenta a partir de la extrusora o el amasador.

55 La cantidad de compuestos volátiles que se retira en esta etapa a), por ejemplo, depende de la temperatura del fluido G y de la presión del recipiente de desgasificación 4. En una realización preferida de la invención, se escogen la temperatura del fluido G y la presión del recipiente de desgasificación 4 de manera que el fluido concentrado H todavía fluya libremente como se ha definido anteriormente y comprenda, por ejemplo, de 10 a 60, preferentemente

5 de un 25 a un 60 % en peso de un polímero no volátil, preferentemente un caucho sintético y más preferentemente un caucho de (halo)butilo y de aproximadamente un 40 a aproximadamente un 90, preferentemente de un 40 a un 75 % en peso de compuesto volátiles, en el que el polímero no volátil de componentes anteriormente mencionado, el compuesto orgánico volátil y el agua suman de un 90 a un 100 %, preferentemente de un 95 a un 100 % en peso de la masa total de fluido H.

10 En una realización preferida y en la que el fluido de materia prima comprende agua, el fluido H comprende por ejemplo de un 10 a un 60, preferentemente de un 25 a un 60 % en peso de un polímero no volátil, preferentemente un caucho sintético y más preferentemente un caucho de (halo)butilo, de aproximadamente un 25 a aproximadamente un 90, preferentemente de un 25 a un 75 % en peso de compuestos orgánicos volátiles, en particular de un disolvente y de aproximadamente un 0,5 a aproximadamente un 15 % en peso de agua, en el que el polímero no volátil de componentes anteriormente mencionado, el compuesto orgánico volátil y el agua suman de un 90 a un 100 % en peso, preferentemente de un 95 a un 100 % en peso de la masa total del fluido H.

15 La temperatura del fluido concentrado H es menor que la del fluido caliente G y está por ejemplo dentro del intervalo de 15 a 100 °C, preferentemente dentro del intervalo de 30 a 100 °C. El fluido concentrado H todavía fluye libremente como se ha definido anteriormente.

20 En la etapa b), el fluido concentrado H obtenido en la etapa a) se hace pasar posteriormente a través una unidad de recalentamiento 6 para obtener un fluido L concentrado y recalentado. En una realización preferida, la unidad de recalentamiento comprende un intercambiador de calor, en el que aplica la misma divulgación que incluye las preferencias con respecto al medio de calentamiento y los tipos de intercambiador de calor como se ha descrito anteriormente para el intercambiador de calor 2.

La temperatura del fluido L concentrado y recalentado es más elevada que la del fluido concentrado L y está por ejemplo dentro del intervalo de 50 °C a 200 °C, preferentemente dentro del intervalo de 90 °C a 180 °C. El fluido L concentrado y recalentado todavía fluye libremente como se ha definido anteriormente.

25 En la etapa c), el fluido L concentrado y recalentado obtenido en la etapa b) se hace pasar sobre la unidad de la extrusora y se alimenta al interior de la sección de transporte 16 de la sección de desgasificación de la extrusora en el punto de alimentación 12.

30 Tipos extrusora apropiados incluyen las extrusoras de multi-husillo y de husillo individual que comprenden cualquier número de tambores y tipos de elementos de husillo y otros amasadores de transporte de eje individual o eje múltiple. Posibles realizaciones de extrusoras de multihusillo son extrusoras de doble husillo, extrusoras de anillo o extrusoras de rodillo planetario, en los cuales se prefieren las extrusoras de husillo doble y las extrusoras de rodillo planetario.

35 Las extrusoras de husillo individual incluyen los que tienen un husillo oscilante axial. Por ejemplo, las extrusoras de husillo doble son extrusoras de husillo doble de inter-reticulación contra-rotatorios, que no son de inter-reticulación contra-rotatorios, de inter-reticulación co-rotatorios y que no son de inter-reticulación co-rotatorios, de manera que se prefieren las extrusoras de husillo doble de inter-reticulación co-rotatorios.

En una realización de la invención, las extrusoras se pueden calentar bien por medio de tambores hasta temperaturas de hasta 300 °C o se pueden enfriar.

40 En una realización preferida, la extrusora comprende medios para operar zonas separadas independientemente unas de otras a diferentes temperaturas de manera que las zonas pueden estar calentadas, no calentadas o enfriadas. En otra realización preferida, la extrusora comprende para cada sección de transporte al menos una zona separada, que se puede operar independientemente a diferentes temperaturas.

45 Los materiales de la extrusora preferidos no deberían ser corrosivos y deberán evitar sustancialmente la contaminación del fluido L concentrado y recalentado y del Producto P con metales e iones metálicos. Los materiales preferidos de la extrusora incluyen acero tratado con nitruro, acero dúplex, acero inoxidable, aleaciones basadas en níquel, materiales compuestos tales como metales sinterizados, materiales prensados isostáticos en caliente, materiales de elevada resistencia al desgaste tales como Stellite, metales revestidos con revestimientos por ejemplo fabricados a partir de materiales cerámicos, nitruro de titanio, nitruro de cromo y carbono de tipo diamante (DLC).

50 La sección de transporte 16 está abierta a un puerto de purga 15. En la sección de transporte 16, se evapora una parte del disolvente y se separa del fluido L concentrado y recalentado. Se retiran los vapores a través del puerto de purga 15 por medio de la tubería de vapor 15.1.

55 Debido a que los compuestos volátiles de evaporación tienen tendencia a atrapar el fluido L concentrado y recalentado o el Producto P hacia los puertos de purga, en una realización preferida de la invención se diseñan el puerto de purga 15 para evitar que el material, en particular el fluido L concentrado y recalentado o el Producto P, se salga fuera de los puertos de purga.

- Medios apropiados para conseguir dicha finalidad son husillos embutidores, que se montan sobre los puertos de purga y transportan cualquiera material de nuevo al interior de la extrusora, o rodillos o cintas transportadoras, que se aplican al interior de los puertos de purga para empujar el material depositado de nuevo al interior de la extrusora.
- 5 Como alternativa o además de lo anteriormente mencionado, se pueden aplicar revestimientos a los puertos de purga que reducen o evitan que el material se adhiera a la superficie. Revestimientos apropiados incluyen DLC, Etileno-Tetrafluoroetileno (ETFE), Politetrafluoroetileno (PTFE) y Aleaciones de Níquel.
- La presión en el puerto de purga 1 está por ejemplo entre 1 hPa y 2.000 hPa, preferentemente entre 5 hPa y 900 hPa.
- 10 La tubería de vapor 15.1 puede estar y está preferentemente conectada a un sistema de condensación.
- En general, la finalidad del sistema de condensación es recoger los compuestos volátiles retirados por medio de los puertos de purga por medio de las tuberías de vapor y normalmente comprende un condensador y una bomba de vacío. Se puede usar cualquier sistema de condensación conocido en la materia para llevar a cabo la recuperación de los compuestos volátiles.
- 15 Generalmente, es preferible reciclar los compuestos volátiles condensados, opcionalmente después de llevar a cabo una separación de fases para separar los compuestos orgánicos volátiles del agua, al interior de un procedimiento para la preparación de un fluido F.
- La sección de transporte 16 está terminada por una sección de acumulación 20. La finalidad de la acumulación es garantizar un determinado nivel de presión en el puerto de purga 15 e introducir energía mecánica en el interior del material para facilitar la evaporación de los compuestos volátiles. La sección de acumulación 20 puede comprender cualquier medio que permita la acumulación del material. Se puede diseñar para que incluya por ejemplo elementos de amasado o regulación, discos de blíster o troqueles.
- 20 Ejemplos de elementos de regulación son trayectorias de flujo cónicas o cilíndricas u otros medios de regulación.
- Se prefiere la aplicación de elementos de amasado, discos de blíster o troqueles dentro de la sección de acumulación, siendo los elementos de amasado incluso más preferidos. Ejemplos de elementos de amasado incluyen bloques de amasado, que se pueden diseñar como bloques de amasado de transporte neutro, de avance o retroceso, volados, triples o dobles; elementos de mezcla de husillo volados dobles o triples con surcos, elementos de mezcla de dientes volados individuales, placas de blíster y discos excéntricos volados dobles o triples. Se pueden conectar los elementos de amasado en cualquier combinación sobre los ejes del husillo de la extrusora, en particular de una extrusora de husillo doble co-rotatorio o de una extrusora de husillo doble rotatorio.
- 25 Una sección de acumulación típica comprende de 2 a 10 bloques de amasado, con frecuencia terminados por un tipo de elemento de amasado de transporte trasero. Para la mezcla en un agente de separación, se pueden aplicar elementos de tipo dientes o elementos de husillo con surcos.
- 30 Preferentemente, los discos excéntricos se aplican en la última sección de la extrusora, donde el producto P es altamente viscoso y sustancialmente libre de compuestos volátiles.
- Para las extrusoras de rodillos planetarios, se prefieren los elementos de amasado tal como los rodillos conformados con dientes o los rodillos con surcos y aclaramientos.
- 35 Generalmente, la unidad extrusora puede comprender una o más secciones de transporte y una o más secciones de acumulación, en las que el número únicamente está limitado por restricciones relativas a la construcción. Un número típico de secciones de transporte y de secciones de acumulación es de 1 a 30, preferentemente de 2 a 20 y más preferentemente de 3 a 15.
- 40 Normalmente, la última sección de acumulación 20 se diseña para formar un tapón de producto en la salida de la extrusora, evitando de este modo que el aire circundante penetre en la extrusora. Mientras se hace pasar desde la sección de transporte 16 y la sección de acumulación 20 hasta la sección de salida 22, el fluido L concentrado y recalentado experimenta una transición desde el fluido L concentrado recalentado que fluye libremente hasta el producto P, que normalmente tiene un aspecto grumoso.
- 45 Normalmente, la sección de salida 22 comprende un medio para permitir que el producto salga de la extrusora y opcionalmente, pero preferentemente, un equipo de procesado de producto. Ejemplos de equipo apropiado de procesado de producto incluyen combinaciones de troqueles y cortadoras; troqueles y medios de formación microgránulos sumergidos; medios para la formación de grumos tal como elementos de husillo con dientes y orificios; generadores de turbulencia que se pueden diseñar como cilindros con orificios sobre los mismos, en los que el producto se prensa desde el exterior hasta el interior del cilindro, y en los que una cuchilla rotatoria del interior del cilindro corta el producto en trozos; cuchillas fijas colocadas en la placa terminal de la extrusora, en las que la rotación de la extrusora provoca la acción cortante, que preferentemente se aplica cuando se trabaja con extrusoras
- 50

de rodillo planetarios, extrusoras de husillo individual y extrusoras de husillo doble co-rotatorios.

Para reducir la tensión mecánica y térmica sobre el producto, en una realización preferida de la invención se combina el equipo de procesado de producto con un medio de enfriamiento.

5 El medio de enfriamiento comprende cualquier medio que permita la retirada de calor del producto. Ejemplos de medios de enfriamiento incluyen transportadores neumáticos de grumos con enfriamiento por aire convectivo, transportadores de grumos vibratorios con enfriamiento de aire convectivo, transportador de grumos vibratorio con superficies de contacto enfriadas, transportador de cinta con enfriamiento de aire convectivo, transportador de cinta con cintas enfriadas, pulverización de agua sobre grumos calientes tras la salida de la extrusora y los ya mencionados de formación de microgránulos sumergidos, en los cuales el agua sirve de refrigerante.

10 Posteriormente, se puede procesar más el producto P para el envasado final y transporte. Por ejemplo, el caucho de (halo)butilo se enfría hasta una temperatura igual o menor de 60 °C, se conforma para dar lugar a fardos, por ejemplo por medio de prensado hidráulico, y posteriormente se envasa en cajas o cestos para el transporte.

15 En general, una velocidad de alimentación creciente del fluido L concentrado y recalentado en el punto de alimentación 12 requiere un aumento correspondiente de la velocidad de husillo de la extrusora. Además, la velocidad de husillo determina el tiempo de residencia del fluido L. De este modo, la velocidad de husillo, la velocidad de alimentación y el diámetro de la extrusora son normalmente interdependientes. Normalmente, la extrusora se opera de tal forma que se ajuste el rendimiento adimensional  $V/n*d^3$ , en el que V indica el caudal en volumen, n la velocidad de husillo expresada en revoluciones por minuto y d el diámetro eficaz de la extrusora, de aproximadamente 0,01 a aproximadamente 0,2, preferentemente de aproximadamente 0,015 a aproximadamente 0,1. Las tasas de alimentación máxima y mínima y las velocidades de husillo de la extrusora vienen determinadas por ejemplo por el tamaño de la extrusora, las propiedades físicas del producto sintético de caucho presente en el Fluido L y los valores diana de los restantes compuestos volátiles. Dadas estas propiedades, no obstante, se pueden determinar los parámetros de operación por parte del experto en la materia por medio de algunos experimentos iniciales.

25 En una realización de la invención, la extrusora se opera a una velocidad de alimentación de 5 a 25.000, preferentemente de 5 a 6.000 kilogramos por hora.

30 Generalmente, la desgasificación de la extrusora se puede coadyuvar por medio de la adición de un agente de separación que se retira junto con otros compuestos volátiles. Aunque el agente de separación se puede añadir en cualquier parte de la unidad de extrusora, se prefiere la adición de una o más secciones de acumulación. En una realización más preferida, se añade un agente de separación y una o más secciones de acumulación exceptuando la última (20).

Los agentes de separación apropiados son sustancias que son inertes con respecto al fluido (L) concentrado y recalentado y/o el producto (P) y tienen una presión de vapor mayor de 100 hPa a 100 °C.

35 En el contexto de la invención, el término "inerte" significa que el agente de separación no reacciona o apenas reacciona con los polímeros presentes en el fluido (L) concentrado y recalentado y/o el producto (P). Agentes de separación apropiados son nitrógeno, dióxido de carbono, gases nobles, propano, butano, agua o una mezcla de las sustancias anteriormente mencionadas. La cantidad de agente de separación puede ser de 0,0001 a 10, preferentemente de 0,001 a 5 y más preferentemente de 0,1 a 2 % en peso, basado en la cantidad de producto polimérico obtenida en la sección de salida.

40 La invención además se refiere a un dispositivo apropiado para conseguir el procedimiento de acuerdo con la invención. Por tanto, la invención también engloba un dispositivo que comprende al menos

45 

- una unidad de concentración que comprende un calentador (2) en comunicación con un recipiente de desgasificación (4), en el que la parte inferior del recipiente de desgasificación (4) está en comunicación con una bomba (4.2) y la parte superior del recipiente de desgasificación (4) está en comunicación con al menos una tubería de vapor (4.1)

- una unidad de calentamiento (6) en comunicación con la bomba (4.2) de la unidad de concentración y un punto de alimentación (12) sobre una unidad extrusora

50 

- una unidad extrusora que comprende al menos un punto de alimentación (12), una sección (16) de desgasificación de la extrusora, una sección de acumulación (20) y una sección de salida (22), en la que la sección (16) de desgasificación de la extrusora además comprende al menos un puerto de purga (15) conectado a una tubería de vapor (15.1).

55 En el contexto de la presente invención la expresión "en comunicación" incluye conexiones directas en las que las condiciones indirectas se pueden conseguir por ejemplo por medio de tubos o tuberías. El término "en comunicación" además incluye la opción de disponer otras unidades o medios entre las unidades o medios en comunicación.

Otra realización de la invención se muestra en la Figura 2. La Figura 2 muestra un diagrama de flujo y un dispositivo apropiado para conseguir el procedimiento de acuerdo con la invención, que comprende una unidad de concentrador con una bomba 1, un calentador 2, un recipiente de desgasificación 4, una tubería de vapor 4.1 y una bomba 4.2, una unidad de recalentamiento que comprende un calentador 6 y una unidad extrusora que comprende dos secciones de desgasificación de la extrusora que tienen dos secciones de transporte 16A y 16B, cada una de ellas conectada a un puerto de purga 15A y 15B y una tubería de vapor 15.1A y 15.1.B, dos secciones de acumulación 18 y 20 que terminan la secciones de transporte 16 y 16B y una sección de salida 22. Además de eso, la unidad extrusora además comprender una alimentador lateral 24.

Generalmente, la unidad extrusora puede comprender una o más alimentadores laterales, que pueden estar ubicados en cualquier parte de la extrusora, preferentemente en estrecha proximidad con el punto de alimentación o la sección de salida 22. Los alimentadores laterales son apropiados para la adición de aditivos al polímero.

Ejemplos de aditivos, en particular para productos de caucho de (halo)butilo incluyen agentes estabilizadores, neutralizadores de ácido tal como ESBO (aceite de soja epoxidado), estearatos tales como estearatos de calcio, antioxidantes y similares. Ejemplos de antioxidantes apropiados incluyen fenoles impedidos estéricamente tales como butilhidroxitoluenos y sus derivados tales como Irganox 1010 y 1076, aminas, mercaptobencimidazoles, determinados fosfitos y similares.

En particular, se mezclan los cauchos de (halo)butilo con aditivos, por ejemplo de 0,0001 a 4 phr de aceite de soja epoxidado (ESBO), de 0,0001 a 5 phr de estearato de calcio y de 0,0001 a 0,5 phr de antioxidantes (phr = partes por cada cien partes de caucho con respecto al peso de caucho). También se pueden aplicar otros aditivos, dependiendo de la aplicación del producto de caucho de butilo, es decir, cargas o colorantes.

Como alternativa o además de ello, también se pueden añadir los aditivos al fluido F o, con tal de que sean líquidos, con el agente de separación.

En una realización preferida de la invención, se repite la etapa a) al menos una vez, preferentemente una vez o dos veces. La ventaja de la etapa de repetición a) es que el consumo de energía total para producir el fluido H concentrado puede reducirse significativamente debido a una optimización más sencilla del parámetro de operación para cada unidad de concentración. Preferentemente, la repetición de la etapa a) se consigue conectando en serie el número respectivo de unidades de concentración.

Un ejemplo de esta realización se muestra en la Figura 4. La Figura 4 muestra otro diagrama de flujo y un dispositivo apropiado para conseguir el procedimiento de acuerdo con la invención que comprende una unidad de concentrador de etapa doble con una bomba 1, una primera unidad de concentrador que comprende el calentador 2A, un recipiente de desgasificación 4A equipado con un tubería de vapor 4.1A y una bomba 4.2.A, una segunda unidad de concentrador que comprende el calentador 2B, un recipiente de desgasificación 4B equipado con una tubería de vapor 4.1B y una bomba 4.2.B, una unidad de recalentamiento que comprende un calentador 6 y una unidad extrusora que comprende dos secciones de desgasificación de la extrusora que tienen dos secciones de transporte 16A y 16B, cada una de ellas conectada a un puerto de purga 15A y 15B y una tubería de vapor 15.1.A. y 15.1.B, dos secciones de acumulación 18 y 20 que terminan en las secciones de transporte 16A y 16B y una sección de salida 22. Se somete el fluido caliente G a la primera etapa de concentración, obteniéndose de este modo un fluido J pre-concentrado, que posteriormente se recalienta por medio del calentador 2B para obtener el fluido K pre-concentrado y recalentado, que posteriormente se somete a la segunda etapa de concentración, en la cual se obtiene el fluido H. A continuación, se procesa más el fluido H concentrado como se ha descrito anteriormente.

En una realización preferida de la invención la unidad de concentración, la unidad de recalentamiento o la unidad extrusora pueden estar equipadas, cada una independientemente de la otra, con uno o más dispositivos de regulación de presión que permitan la operación muy precisa de las unidades en condiciones predefinidas.

Los dispositivos de regulación de presión pueden ser activos o pasivos, prefiriéndose los dispositivos de regulación de presión activos. Ejemplos de dispositivos de regulación de presión activos incluyen válvulas de control tal como una válvula de liberación de presión, incluyendo los dispositivos de regulación de presión pasivos boquillas y troqueles u orificios. Las válvulas apropiadas pueden estar seleccionadas entre válvulas de bolas, pistón, compuerta o aguja.

En el caso de un dispositivo de control de presión pasivo, se prefiere calcular un orificio que provoque una determinada caída de presión. El cálculo está basado en la viscosidad del fluido en ese punto y el rendimiento. Cualquier persona experta en la materia puede llevar a cabo este cálculo.

Normalmente, los dispositivos de control de presión activos están normalmente controlados por una medición de presión aguas arriba del dispositivo. Por ejemplo, la presión se mide y se compara con el punto de referencia. Posteriormente, se ajusta el dispositivo de control de presión de acuerdo con el desfase reconocido.

Alternativamente, se mide la caída de presión a lo largo del dispositivo en lugar de la presión absoluta aguas arriba del dispositivo de control de presión. Se ajusta la válvula de posición manualmente, eléctricamente, neumáticamente o hidráulicamente. El control de la posición de la válvula, es decir, el ajuste hasta la presión del punto de referencia,

por ejemplo se puede llevar a cabo de forma manual o por medio de un sistema automatizado de control de procedimiento.

Otra realización de la invención que tiene dispositivos adicionales de control de presión se muestra en la Figura 3, que es una forma aparte de los dispositivos de control de presión muy similar a la de la Figura 2. La presión del fluido G caliente está controlada por medio del dispositivo 3 de control de presión, la presión del fluido L concentrado y recalentado que penetra en la extrusora está controlada por el dispositivo 7 de control de presión.

En una realización preferida de la invención se inyecta el fluido (L) concentrado recalentado en el interior de la primera sección de desgasificación de la extrusora de la unidad extrusora, comprendiendo la primera sección de desgasificación de la extrusora uno o más puertos de purga en la dirección aguas arriba, cada una conectada a una tubería de vapor.

La ventaja de los puertos de purga traseros es que los compuestos volátiles presentes en el fluido L concentrado y recalentado experimentan una evaporación rápida y repentina, llevándose a cabo la separación al menos parcial del producto de caucho sintético y los compuestos volátiles, saliendo los vapores a través de las purgas traseras en la dirección de aguas arriba. Generalmente, se retira de aproximadamente un 50 a aproximadamente un 99 % en peso de los compuestos volátiles presentes en el fluido L a través de las purgas aguas arriba.

Un ejemplo de esta realización se muestra en la Figura 5. La Figura 5 muestra otro diagrama de flujo y un dispositivo apropiado para conseguir el procedimiento de acuerdo con la invención, que comprende una unidad de concentrador de etapa individual con una bomba 1, una unidad de concentrador que comprende un calentador 2, una recipiente de desgasificación 4 equipado con una tubería de vapor 4.1 y una bomba 4.2, una unidad de recalentamiento que comprende un calentador 6 y una unidad extrusora que comprende tres secciones de desgasificación de la extrusora, en la que el punto de alimentación 12 está ubicado en la primera sección de desgasificación de la extrusora, que comprende una sección de transporte 16A, un puerto 13 de purga trasera conectado a una tubería de vapor 13.1 en la dirección aguas arriba y en la que la unidad extrusora comprende además dos secciones de desgasificación de la extrusora aguas arriba que comprende cada una sección de transporte 16 B y 16C, un puerto de purga, 15A y 15B, en las que los puertos de purga 15A y 15B están conectados cada uno a una tubería de vapor 15.1A y 15.1B, y en el que cada una las secciones de transporte 16A, 16B y 16C está terminada por una sección de acumulación 18A, 18B y 20 y en el que la unidad extrusora comprende además una sección de salida 22. Generalmente, las corrientes de procesan como se ha descrito anteriormente con la diferencia de que ya se han retirado grandes cantidades de los componentes de fluido presentes en el fluido L concentrado y recalentado por medio del puerto de purga 13 y la tubería de vapor 13.1 conectada a la misma.

Otro ejemplo de esta realización se muestra en la Figura 6. La Figura 6 muestra otro diagrama de flujo y un dispositivo apropiado para lograr el procedimiento de acuerdo con la invención, que comprende una unidad de concentrador de etapa individual con una bomba 1, una unidad de concentrador que comprende un dispositivo 3 de control de presión, un calentador 2, un recipiente de desgasificación 4 equipado con una tubería de vapor 4.1 y una bomba 4.2, una unidad de recalentamiento que comprende un calentador 6 y una unidad extrusora que comprende un dispositivo 7 de control de presión aguas arriba del puerto de alimentación 12 de la extrusora, cuatro secciones de desgasificación de la extrusora, en el que el punto de alimentación 12 está ubicado en la primera sección de desgasificación de la extrusora, en el que la sección de desgasificación de la extrusora comprende una sección de transporte 16A, un puerto 13 de purga trasero conectado a una tubería de vapor 13.1 en la dirección aguas arriba y en el que la unidad extrusora comprende tres secciones de desgasificación de la extrusora aguas abajo, comprendiendo cada una de ellas una sección de transporte, 16 B, 16C y 16D, un puerto de purga, 15A, 15B y 15C, en la que los puertos de purga 15A, 15B y 15C están conectados cada uno a una tubería de vapor 15.1A, 15.1B y 15C, y en el que cada una de las secciones de transporte 16A, 16B, 16C y 16D está terminada por una sección de acumulación 18A, 18B, 18C y 20 y en la que la unidad extrusora además comprende una sección de salida 22. Generalmente, se procesan las corrientes como se ha descrito anteriormente.

El fluido F, que normalmente se alimenta al interior del calentador 2, y que es como ya se ha descrito anteriormente, contiene por ejemplo de un 3 a un 50 % en peso de un polímero no volátil, preferentemente de un caucho sintético y más preferentemente un caucho de (halo)butilo y de un 60 a un 97 % en peso de compuestos volátiles, en particular un disolvente o un disolvente y agua, en el que los componentes anteriormente mencionados suman de 90 a 100, preferentemente de un 95 a un 100 % en peso de la masa total del fluido F y en una realización preferida de un 3 a un 40 % en peso de un polímero no volátil, preferentemente de un caucho sintético y más preferentemente de un caucho de (halo)butilo, de un 60 a un 95 % en peso, de compuestos orgánicos volátiles, en particular un disolvente, y de un 0,5 a un 20 % en peso de agua, en el que los componentes anteriormente mencionados suman de un 95 a un 100 % de la masa total del fluido F.

Dependiendo de la fuente de fluido F, puede contener compuestos hidrófilos que es preciso retirar en cierto modo con el fin de cumplir las especificaciones de producto deseadas.

Además, cuando el fluido F contiene agua, es deseable rebajar el contenido de agua con el fin de mejorar el procedimiento con respecto a su consumo de energía.

Se ha encontrado que se puede conseguir una reducción de los compuestos hidrófilos restantes o del agua o de ambos, de manera ventajosa, preparando el fluido F en un procedimiento para retirar los compuestos hidrófilos y opcionalmente el agua de un fluido A bruto que contiene al menos un polímero no volátil, al menos un compuesto orgánico volátil, uno o más compuestos hidrófilos y opcionalmente agua que comprende al menos la etapa pre-a) tratar el fluido bruto (A) en al menos una unidad de pre-lavado que comprende al menos un aparato de separación (26), en el que el fluido (A) se mezcla con agua para obtener una fase orgánica (28) que comprende principalmente un polímero no volátil y compuestos orgánicos volátiles y una fase acuosa (27) que comprende principalmente agua y compuestos hidrófilos, y se este modo se separa una fase orgánica (28) de la fase acuosa (27) en un aparato de separación (26) y además se usa como fluido F y de este modo se retira al menos una parte de la fase acuosa (27) del aparato de separación (fluido C).

En el contexto de la presente invención la expresión "compuestos hidrófilos" indica compuestos no volátiles y volátiles al menos parcialmente solubles en agua. Ejemplos incluyen sales inorgánicas y en particular residuos de catalizadores empleados para la reacción de polimerización tal como por ejemplo sales de aluminio, sales de hierro u otro metal de transición o haluros que resultan de reacciones de halogenación y neutralizaciones.

Realizaciones ejemplares de la etapa pre-a) se ilustran usando las Figuras 8, 9, 10 y 11.

Una realización muy básica y ejemplar de la etapa de pre-lavado se muestra en la Figura 8. En al etapa pre-a) se transfiere e Fluido A que contiene al menos un polímero no volátil, al menos un compuesto volátil y al menos un compuesto hidrófilo al aparato de separación 26, en el que se mezclan con agua. Tras la mezcla con agua se obtienen una fase orgánica 28 y una fase acuosa 27. Se retira la fase orgánica 28 del aparato de separación 26 y se usa posteriormente como fluido F, se retira la fase acuosa 27 al menos parcialmente del aparato de separación 26 como Fluido C, que se elimina.

La Figura 9 muestra una realización mejorada de la etapa de pre-lavado. En la etapa pre-a) se alimenta el fluido A que contiene al menos un polímero no volátil, al menos un compuesto volátil y al menos un compuesto hidrófilo en la sección de mezcla 30 del aparato de separación 26, que está equipado con un mezclador 32 y pasa a través de la pared de separación 34 al interior de la sección de sedimentación, donde la mezcla se separa en una fase acuosa 27 y una fase orgánica 28, de modo que la separación está favorecida por medio de un agente de coalescencia 39. Se retira una parte de la fase acuosa 27 del aparato de separación 26 en forma de fluido C, que normalmente se elimina, enriqueciéndose el resto con agua nueva E y reciclándose por medio de la tubería de recirculación 38 por medio de la acción de una bomba de recirculación 36 de nuevo al interior de la sección de mezcla 30. Se retira la fase orgánica 28 y se somete a un procedimiento posterior de acuerdo con las etapas a) a c) como fluido F.

Generalmente, el agente de coalescencia de la etapa de pre-lavado es beneficioso, pero no obligatorio. Contribuye a la recogida y coalescencia de las gotas y las guía hasta la interfaz de fase, lo que normalmente tiene como resultado tiempos de residencias más cortos. Ejemplos apropiados de agentes de coalescencia incluyen envases estructurados o no estructurados. Por ejemplo, los envases estructurados son placas lisas, aspas planas, aspas con forma de tejado y aspas con orificios en la dirección vertical. Las aspas o placas pueden estar colocadas en posición rectangular o en paralelo con respecto a la dirección principal de flujo o con una inclinación. Por ejemplo los envases no estructurados son mallas de alambre, envases fabricados con anillos, esferas, cilindros, geometrías conformadas irregularmente y esclusas tales como placas distribuidoras que tienen orificios o rendijas, placas verticales que cubren una parte de la trayectoria principal de flujo. Los envases pueden estar fabricados de cualquier material técnicamente viable, por ejemplo, metales, vidrio, cerámica, metales revestidos y materiales poliméricos tales como por ejemplo PTFE, ETFE, polietileno (PE), poliéteretercetona (PEEK), polipropileno (PP), poliamida (PA) y polivinilidénfluoruro (PVDF).

En una realización preferida de la invención la etapa pre-a) se repite al menos una vez, preferentemente una vez.

La Figura 10 muestra una realización preferida y más mejorada de la etapa de pre-lavado. En la etapa pre-a) de este etapa de prelavado de doble etapa se alimenta un fluido A que contiene al menos un polímero no volátil, al menos un compuesto volátil y al menos un compuesto hidrófilo en la sección de mezcla 20A de un primer aparato de separación 26A, que está equipado con una mezclador 32A y se hace pasar a través de la pared de separación 34A al interior de una sección de sedimentación, donde la mezcla se separa para dar lugar a una fase acuosa 27A y una fase orgánica 28A, de manera que la separación está favorecida por medio de un agente de coalescencia 39A. Se retira una parte de la fase acuosa 27A del aparato de separación 26A en forma de fluido C, que normalmente se elimina, reciclándose el resto por medio de la tubería de recirculación 38A por medio de la acción de una bomba de recirculación 36A al interior de la sección de mezcla 30A. Se retira la fase orgánica 28A y se alimenta como fluido B a la sección de mezcla 30B de un segundo aparato de separación 26B, que también está equipado con una mezclador 32B y se hace pasar a través de una pared de separación 34B a interior de una sección de sedimentación, en la que la mezcla se separa para dar lugar a una fase acuosa 27B y una fase orgánica 28B, de manera que la separación está favorecida por medio de un agente de coalescencia 39B. Se recicla una parte de la fase acuosa 27B a la sección de mezcla 30A del primer aparato de separación 26A como fluido D por medio de la acción de una bomba de recirculación 40 y la tubería de recirculación 42, enriqueciéndose el resto con agua nueva E y reciclándose por medio de la tubería de recirculación 38B mediante la acción de la bomba de recirculación 36B de nuevo al interior de la sección de mezcla 30B del segundo aparato de separación 26B. Se somete la fase orgánica

28 que abandona el segundo aparato de separación 26B al procedimiento siguiente de acuerdo con las etapas a) a c) como fluido F. Una ventaja de esta etapa de pre-lavado de doble etapa es que el fluido F está sustancialmente libre de compuestos hidrófilos y se reduce la cantidad de agua residual debido al reciclaje, lo que tiene como resultado una concentración más elevada de los compuestos hidrófilos en el fluido C.

- 5 En una realización preferida de la invención se lleva a cabo la separación a temperaturas de más de 40 °C. El límite superior depende de la constitución del polímero y de la construcción del aparato de separación. Normalmente, el límite superior es de 125 °C.

En una realización más preferida de la invención la separación se lleva a cabo a temperaturas de 40 a 110 °C, preferentemente a temperaturas de 80 a 110 °C.

- 10 Dependiendo de la composición del fluido A y de los puntos de ebullición de sus componentes, se puede diseñar el aparato de separación para operar bajo presión.

Generalmente, la eficiencia de la etapa de pre-lavado aumenta al aumentar la temperatura.

- 15 En otra realización de la invención, se puede pre-tratar la fase orgánica 28 que deja el aparato de separación para facilitar el flujo libre de fluido F. Este fin se puede conseguir por medio de un calentador, de modo que se prefieren los intercambiadores de calor que se han divulgado para el calentador 2 anterior.

Otra realización preferida y más mejorada que tiene calentadores adicionales para el fluido A y el fluido F se muestra en la Figura 11, que es una forma aparte de los calentadores idénticos a los de la Figura 10. El fluido A se calienta antes de entrar en el aparato de separación por medio del calentador 25, y la fase orgánica 28 que abandona el aparato de separación 26B se calienta por medio del calentador 44.

- 20 El rendimiento de la Etapa pre-a) es particularmente ventajoso para fluidos F que contienen cauchos de halobutilo, y en particular para cauchos de clorobutilo y bromobutilo, ya que con frecuencia las soluciones de caucho de halobutilo brutas contienen cantidades elevadas de haluros inorgánicos que proceden de la halogenación del polímero.

- 25 Por ejemplo, normalmente, el fluido A procedente de la bromación del caucho de butilo contiene niveles de bromuro inorgánico de 3.000 a 5.000 ppm calculados sobre la masa de caucho de bromobutilo. Tras llevar a cabo la etapa pre-a) se puede reducir este nivel a menos de 500 ppm, preferentemente menos de 300 ppm e incluso más preferentemente menos de 100 ppm.

- 30 Por ejemplo, normalmente el fluido A procedente de la cloración de caucho de butilo contiene niveles de cloruro inorgánico de 1.000 a 5.000 ppm, calculados sobre la masa de caucho de clorobutilo. Tras llevar a cabo la etapa pre-a) se puede reducir este nivel a menos de 500 ppm, preferentemente menos de 300 ppm e incluso más preferentemente menos de 100 ppm.

Se encontró además que el rendimiento de la etapa pre-a) permite reducir significativamente el contenido de agua del fluido F en comparación con el fluido A, lo que contribuye a rebajar significativamente el consumo de energía para las etapas posteriores a) a c).

- 35 Una realización adicional de la invención se muestra en la Figura 7. La Figura 7 muestra un diagrama de flujo básico y un dispositivo apropiado para conseguir el procedimiento que comprende las etapas de pre-a) y a) a c).

- 40 En la etapa pre-a) el fluido A que contiene al menos un polímero volátil, al menos un compuesto volátil y al menos un compuesto hidrófilo se alimenta en la sección de mezcla 30 del aparato de separación 26, que está equipado con un mezclador 32 y se hace pasar a través de la pared de separación 34 al interior de la sección de sedimentación, donde la mezcla se separa para dar lugar a una fase acuosa 27 y una fase orgánica 28, de manera que la separación está favorecida por medio de un agente de coalescencia 39. Se retira una parte de la fase acuosa 27 del aparato de separación 26 en forma de fluido C, que normalmente se elimina, enriqueciéndose el resto con agua nueva E y reciclándose por medio de la tubería de recirculación 38 mediante la acción de la bomba de recirculación 36 de nuevo al interior de la sección de mezcla 30. Se retira la fase orgánica 28 en forma de fluido F. En la etapa a), se transfiere el fluido F por medio de la bomba 1 al calentador 2, de manera que se obtiene el fluido G. Se alimenta el fluido G caliente en el recipiente de desgasificación 4. Se separan los vapores que salen del fluido caliente G y se retiran por medio de una tubería de vacío 4.1. Tras la desgasificación y la separación se obtiene un fluido H, que se retira del recipiente de desgasificación 4 por medio de una bomba 4.2.

- 50 En la etapa b), posteriormente se hace pasar el fluido concentrado H obtenido en la etapa a) a través de una unidad de recalentamiento 6 para obtener un fluido L concentrado y recalentado. En la etapa c), se hace pasar el fluido L concentrado y recalentado obtenido en la etapa b) sobre una unidad extrusora y se alimenta al interior de una sección de transporte 16 de la extrusora en el punto de alimentación 12. La sección de transporte 16 está abierta a un puerto de purga 15. En la sección de transporte 16, se evapora una parte del disolvente y se separa del fluido L concentrado recalentado. Se retiran los vapores a través del puerto de purga 15 por medio de la tubería de vapor 15.1. Se termina la sección de transporte 16 por medio de una sección de acumulación 20. Al tiempo que se hace

55

pasar desde la sección de transporte 16 y la sección de acumulación 20 hasta la sección de salida 22, el fluido L concentrado recalentado experimenta una transición desde un fluido L concentrado recalentado que fluye libremente hasta el producto P.

- 5 La invención es particularmente ventajosa a la vista del consumo de energía y de agua nueva. Los productos obtenidos están libres de compuestos volátiles.

### Ejemplos

#### Procedimientos analíticos

Contenido de agua de los fluidos F: se coloca la muestra en el interior de una centrífuga y se centrifuga durante 5 min a 4000 rpm a temperatura ambiente. Posteriormente, se recoge el agua en la parte inferior del vial y se pesa.

- 10 Concentración total de volátiles: se corta una muestra de caucho en trozos pequeños de tamaño 2x2 mm. Se colocan aproximadamente 30 g de piezas de caucho en un crisol de alúmina. Se determinó el peso del crisol y del caucho. Posteriormente, se colocó el crisol que incluía la muestra de caucho en un horno de vacío a un nivel de vacío de 130 hPa durante 60 min a una temperatura de 105 °C. Tras el secado, se colocó el crisol en un desecador y se dejó enfriar durante 30 min. A continuación, se pesó el crisol de nuevo. Se determinó la pérdida de peso.

- 15 Concentración residual de disolvente en el producto P: se determinó la concentración residual de disolvente en el producto por medio de cromatografía de gases de espacio en cabecera. Se colocó una parte pesada de la muestra (0,5 ± 0,005 g) en un vial de espacio en cabecera y se añadió una cantidad medida de disolvente (1,2-diclorobenceno, ODCB). Se cerró herméticamente el vial y se agitó hasta que se disolvió el caucho. Se calentó el vial hasta que los compuestos orgánicos volátiles se distribuyeron en equilibrio entre la muestra y la fase gas en el vial (espacio en cabecera). Se inyectó una alícuota de gas de espacio en cabecera en una corriente de gas portador, que transporta la muestra a lo largo de la columna cromatográfica. Se usaron los patrones de composición conocida para calibrar el GC. Se añadió tolueno al disolvente para su uso como Patrón Interno.

- 20 Concentración de agua residual en el producto P: la concentración total de volátiles es la suma de agua, disolventes y monómeros. Debido a que la concentración de monómero es normalmente menor de un 0,0005 % en peso, se puede determinar el contenido de agua restando la concentración de disolvente de la concentración total de volátiles.

- 30 Concentración de disolvente en los fluidos: se midió la concentración de los disolventes usando cromatografía de gases. El patrón interno fue isooctano. Se diluyó la muestra con tolueno y posteriormente se inyectó en el interior del cromatógrafo de gases. Se llevó a cabo la cromatografía de gases en un cromatógrafo HP 6890, con las siguientes especificaciones:

- columna de tipo DB-5 de J&W, longitud 60 m, diámetro de 0,23 mm, espesor de película de 1,0 µm

- temperatura del inyector: 250 °C

- temperatura del detector: 350 °C

- gas portador: helio

- 35 - presión de columna: 96 kPa

- detector: FID.

Viscosidad de los fluidos: Se midió la viscosidad en un reómetro rotacional de tipo cono-placa. Todas las viscosidades dadas se refieren a la viscosidad de cizalladura cero extrapolada.

#### Ejemplos 1 a 7: Pre-lavado

- 40 **Comentarios generales**

- Se tomó una solución de caucho de bromobutilo crudo, en lo sucesivo denominada fluido (A), a partir de una planta comercial de producción de caucho. El fluido (A) contenía dos fases: una fase acuosa (un 56 % en peso) y una fase orgánica (un 44 % en peso). La relación total de caucho de bromobutilo con respecto a los hexanos en la fase orgánica sola fue constante durante todos los ejemplos, siendo de un 22 % en peso de caucho de bromobutilo y de aproximadamente un 78 % de hexanos. El caucho de bromobutilo, presente en el fluido (A) tuvo las siguientes propiedades, una vez terminado y seco: Mooney (ML 1+8, 125 °C) de  $32 \pm 4$ , contenido de bromo unido  $1,8 \pm 0,2$  % en peso.

El fluido (A) además comprendía determinados aditivos, proporcionándose la concentración en fracción en masa con respecto a la masa de caucho (phr = partes por cada cien partes de caucho):

ESBO: de 1 a 1,6 phr, estearato de calcio de 1,3 a 1,7 phr, Irganox de 0,03 a 0,1 phr.

La fase acuosa tuvo un valor de pH típico de 9,5. Además de los aditivos, el fluido (A) comprendía componentes inorgánicos tales como bromuros, cloruros, calcio, sodio, aluminio y pequeñas cantidades de otros componentes inorgánicos.

- 5 Se llevaron a cabo los experimentos de los ejemplos 1 a 7 usando un recipiente de vidrio que tenía un volumen de 1l. Los experimentos se llevaron a cabo por lotes. El recipiente estaba equipado con un agitador.

Se determinó el contenido de agua del fase orgánica tal y como se ha descrito anteriormente.

#### **Ejemplo 1**

- 10 Se colocó una muestra de fluido (A) en el recipiente agitado y se agitó durante 10 min a 58 °C. Se detuvo posteriormente el agitador y se dejó que la muestra sedimentara. Tras 30 min se separó la fase orgánica de la fase acuosa y se midió el contenido de agua residual en la centrífuga. La cantidad de agua residual fue de un 35 % en volumen.

#### **Ejemplo 2**

- 15 Se colocaron 160 ml de fluido (A) en el recipiente y se añadieron 240 ml de agua. Se agitó la mezcla durante 10 min a 58 °C. Posteriormente, se detuvo el agitador y se dejó sedimentar la mezcla. Tras 30 minutos, se separó la fase orgánica de la fase acuosa y se midió el contenido de agua residual en la centrífuga. La cantidad residual de agua en la fase orgánica fue de un 10,0 % en volumen.

#### **Ejemplo 3**

- 20 Se colocaron 160 ml de fluido (A) en el recipiente y se añadieron 240 ml de agua. Se agitó la mezcla durante 10 min a 90 °C. Posteriormente, se detuvo el agitador y se dejó sedimentar la mezcla. Tras 30 minutos, se separó la fase orgánica de la fase acuosa y se midió el contenido de agua residual en la centrífuga. La cantidad residual de agua en la fase orgánica fue de un 6,5 % en volumen.

#### **Ejemplo 4**

- 25 Se colocaron 160 ml de fluido (A) en el recipiente y se añadieron 240 ml de agua. Se agitó la mezcla durante 10 min a 105 °C. Posteriormente, se detuvo el agitador y se dejó sedimentar la mezcla. Tras 30 minutos, se separó la fase orgánica de la fase acuosa y se midió el contenido de agua residual en la centrífuga. La cantidad residual de agua en la fase orgánica fue de un 1,5 % en volumen.

#### **Ejemplo 5**

- 30 Se tomó una muestra de fluido (A) y se dejó sedimentar. Se analizaron la fase acuosa y la fase orgánica. La fase acuosa contenía 4940 mg/l de bromuros inorgánicos. La fase orgánica contenía un 20 % en peso de caucho de bromobutilo, un 68 % en peso de hexano y un 12 % en peso de agua. La concentración total de bromo inorgánico en la fase orgánica fue de un 0,15 % en peso (1500 ppm).

#### **Ejemplo 6**

- 35 Se introdujeron 100 ml de la fase orgánica obtenida en el ejemplo 5 en el recipiente agitado descrito anteriormente. Se añadieron 40 ml de agua. Se agitó la mezcla resultante durante 15 min a temperatura ambiente y posteriormente se dejó sedimentar durante 30 min. La fase acuosa resultante contenía 2280 mg/l de bromuros inorgánicos. La fase orgánica contenía un total de 0,04 % en peso (400 ppm) de bromuros inorgánicos.

#### **Ejemplo 7**

- 40 Se introdujeron 100 ml de la fase orgánica obtenida en el ejemplo 5 en el recipiente agitado descrito anteriormente. Se añadieron 80 ml de agua. Se agitó la mezcla resultante durante 15 min a temperatura ambiente y posteriormente se dejó sedimentar durante 30 min. La fase acuosa resultante contenía 1100 mg/l de bromuros inorgánicos. La fase orgánica contenía un total de un 0,025 % en peso (250 ppm) de bromuros inorgánicos.

#### **Ejemplos 8 a 27: Concentración y evaporación directa**

- 45 Se obtuvo el fluido (F) que contenía caucho de butilo usado como material prima para los ejemplos 7 a 28 obtenido a partir de dos fuentes diferentes.

#### **Preparación del fluido F1**

Se tomó una solución de caucho de butilo bruto de una planta de producción comercial, se dejó sedimentar varias horas y se separó la fase orgánica de la fase acuosa bruta. Posteriormente, se usó la fase orgánica para llevar a cabo los experimentos en forma de fluido (F1). El fluido (F1) contenía un 20 % en peso de caucho, un 70 % en peso

de hexanos y un 10 % en peso de agua, calculado sobre un 100 % en peso de estos tres componentes. La concentración de los aditivos con respecto a la fracción de caucho fue de:

ESBO: de 1 a 6 phr, estearato de calcio: de 1,3 a 1,7 phr e Irganox: de 0,03 a 0,1 phr.

5 El caucho de bromobutilo, disuelto en el fluido (F1), tenía las siguientes propiedades, una vez terminado y seco: Mooney (ML 1+8, 125 °C) de 28 a 36, contenido de bromo unido de un 1,6 a un 2,0 % en peso.

La viscosidad del fluido F1 a 60 °C fue de 1.760 mPa\*s.

### Preparación del fluido F2

10 Se disolvió caucho de bromobutilo disponible comercialmente con un Mooney (ML 1+8, 125 °C) de 28 a 36, un contenido de bromo de un 1,6 a un 2,0 % en peso y una concentración de volátiles orgánicos < 0,7 % en peso en hexano técnico, de manera que se obtuvo un fluido (F2) que contenía un 20 % en peso de caucho, un 79 % de hexanos y un 1 % en peso de agua calculado en 100 % en peso de estos tres componentes. La concentración de aditivos con respecto a la fracción de caucho de bromobutilo fue:

ESBO: de 1 a 6 phr, estearato de calcio: de 1,3 a 1,7 phr e Irganox: de 0,03 a 0,1 phr.

### Ejemplos 8 a 12: Concentración

#### 15 La unidad del concentrador

La unidad de concentrador usada para los ejemplos fue similar a la mostrada en la Figura 1. Se usó una bomba de pistón para bombear el fluido F1, que se preparó como se ha descrito anteriormente, hasta el calentador (2). El calentador (2) fue un intercambiador de calor de tipo tubo-dentro de- tubo individual. La tubería interna estaba equipada con un mezclador de tipo Kenics, siendo el diámetro interno de la tubería de 15 mm. Se calentó el tubo por medio de una cubierta de tubo conformada. El medio de calentamiento fue aceite de calentamiento (Marlotherm). Se instaló una válvula (3) de liberación de presión antes del recipiente de desgasificación (4), se controló la presión aguas arriba de la válvula automáticamente hasta un valor de punto de referencia. Se escogió este punto de referencia de manera que se evitara la ebullición del fluido caliente (G1). Se introdujo el fluido caliente (G) en el interior del recipiente de desgasificación (4) desde la parte superior. La salida cónica del recipiente de desgasificación (4) estaba equipada con una bomba (4.2) que fue una combinación de una bomba de tipo extrusora y una bomba de engranajes. Esta combinación tuvo la ventaja de ser capaz de manipular viscosidades elevadas y de acumular presiones elevadas. Se tomaron las muestras del fluido concentrado (H) para investigar la concentración y la viscosidad tras la etapa de concentración.

#### Ejemplo 8

30 Se fijó el medio de calentamiento del calentador 2 en 125 °C, la presión en el recipiente de separación 4 fue presión atmosférica (1013 hPa). El fluido concentrado H de la parte inferior del recipiente de separación 4 fue un líquido espumoso que fluía libremente, como se observó a través de un vidrio de visión y se pudo transportar fácilmente desde el recipiente de separación usando la bomba de extracción 4.2 como se ha descrito anteriormente. El fluido concentrado H tenía una concentración de hexano de un 71 % en peso y una viscosidad de 4.840 mPa\*s medida a 60 °C.

#### Ejemplo 9

40 La material prima, el fluido F1, y la unidad de concentración fueron las mismas que en el ejemplo 8. Se fijó el medio de calentamiento del calentador 2 en 155 °C, la presión del recipiente de separación 4 fue presión atmosférica (1013 hPa). El fluido concentrado H de la parte inferior del recipiente de separación 4 fue un líquido espumoso que fluía libremente, como se observó a través de un vidrio de visión y se pudo transportar fácilmente desde el recipiente de separación usando la bomba de extracción 4.2 como se ha descrito anteriormente. El fluido concentrado H tenía una concentración de hexano de un 53 % en peso y una viscosidad de 65.000 mPa\*s medida a 60 °C.

#### Ejemplo 10

45 La material prima, el fluido F1, y la unidad de concentración fueron las mismas que en el ejemplo 8. Se fijó el medio de calentamiento del calentador 2 en 170 °C, la presión del recipiente de separación 4 fue presión atmosférica (1013 hPa). El fluido concentrado H de la parte inferior del recipiente de separación 4 fue un líquido espumoso que fluía libremente, como se observó a través de un vidrio de visión y se pudo transportar fácilmente desde el recipiente de separación usando la bomba de extracción 4.2 como se ha descrito anteriormente. El fluido concentrado H tenía una concentración de hexano de un 42 % en peso y una viscosidad de 317.700 mPa\*s medida a 60 °C.

#### 50 Ejemplo 11

La material prima, el fluido F1, y la unidad de concentración fueron las mismas que en el ejemplo 8. Se fijó el medio de calentamiento del calentador 2 en 170 °C, la presión del recipiente de separación 4 fue 500 hPa. El fluido

concentrado H de la parte inferior del recipiente de separación 4 fue un líquido espumoso que fluía libremente, como se observó a través de un vidrio de visión y se pudo transportar fácilmente desde el recipiente de separación usando la bomba de extracción 4.2 como se ha descrito anteriormente. Se observó solo una pequeña acumulación de producto en la sección de salida cónica del recipiente de separación 4. El fluido concentrado H tenía una concentración de hexano de un 20 % en peso y una viscosidad de 7.600.000 mPa\*s medida a 60 °C.

**Ejemplo 12**

La material prima, el fluido F1, y la unidad de concentración fueron las mismas que en el ejemplo 8. Se fijó el medio de calentamiento del calentador 2 en 170 °C, la presión del recipiente de separación 4 fue de 230 hPa. El fluido concentrado H de la parte inferior del recipiente de separación 4 fue un líquido espumoso que fluía libremente, como se observó a través de un vidrio de visión y se pudo transportar fácilmente desde el recipiente de separación usando la bomba de extracción 4.2 como se ha descrito anteriormente. Se observó parte de acumulación de producto en la sección de salida cónica del recipiente de separación. El fluido concentrado H tenía una concentración de hexano de un 15 % en peso y una viscosidad de 15.600.000 mPa\*s medida a 60 °C.

La Tabla 1 muestra los resultados de los ejemplos 8 a 12 que muestran el comportamiento de la etapa de concentración.

Tabla 1

Ejemplo	T [°C] en el calentador 2*	P [hPa] en el recipiente de desgasificación 4	Contenido de hexano [% en peso] de fluido H*	Viscosidad [mPa*s] a 60 °C del fluido H
8	125 °C	1013	71 %	4.840
9	155 °C	1013	53 %	65.000
10	170 °C	1013	42 5	317.700
11	170 °C	500	20 %	7.600.000
12	170 °C	230	15 %	15.600.000

\* temperatura fijada para el medio de calentamiento

**Ejemplos 13 a 19: Concentración y Extrusión**

**El dispositivo**

El dispositivo usado para los ejemplos fue similar al mostrado en la Figura 5. Se usó una bomba de pistón para bombear el fluido (F) hasta el calentador (2). El calentador (2) fue un intercambiador de calor de tipo tubo-dentro de-tubo individual. La tubería interna estaba equipada con un mezclador estático de tipo Kenics, el diámetro de la tubería interna fue de 15 mm. Se calentó el tubo por medio de una cubierta de tubo conformada. El medio de calentamiento fue aceite de calentamiento (Marlotherm). Se instó una válvula (3) de liberación de presión antes del recipiente de desgasificación (4), controlándose la presión aguas arriba de la válvula automáticamente hasta un valor de punto de referencia. Se escogió este punto de referencia de manera que se evitara la ebullición del fluido caliente (G). Se introdujo el fluido caliente (G) en el interior del recipiente de desgasificación (4) desde la parte superior. Se equipó la salida cónica del recipiente de desgasificación (4) con una bomba (4.2) que fue una combinación de una bomba de tipo extrusora y una bomba de engranajes. En la etapa b), posteriormente se hizo pasar el fluido H concentrado obtenido en la etapa a) a través de una unidad de recalentamiento (6) que fue un intercambiador de calor de tipo tubo-dentro de-tubo individual. El diámetro interno de la tubería fue de 20 mm, estando la tubería interna equipada con un mezclador estático de tipo SMX. Se consiguió el calentamiento por medio de una cubierta de tubo usando aceite de calentamiento (Marlotherm) como medio de calentamiento.

En la etapa c), se alimentó el fluido L concentrado y recalentado en el interior de la unidad extrusora. La extrusora de la unidad extrusora fue una extrusora de doble husillo co-rotatorio con un diámetro de husillo de 32 mm y una longitud de husillo de 1260 mm. La unidad extrusora comprendía además una boquilla como dispositivo de control de presión (7, véase la Figura 7) aguas arriba del punto de alimentación (12) de la extrusora, tres secciones de desgasificación extrusora, en las cuales se ubicó el punto de alimentación (12) en la primera sección de desgasificación de la extrusora, de manera que la primer sección de desgasificación de la extrusora comprendía una sección de transporte (16A), un puerto de purga trasero (13) conectado a una tubería de vapor (13.1) en la dirección aguas arriba y de manera que la unidad extrusora comprendía dos secciones de desgasificación de la extrusora aguas abajo que comprendía cada una sección de transporte 16B y 16C), un puerto de purga (15a y 15B), de manera que los puertos de purga (15A y 15B) estaban cada uno conectado a una tubería de vapor (15.1A y 15.1B) y

de manera que cada una de las secciones de transporte (16A, 16B y 16C) estaba terminada por medio de una sección de acumulación (18A, 18B y 20) y de manera que la unidad extrusora comprendía además una sección de salida (22).

5 Cada una de las secciones, en particular las secciones de transporte se podrían calentar independientemente a través del tambor de la extrusora con el fin de controlar la temperatura del caucho en cualquier punto de la extrusora.

10 Se conectó el puerto (13) de purga trasero a un condensador por medio de una primera tubería de vapor (13.1). El condensador fue un intercambiador de calor de tipo placa y conectado adicionalmente a una bomba de vacío de anillo para líquidos. Las otras tuberías de vapor (15.1A y 15.1B) estaban conectadas a un sistema de condensación que comprendía una bomba de vacío de operación en seco de tipo de tornillo doble.

La primera sección de acumulación (18A) estaba formada por bloques de amasado, la segunda sección de acumulación (18B) estaba formada por bloques de amasado y un elemento de transporte inverso. Se diseñaron ambas secciones de acumulación (18A y 18B) para permitir la inyección de un agente de separación.

15 Se instaló un vidrio de visión en el puerto de purga (15.1B) para permitir la observación del comportamiento de transporte y de las propiedades de producto en la sección de transporte (16C).

Se combinaron la zona de amasado (20) y la sección de salida (22) para dar lugar a una sección funcional. La zona de la sección de acumulación estaba formada por una placa de boquilla y una boquilla de formación de un cordón de caucho que se conformó para dar lugar a grumos de caucho en la sección de salida.

#### 20 **Ejemplo 13**

Se usó el fluido F2 descrito anteriormente como materia prima (fluido F). Se fijó el rendimiento del fluido F2 en 20 kg/h, lo que corresponde a 4,4 kg/h del producto final de caucho de bromobutilo. Se fijó la temperatura de calentamiento del calentador (2) en 154 °C, la presión en el recipiente de separación (4) en 626 hPa. Se fijó la temperatura del medio de calentamiento de la unidad de recalentamiento (6) en 153 °C, la presión en el puerto (13) de purga trasero fue de 626 hPa. La temperatura del tambor de la extrusora fue de 81 °C. Se rebajó la presión en el segundo y tercer puertos de purga (15A y 15B) hasta 6 hPa. Se alimentó nitrógeno al interior de la sección de acumulación (18B) como agente de separación a una tasa de un 0,85 % en peso con respecto a la masa del producto final de caucho de bromobutilo. A través del vidrio de visión del recipiente de separación (4) se observó que el fluido concentrado H era todavía un fluido que fluía libremente. A través del vidrio de visión del último puerto de purga de la extrusora (15B) se pudo observar que el caucho había cambiado hasta un estado grumoso en la extrusora. Los grumos aparecieron blancos y se extrajeron permanentemente y se amasaron por medio de la acción de ejes de husillo. En la sección de salida (22) se produjo un cordón de caucho, que posteriormente se cortó en grumos o pedazos de caucho. Se analizó el producto (P) final de caucho de bromobutilo recogido en la sección de salida para determinar la concentración de hexano y de volátiles totales.

Volátiles totales:	0,89 % en peso
Hexano:	0,65 % en peso
Agua:	0,24 % en peso

#### 35 **Ejemplo 14**

Se usó el fluido F2 descrito anteriormente como materia prima (fluido F). Se fijó el rendimiento del fluido F2 en 5 kg/h, lo que corresponde a 1,1 kg/h del producto final de caucho de bromobutilo. Se fijó la temperatura de calentamiento del calentador (2) en 157 °C, la presión en el recipiente de separación (4) en 633 hPa. Se fijó la temperatura del medio de calentamiento de la unidad de recalentamiento (6) en 156 °C, la presión en el puerto (13) de purga trasero fue de 633 hPa. La temperatura del tambor de la extrusora fue de 81 °C. Se rebajó la presión en el segundo y tercer puertos de purga (15A y 15B) hasta 6 hPa. Se alimentó nitrógeno al interior de la sección de acumulación (18B) como agente de separación a una tasa de un 3,41 % en peso con respecto a la masa del producto final de caucho de bromobutilo. A través del vidrio de visión del recipiente de separación (4) se observó que el fluido concentrado H era todavía un fluido que fluía libremente. A través del vidrio de visión del último puerto de purga de la extrusora (15B) se pudo observar que el caucho había cambiado hasta un estado grumoso en la extrusora. Los grumos aparecieron blancos y se extrajeron permanentemente y se amasaron por medio de la acción de ejes de husillo. En la sección de salida (22) se produjo un cordón de caucho, que posteriormente se cortó en grumos o pedazos de caucho. Se analizó el producto (P) final de caucho de bromobutilo recogido en la sección de salida para determinar la concentración de hexano y de volátiles totales.

Volátiles totales:	0,72 % en peso
--------------------	----------------

## ES 2 425 195 T3

Hexano: 0,56 % en peso

Agua: 0,16 % en peso

### Ejemplo 15

Se usó el fluido F2 descrito anteriormente como materia prima (fluido F). Se fijó el rendimiento del fluido F2 en 10 kg/h, lo que corresponde a 2,2 kg/h del producto final de caucho de bromobutilo. Se fijó la temperatura de calentamiento del calentador (2) en 156 °C, la presión en el recipiente de separación (4) en 318 hPa. Se fijó la temperatura del medio de calentamiento de la unidad de recalentamiento (6) en 156 °C, la presión en el puerto (13) de purga trasero fue de 318 hPa. La temperatura del tambor de la extrusora fue de 81 °C. Se rebajó la presión en el segundo y tercer puertos de purga (15A y 15B) hasta 12 hPa. Se alimentó nitrógeno al interior de la sección de acumulación (18B) como agente de separación a una tasa de un 1,70 % en peso con respecto a la masa del producto final de caucho de bromobutilo. A través del vidrio de visión del recipiente de separación (4) se observó que el fluido concentrado H era todavía un fluido que fluía libre. A través del vidrio de visión del último puerto de purga de la extrusora (15B) se pudo observar que el caucho había cambiado hasta un estado grumoso en la extrusora. Los grumos aparecieron blancos y se extrajeron permanentemente y se amasaron por medio de la acción de ejes de husillo. En la sección de salida (22) se produjo un cordón de caucho, que posteriormente se cortó en grumos o pedazos de caucho. Se analizó el producto (P) final de caucho de bromobutilo recogido en la sección de salida para determinar la concentración de hexano y de volátiles totales.

Volátiles totales: 0,80 % en peso

Hexano: 0,40 % en peso

Agua: 0,40 % en peso

### Ejemplo 16

Se usó el fluido F2 descrito anteriormente como materia prima (fluido F). Se fijó el rendimiento del fluido F2 en 10 kg/h, lo que corresponde a 2,2 kg/h del producto final de caucho de bromobutilo. Se fijó la temperatura de calentamiento del calentador (2) en 155 °C, la presión en el recipiente de separación (4) en 475 hPa. Se fijó la temperatura del medio de calentamiento de la unidad de recalentamiento (6) en 156 °C, la presión en el puerto (13) de purga trasero fue de 475 hPa. La temperatura del tambor de la extrusora fue de 100 °C. Se rebajó la presión en el segundo y tercer puertos de purga (15A y 15B) hasta 11 hPa. No se alimentó nitrógeno al interior de la sección de acumulación (18B). A través del vidrio de visión del recipiente de separación (4) se observó que el fluido concentrado H era todavía un fluido que fluía libre. A través del vidrio de visión del último puerto de purga de la extrusora (15B) se pudo observar que el caucho había cambiado hasta un estado grumoso en la extrusora. Los grumos aparecieron blancos y se extrajeron permanentemente y se amasaron por medio de la acción de ejes de husillo. En la sección de salida (22) se produjo un cordón de caucho, que posteriormente se cortó en grumos o pedazos de caucho. Se analizó el producto (P) final de caucho de bromobutilo recogido en la sección de salida para determinar la concentración de hexano y de volátiles totales.

Volátiles totales: 0,97 % en peso

Hexano: 0,58 % en peso

Agua: 0,39 % en peso

### Ejemplo 17

Se usó el fluido F2 descrito anteriormente como materia prima (fluido F). Se fijó el rendimiento del fluido F2 en 10 kg/h, lo que corresponde a 2,2 kg/h del producto final de caucho de bromobutilo. Se fijó la temperatura de calentamiento del calentador (2) en 155 °C, la presión en el recipiente de separación (4) en 475 hPa. Se fijó la temperatura del medio de calentamiento de la unidad de recalentamiento (6) en 156 °C, la presión en el puerto (13) de purga trasero fue de 475 hPa. La temperatura del tambor de la extrusora fue de 100 °C. Se rebajó la presión en el segundo y tercer puertos de purga (15A y 15B) hasta 11 hPa. Se alimentó agua al interior de la sección de acumulación (18B) como agente de separación a una tasa de un 4,09 % en peso con respecto a la masa de producto final de caucho de bromobutilo. A través del vidrio de visión del recipiente de separación (4) se observó que el fluido concentrado H era todavía un fluido que fluía libre. A través del vidrio de visión del último puerto de purga de la extrusora (15B) se pudo observar que el caucho había cambiado hasta un estado grumoso en la extrusora. Los grumos aparecieron blancos y se extrajeron permanentemente y se amasaron por medio de la acción de ejes de husillo. En la sección de salida (22) se produjo un cordón de caucho, que posteriormente se cortó en grumos o pedazos de caucho. Se analizó el producto (P) final de caucho de bromobutilo recogido en la sección de salida para determinar la concentración de hexano y de volátiles totales.

Volátiles totales: 0,45 % en peso

## ES 2 425 195 T3

Hexano: 0,31 % en peso

Agua: 0,14 % en peso

### Ejemplo 18

Se usó el fluido F2 descrito anteriormente como materia prima (fluido F). Se fijó el rendimiento del fluido F2 en 10 kg/h, lo que corresponde a 2,2 kg/h del producto final de caucho de bromobutilo. Se fijó la temperatura de calentamiento del calentador (2) en 155 °C, la presión en el recipiente de separación (4) en 475 hPa. Se fijó la temperatura del medio de calentamiento de la unidad de recalentamiento (6) en 156 °C, la presión en el puerto (13) de purga trasero fue de 475 hPa. La temperatura del tambor de la extrusora fue de 130 °C. Se rebajó la presión en el segundo y tercer puertos de purga (15A y 15B) hasta 11 hPa. Se alimentó agua al interior de la sección de acumulación (18B) como agente de separación a una tasa de un 4,09 % en peso con respecto a la masa de producto final de caucho de bromobutilo. A través del vidrio de visión del recipiente de separación (4) se observó que el fluido concentrado H era todavía un fluido que fluía libre. A través del vidrio de visión del último puerto de purga de la extrusora (15B) se pudo observar que el caucho había cambiado hasta un estado grumoso en la extrusora. Los grumos aparecieron blancos y se extrajeron permanentemente y se amasaron por medio de la acción de ejes de husillo. En la sección de salida (22) se produjo un cordón de caucho, que posteriormente se cortó en grumos o pedazos de caucho. Se analizó el producto (P) final de caucho de bromobutilo recogido en la sección de salida para determinar la concentración de hexano y de volátiles totales.

Volátiles totales: 0,22 % en peso

Hexano: 0,13 % en peso

Agua: 0,09 % en peso

### Ejemplo 19

Se usó el fluido F2 descrito anteriormente como materia prima (fluido F). Se fijó el rendimiento del fluido F2 en 10 kg/h, lo que corresponde a 2,2 kg/h del producto final de caucho de bromobutilo. Se fijó la temperatura de calentamiento del calentador (2) en 155 °C, la presión en el recipiente de separación (4) en 475 hPa. Se fijó la temperatura del medio de calentamiento de la unidad de recalentamiento (6) en 156 °C, la presión en el puerto (13) de purga trasero fue de 475 hPa. La temperatura del tambor de la extrusora fue de 160 °C. Se rebajó la presión en el segundo y tercer puertos de purga (15A y 15B) hasta 11 hPa. Se alimentó agua al interior de la sección de acumulación (18B) como agente de separación a una tasa de un 4,09 % en peso con respecto a la masa de producto final de caucho de bromobutilo. A través del vidrio de visión del recipiente de separación (4) se observó que el fluido concentrado H era todavía un fluido que fluía libre. A través del vidrio de visión del último puerto de purga de la extrusora (15B) se pudo observar que el caucho había cambiado hasta un estado grumoso en la extrusora. Los grumos aparecieron blancos y se extrajeron permanentemente y se amasaron por medio de la acción de ejes de husillo. En la sección de salida (22) se produjo un cordón de caucho, que posteriormente se cortó en grumos o pedazos de caucho. Se analizó el producto (P) final de caucho de bromobutilo recogido en la sección de salida para determinar la concentración de hexano y de volátiles totales.

Volátiles totales: 0,09 % en peso

Hexano: 0,04 % en peso

Agua: 0,05 % en peso

Los resultados de los ejemplos 13 a 19 se recogen en las tablas 2a), b) y c).

**Tabla 2a) Unidad de Concentración**

Condiciones del procedimiento en las unidades de concentración y recalentamiento					
Ejemplo	Rendimiento [kg/h] de fluido F2	Rendimiento* [kg/h] de Producto P	T[°C] en el calentador 2*	P [hPa] en el recipiente de desgasificación 4	T [°C] en la unidad de recalentamiento 6*
13	20	4,4	154	626	153
14	5	1,1	157	633	156
15	10	1,1	156	318	156
16	10	1,1	155	475	155

## ES 2 425 195 T3

17	10	1,1	155	475	155
18	10	1,1	155	475	155
19	10	1,1	155	475	155
* temperatura fijada para el medio de calentamiento					

**Tabla 2b) Unidad extrusora**

Condiciones del procedimiento en unidad extrusora					
Ejemplo	P [hPa] en el puerto de purga 13	P [hPa] en el puerto de purga 15A	P [hPa] en el puerto de purga 15B	Agente de separación en la sección 18B	Cantidad [% en peso]
13	626	6	6	nitrógeno	0,85
14	633	6	6	nitrógeno	3,41
15	318	12	12	nitrógeno	1,70
16	475	11	11	ninguno	-
17	475	11	11	agua	4,09
18	475	11	11	agua	4,09
19	475	11	11	agua	4,09
* % en peso con respecto al producto de caucho de bromobutilo					

**Tabla 2c) Resultados**

Contenidos de volátiles en el producto final			
Ejemplo	Hexano [% en peso]	Agua [% en peso]	Volátiles totales [% en peso]
13	0,65	0,24	0,89
14	0,56	0,16	0,72
15	0,40	0,40	0,80
16	0,58	0,39	0,97
17	0,31	0,14	0,45
18	0,13	0,09	0,22
19	0,04	0,05	0,09
* Diferencia de Volátiles totales y contenido de hexano			

5

### **Ejemplos 20 a 23: Concentración y Extrusión**

#### **El dispositivo**

El dispositivo usado para los ejemplos fue similar al mostrado en la Figura 6 e idéntico al descrito para los ejemplos 13 a 19, exceptuando que:

- 10
- La unidad extrusora comprendía una cuarta zona de desgasificación, que comprendía una cuarta sección de transporte (16D) y un cuarto puerto de purga (15C) equipado con una tubería de vapor (15.1C) que estaba conectado a una tubería de vapor anterior (15.1B).
  - El vidrio de visión para observar el comportamiento fue parte del puerto de purga (15C) en lugar del puerto de

- purga (15B).
- La tercera sección de acumulación (18C) estaba formada por elementos de amasado y un elemento de transporte inverso similar a la segunda zona de acumulación (18B) y también diseñado para permitir la inyección de un agente de separación.
- 5 - La zona de amasado final (20) comprendió elementos de amasado y elementos de transporte inverso.
- La sección de salida (22) comprendió elementos de transporte de husillo y una salida abierta.

**Procedimiento General**

10 Se usó el fluido F2 descrito anteriormente como materia prima (fluido F). Se fijó el rendimiento del fluido F2 en 10 kg/h, lo que corresponde a 2,2 kg/h del producto final de caucho de bromobutilo. Se fijó la temperatura de calentamiento del calentador (2) en 160 °C, la presión en el recipiente de separación (4) en 450 hPa. Se fijó la temperatura del medio de calentamiento de la unidad de recalentamiento (6) en 160 °C, la presión en el puerto (13) de purga trasero fue de 450 hPa. La temperatura del tambor de la extrusora fue de 130 °C. Se rebajó la presión en el segundo, tercer y cuarto puertos de purga (15A, 15B y 15C) hasta 6 hPa.

15 Se variaron los tipos y cantidades de agentes de separación inyectados en las secciones de acumulación (18B y 18C) como se puede ver en la tabla 3b). A través del vidrio de visión del recipiente de separación (4), se observó para cada experimento que el fluido concentrado H era todavía un fluido que fluía libre. A través del vidrio de visión el último puerto de purga de la extrusora (15C) se pudo observar que el caucho ya había cambiado a un estado grumoso en la extrusora. Los grumos aparecieron blancos y se extrajeron permanentemente y se amasaron por medio de la acción de ejes de husillo. En la sección de salida (22) se formaron grumos de caucho de un tamaño de 20 aproximadamente 2-6 mm. Se analizó el producto (P) final de caucho de bromobutilo recogido en la sección de salida para determinar la concentración de hexano y de volátiles totales.

Las condiciones del procedimiento se proporcionan en las tablas 3a), b) y c).

**Tabla 3a) Unidad de Concentración**

Condiciones del procedimiento en las unidades de concentración y recalentamiento					
Ejemplo	Rendimiento [kg/h] de fluido F2	Rendimiento* [kg/h] de Producto P	T[°C] en el calentador 2*	P [hPa] en el recipiente de desgasificación 4	T [°C] en la unidad de recalentamiento 6*
20 a 23	10	1,1	160	450	160

\* temperatura fijada para el medio de calentamiento

**Tabla 3b) Unidad extrusora**

Condiciones de procedimiento en la unidad extrusora*						
Ejemplo	P [hPa] en el puerto de purga 13	P [hPa] en los puertos de purga 15A, 15B y 15C	Agente de separación en la sección 18B	Cantidad [% en peso]**	Agente de separación en la sección 18B	Cantidad [% en peso]**
20	450	6	ninguno	-	ninguno	-
21	450	6	nitrógeno	1,70	ninguno	-
22	450	6	ninguno	-	agua	2,73
23	450	6	nitrógeno	1,70	agua	2,73

\* Se fijó la temperatura del tambor de la extrusora en 130 °C en todos los ejemplos  
 \*\* % en peso con respecto al producto de caucho de bromobutilo

25

**Tabla 3c) Resultados**

Contenidos de volátiles en el producto final			
Ejemplo	Hexano [% en peso]	Agua [% en peso]	Volátiles totales [% en peso]
20	0,03	0,08	0,11
21	0,02	0,08	0,10

## ES 2 425 195 T3

22	0,03	0,12	0,15
23	0,02	0,07	0,09

### Ejemplos 24 a 27: Concentración y Extrusión

El dispositivo

El dispositivo usado para los ejemplos fue idéntico al descrito en los ejemplos 20 a 23.

#### 5 Ejemplo 24

Se usó el fluido F1 descrito anteriormente como materia prima (fluido F). Se fijó el rendimiento del fluido F1 en 20 kg/h, lo que corresponde a 4,4 kg/h del producto final de caucho de bromobutilo. Se fijó la temperatura de calentamiento del calentador (2) en 139 °C, la presión en el recipiente de separación (4) en 756 hPa. Se fijó la temperatura del medio de calentamiento de la unidad de recalentamiento (6) en 153 °C, la presión en el puerto (13) de purga trasero fue de 147 hPa. La temperatura del tambor de la extrusora fue de 130 °C. Se rebajó la presión en el segundo puerto de purga (15A) hasta 270 hPa, se rebajó la presión en el tercer y cuarto puerto de purga (15b y 15c) hasta 40 hPa. Se alimentó agua al interior de cada una de las secciones de acumulación (18B y 18C) como agente de separación a una tasa de un 1,36 % en peso con respecto a la masa de producto final de caucho de bromobutilo. A través del vidrio de visión del recipiente de separación (4) se observó que el fluido concentrado H era todavía un fluido que fluía libre. A través del vidrio de visión del último puerto de purga de la extrusora (15C) se pudo observar que el caucho había cambiado hasta un estado grumoso en la extrusora. Los grumos aparecieron blancos y se extrajeron permanentemente y se amasaron por medio de la acción de ejes de husillo. En la sección de salida (22) se formaron grumos de caucho de un tamaño de aproximadamente 2-6 mm. Se analizó el producto (P) final de caucho de bromobutilo recogido en la sección de salida para determinar la concentración de hexano y de volátiles totales.

Volátiles totales: 0,200 % en peso  
Hexano: 0,080 % en peso  
Agua: 0,120 % en peso

#### Ejemplo 25

Se usó el fluido F1 descrito anteriormente como materia prima (fluido F). Se fijó el rendimiento del fluido F1 en 20 kg/h, lo que corresponde a 4,4 kg/h del producto final de caucho de bromobutilo. Se fijó la temperatura de calentamiento del calentador (2) en 157 °C, la presión en el recipiente de separación (4) en 869 hPa. Se fijó la temperatura del medio de calentamiento de la unidad de recalentamiento (6) en 147 °C, la presión en el puerto (13) de purga trasero fue de 869 hPa. La temperatura del tambor de la extrusora fue de 130 °C. Se rebajó la presión en el segundo puerto de purga (15A) hasta 270 hPa, se rebajó la presión en el tercer y cuarto puerto de purga (15b y 15C) hasta 40 hPa. Se alimentó agua al interior de cada una de las secciones de acumulación (18B y 18C) como agente de separación a una tasa de un 2,73 % en peso con respecto a la masa de producto final de caucho de bromobutilo. A través del vidrio de visión del recipiente de separación (4) se observó que el fluido concentrado H era todavía un fluido que fluía libre. A través del vidrio de visión del último puerto de purga de la extrusora (15C) se pudo observar que el caucho había cambiado hasta un estado grumoso en la extrusora. Los grumos aparecieron blancos y se extrajeron permanentemente y se amasaron por medio de la acción de ejes de husillo. En la sección de salida (22) se formaron grumos de caucho de un tamaño de aproximadamente 2-6 mm. Se analizó el producto (P) final de caucho de bromobutilo recogido en la sección de salida para determinar la concentración de hexano y de volátiles totales.

Volátiles totales: 0,260 % en peso  
Hexano: 0,092 % en peso  
Agua: 0,168 % en peso

#### Ejemplo 26

Se usó el fluido F1 descrito anteriormente como materia prima (fluido F). Se fijó el rendimiento del fluido F1 en 20 kg/h, lo que corresponde a 4,4 kg/h del producto final de caucho de bromobutilo. Se fijó la temperatura de calentamiento del calentador (2) en 157 °C, la presión en el recipiente de separación (4) en 796 hPa. Se fijó la temperatura del medio de calentamiento de la unidad de recalentamiento (6) en 147 °C, la presión en el puerto (13) de purga trasero fue de 796 hPa. La temperatura del tambor de la extrusora fue de 130 °C. Se rebajó la presión en el segundo puerto de purga (15A) hasta 140 hPa, se rebajó la presión en el tercer y cuarto puerto de purga (15b y 15C) hasta 40 hPa. Se alimentó agua al interior de cada una de las secciones de acumulación (18B y 18C) como agente

de separación a una tasa de un 1,29 % en peso con respecto a la masa de producto final de caucho de bromobutilo. A través del vidrio de visión del recipiente de separación (4) se observó que el fluido concentrado H era todavía un fluido que fluía libre. A través del vidrio de visión del último puerto de purga de la extrusora (15C) se pudo observar que el caucho había cambiado hasta un estado grumoso en la extrusora. Los grumos aparecieron blancos y se extrajeron permanentemente y se amasaron por medio de la acción de ejes de husillo. En la sección de salida (22) se formaron grumos de caucho de un tamaño de aproximadamente 2-6 mm. Se analizó el producto (P) final de caucho de bromobutilo recogido en la sección de salida para determinar la concentración de hexano y de volátiles totales.

Volátiles totales: 0,180 % en peso  
 Hexano: 0,099 % en peso  
 Agua: 0,081 % en peso

**Ejemplo 27**

Se usó el fluido F1 descrito anteriormente como materia prima (fluido F). Se fijó el rendimiento del fluido F1 en 20 kg/h, lo que corresponde a 4,4 kg/h del producto final de caucho de bromobutilo. Se fijó la temperatura de calentamiento del calentador (2) en 157 °C, la presión en el recipiente de separación (4) en 791 hPa. Se fijó la temperatura del medio de calentamiento de la unidad de recalentamiento (6) en 147 °C, la presión en el puerto (13) de purga trasero fue de 791 hPa. La temperatura del tambor de la extrusora fue de 130 °C. Se rebajó la presión en el segundo puerto de purga (15A) hasta 140 hPa, se rebajó la presión en el tercer y cuarto puerto de purga (15b y 15C) hasta 40 hPa. Se alimentó nitrógeno al interior de la primera sección de alimentación (18B) a una tasa de un 0,89 % con respecto a la masa del producto final de caucho de bromobutilo y agua a la segunda sección de acumulación (18C) a una tasa de 1,29 % en peso. A través del vidrio de visión del recipiente de separación (4) se observó que el fluido concentrado H era todavía un fluido que fluía libre. A través del vidrio de visión del último puerto de purga de la extrusora (15C) se pudo observar que el caucho había cambiado hasta un estado grumoso en la extrusora. Los grumos aparecieron blancos y se extrajeron permanentemente y se amasaron por medio de la acción de ejes de husillo. En la sección de salida (22) se formaron grumos de caucho de un tamaño de aproximadamente 2-6 mm. Se analizó el producto (P) final de caucho de bromobutilo recogido en la sección de salida para determinar la concentración de hexano y de volátiles totales.

Volátiles totales: 0,140 % en peso  
 Hexano: 0,055 % en peso  
 Agua: 0,085 % en peso

Las Tablas 4a), b) y c) muestran las condiciones del procedimiento y los resultados.

**Tabla 4a) Unidades de Concentración**

Condiciones del procedimiento en las unidades de concentración y recalentamiento					
Ejemplo	Rendimiento [kg/h]	T[°C] en el calentador 2**	P [hPa] en el recipiente de desgasificación 4A	T[°C] en el calentador 2B**	P [hPa] en el recipiente de desgasificación 4B
24	4,4	139	756	123	130
25	4,4	157	869	147	130
26	4,6	157	796	147	130
27	4,2	157	791	147	129

\* calculado sobre el producto de caucho de bromobutilo que abandona la unidad extrusora  
 \*\* temperatura fijada para el medio de calentamiento

**Tabla 4b) Unidad extrusora**

Condiciones de procedimiento en el unidad extrusora*							
Ejemplo	P [hPa] en el puerto de purga 13	P [hPa] en el puerto de purga 15A	P [hPa] en el puerto de purga 15B	Agente de separación en la sección 18B	Cantidad [% en peso]**	Agente de separación en la sección 18C	Cantidad [% en peso]**

## ES 2 425 195 T3

24	756	270	40	agua		agua	
25	869	270	40	agua	2,73	agua	2,73
26	796	140	40	agua	1,29	agua	1,29
27	791	140	40	nitrógeno	0,89	agua	1,42

\* Se fija la temperatura del tambor de la extrusora en 130 °C en todos los ejemplos  
 \*\* % en peso con respecto al flujo másico de caucho

**Tabla 4c) Resultados**

<b>Contenidos de volátiles en el producto final</b>			
Ejemplo	Hexano [% en peso]	Agua [% en peso]*	Volátiles totales [% en peso]
24	0,08	0,12	0,20
25	0,09	0,17	0,26
26	0,10	0,08	0,18
27	0,06	0,08	0,14

5 Los números de referencia usados anteriormente se resumen a continuación:

- |                           |  |
|---------------------------|--|
| 1                         | bomba                                  |
| 2, 2A, 2B                 | calentador                             |
| 3                         | dispositivo de control de presión      |
| 4, 4A, 4B                 | recipiente de desgasificación          |
| 4.1, 4.1A, 4.1B           | tubería de vapor                       |
| 4.2, 4.2A, 4.2B           | bomba                                  |
| 6                         | unidad de recalentamiento              |
| 7                         | dispositivo de control de presión      |
| 12                        | punto de alimentación                  |
| 13                        | puerto de purga trasero (aguas arriba) |
| 13.1                      | tubería de vapor                       |
| 15, 15A, 15B, 15C         | puerto de purga (aguas abajo)          |
| 15.1, 15.1A, 15.1B, 15.1C | tubería de vapor                       |
| 16, 16A, 16B, 16C         | sección de transporte (aguas abajo)    |
| 18, 18A, 18B, 18C         | sección de acumulación                 |
| 20                        | última sección de acumulación          |
| 22                        | sección de salida                      |
| 25                        | calentador                             |
| 26, 26A, 26B              | recipiente de separación               |
| 27, 27A, 27B              | fase acuosa                            |
| 28, 28A, 28B              | fase orgánica                          |
| 30, 30A, 30B              | sección de mezcla                      |
| 32, 32A, 32B              | mezclador                              |
| 34, 34A, 34B              | pared de separación                    |
| 36, 36A, 36B              | bomba de recirculación                 |
| 38, 38A, 38B              | tubería de recirculación               |
| 39, 39A, 39B              | agente de coalescencia                 |
| 40                        | bomba de recirculación                 |
| 42                        | tubería de recirculación               |
| 44                        | calentador                             |
| A                         | fluido A bruto                         |
| C                         | agua residual                          |
| D                         | fase acuosa para el reciclaje          |
| E                         | agua nueva                             |
| F                         | fluido F                               |
| G                         | fluido caliente H                      |
| H                         | fluido concentrado H                   |
| J                         | fluido pre-concentrado J               |
| K                         | fluido pre-concentrado y recalentado K |

L  
P

fluido concentrado y recalentado L  
producto

## REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para retirar compuestos volátiles de un fluido (F) que contiene al menos un polímero no volátil y al menos un compuesto volátil, que comprende al menos las etapas de:

- 5 a) tratar el fluido (F) en al menos una unidad de concentrador que comprende al menos un calentador (2), un recipiente de desgasificación (4) y una tubería de vapor (4.1), de manera que el fluido (F) se calienta, el fluido caliente (G) se alimenta al interior de un recipiente de desgasificación (4) en el que parte de los compuestos se retiran a través de la tubería de vapor (4.1) para obtener un fluido concentrado (H),
- 10 b) recalentar el fluido concentrado (H) de la etapa a) en al menos una unidad de calentamiento (6) para obtener un fluido (L) concentrado y recalentado;
- 15 c) alimentar el fluido (L) concentrado y recalentado de la etapa b) en al menos una unidad extrusora que comprende al menos una sección de desgasificación de la extrusora que comprende al menos una sección de transporte (16), un puerto de purga (15) con una o más tuberías de vapor (15.1), una sección de acumulación (20) y una sección de salida (22), por medio de la cual se retiran los compuestos volátiles a través de los puertos de purga (15) y las tuberías de vapor (15.1); en el que
- el polímero no volátil es un producto de caucho sintético y
  - el fluido (L) concentrado y recalentado fluye libremente tras penetrar en la sección de desgasificación de la extrusora y el producto (P) obtenido en la sección de salida (22) está sustancialmente libre de compuestos volátiles.
- 20

2. Procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado porque** la viscosidad del fluido (L) concentrado y recalentado está dentro del intervalo de 500 a 50.000.000 mPa\*s.

3. Procedimiento según la reivindicación 1 ó 2, **caracterizado porque** el contenido de compuestos volátiles en el producto (P) es menor de un 1 % basado en la masa del polímero.

25 4. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado porque** el producto de caucho sintético son cauchos de butilo halogenados.

5. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado porque** el fluido (F) contiene de un 3 a un 50 % en peso de un polímero no volátil y de un 60 a un 97 % en peso de compuestos volátiles, en el que los componentes anteriormente mencionados suman de 90 a 100 de la masa total de fluido (F).

30 6. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 5, **caracterizado porque** el fluido (F) que penetra en el calentador (2) tiene una temperatura de 10 °C a 100 °C.

7. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 6, **caracterizado porque** el fluido (F) que penetra en el calentador (2) tiene una viscosidad de 100 mPa\*s a 25.000 mPa\*s.

35 8. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 7, **caracterizado porque** el fluido calentado G tiene una temperatura de 100 a 200 °C.

9. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 8, **caracterizado porque** la presión en el recipiente de desgasificación (4) está dentro del intervalo de 100 hPa a 4.000 hPa.

40 10. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 9, **caracterizado porque** el recipiente de desgasificación (4) se diseña con la forma de un ciclón y tiene al menos una parte inferior con forma torisférica para facilitar la retirada del fluido concentrado (H).

11. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 10, **caracterizado porque** la bomba 4.2 está seleccionada entre el grupo que consiste en bombas de tipo desplazamiento positivo, bombas de engranajes, bombas de pistón, bombas de membrana, bombas de tipo husillo, bombas de tipo extrusora tal como bombas de tipo amasador o extrusoras de husillo doble o individual co-rotatorios o contra-rotatorios o sus combinaciones.

45 12. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 11, **caracterizado porque** la temperatura del fluido concentrado (H) es menor que la del fluido caliente (G) y está dentro del intervalo de 15 a 100 °C.

13. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 12, **caracterizado porque** la temperatura del fluido (L) concentrado y recalentado es mayor que la del fluido concentrado (H) y está dentro del intervalo de 50 °C a 200 °C.

50 14. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 13, **caracterizado porque** la unidad extrusora comprende una extrusora seleccionada entre el grupo que consiste en extrusoras de husillo individual y de multihusillo.

15. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 14, **caracterizado porque** la unidad extrusora comprende medios para operar zonas separadas de la extrusora, cada una independientemente de la otra, a diferentes temperaturas de

manera que las zonas pueden estar calentadas, no calentadas o enfriadas.

- 5 16. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 15, **caracterizado porque** la extrusora está fabricada de un material seleccionado entre acero tratado con nitruro, acero dúplex, acero inoxidable, aleaciones basadas en níquel, materiales compuestos tales como metales sinterizados, materiales prensados isostáticos en caliente, materiales de elevada resistencia al desgaste tales como Stellite, metales revestidos con revestimientos fabricados a partir de materiales cerámicos, nitruro de titanio, nitruro de cromo y carbono de tipo diamante.
17. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 16, **caracterizado porque** los puertos de purga (15) comprenden medios para evitar que el fluido (L) concentrado y recalentado o el producto (P) se salgan fuera de los puertos de purga.
- 10 18. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 17, **caracterizado porque** la acumulación en las secciones de acumulación (18, 20) se consigue por medio de elementos de amasado o regulación, discos blíster o troqueles.
19. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 18, **caracterizado porque** la unidad extrusora comprende de 1 a 30 secciones de transporte y de acumulación.
- 15 20. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 19, **caracterizado porque** la sección de salida (22) comprende medios para permitir que el producto salga de la extrusora y del equipo de procesado de producto, de manera que el equipo de procesado está seleccionado entre el grupo que consiste en combinaciones de troqueles y cortadoras; troqueles y medios de formación de microgránulos sumergidos; medios de formación de grumos, generadores de turbulencia y cuchillas fijas colocadas en la placa terminal de la extrusora.
- 20 21. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 20, **caracterizado porque** la sección de salida (20) comprende además medios de enfriamiento, de manera que los medios de enfriamiento están seleccionados entre el grupo que consiste en transportadores de grumos neumáticos con enfriamiento por aire convectivo, transportadores de grumos vibratorios con enfriamiento por aire convectivo, transportador de grumos vibratorio con superficies de contacto enfriadas, transportadores de cinta con enfriamiento por aire convectivo, transportador de cinta con cintas enfriadas, pulverización de agua sobre grumos calientes tras la salida de la extrusora y medios de formación de microgránulos sumergidos.
- 25 22. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 21, **caracterizado porque** la unidad extrusora se opera a una velocidad de alimentación de 5 a 25.000 kilogramos por hora.
23. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 22, **caracterizado porque** el agente de separación se añade en la unidad extrusora.
- 30 24. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 23, **caracterizado porque** los aditivos se añaden al fluido (F) o en la unidad extrusora por medio de un alimentador lateral o, en la medida en que sean líquidos, junto con un agente de separación.
25. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 24, **caracterizado porque** la etapa a) se repite al menos una vez.
- 35 26. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 25, **caracterizado porque** la repetición se consigue conectando en serie el número respectivo de unidades de concentración.
27. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 26, **caracterizado porque** la presión de la unidad de concentración, la unidad de recalentamiento o la unidad extrusora se provee con uno o más dispositivos de regulación de presión.
- 40 28. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 27, **caracterizado porque** la unidad extrusora comprende al menos una sección de desgaseificación de la extrusora en la dirección de aguas arriba.
- 45 29. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 28, **caracterizado porque** el fluido (F) se obtiene por medio de un procedimiento de retirada de compuestos hidrófilos y opcionalmente agua a partir de un fluido bruto (A) que contiene al menos un polímero no volátil, al menos un compuesto orgánico volátil, uno o más compuestos hidrófilos y opcionalmente agua que comprende al menos la etapa de pre-a) tratar el fluido bruto (A) en al menos una unidad de pre-lavado que comprende al menos un aparato de separación (26), en el que el fluido (A) se mezcla con agua para obtener una fase orgánica (28) que comprende principalmente un polímero no volátil y compuestos orgánicos volátiles y una fase acuosa (27) que comprende principalmente agua y compuestos hidrófilos, y en el que se separa la fase orgánica (28) de la fase acuosa (27) en un aparato de separación (26) y se usa además como fluido F y en el que al menos una parte de la fase acuosa (27) se retira del aparato de separación (fluido C).
- 50 30. Procedimiento según la reivindicación 29, **caracterizado porque** la separación está favorecida por medio de un agente de coalescencia (39).
31. Procedimiento según la reivindicación 29 ó 30, **caracterizado porque** la etapa pre-a) se repite al menos una vez.

32. Procedimiento según la reivindicación 31, **caracterizado porque** la repetición se consigue conectando en serie el número respectivo de aparatos de separación (26).
33. Procedimiento según las reivindicaciones 29 a 32, **caracterizado porque** la separación se lleva a cabo a temperaturas de más de 40 °C.
- 5 34. Dispositivo que comprende al menos
- una unidad de concentración que comprende un calentador (2) en comunicación con un recipiente de desgasificación (4), en el que la parte inferior del recipiente de desgasificación (4) está en comunicación con una bomba (4.2) y la parte superior del recipiente de desgasificación (4) está en comunicación con al menos una tubería de vapor (4.1)
  - 10 • una unidad de calentamiento (6) en comunicación con la bomba (4.2) de la unidad de concentración y un punto de alimentación (12) en una unidad extrusora
  - una unidad extrusora que comprende al menos un punto de alimentación (12), una sección de desgasificación de la extrusora (16), una sección de acumulación (20) y una sección de salida (22), comprendiendo la sección (16) de desgasificación de la extrusora además al menos un puerto de purga (15) conectado a una tubería de vapor (15.1).
- 15 35. Dispositivo según la reivindicación 34, **caracterizado porque** la bomba (4.2) está seleccionada entre el grupo que consiste en bombas de tipo desplazamiento positivo, bombas de engranajes, bombas de pistón, bombas de membrana, bombas de tipo husillo, bombas de tipo extrusora tal como bombas de tipo amasador o extrusoras de husillo doble o individual co-rotatorios o contra-rotatorios o sus combinaciones.
- 20 36. Dispositivo según la reivindicación 34 ó 35, **caracterizado porque** la unidad extrusora comprende una extrusora seleccionada entre el grupo que consiste en extrusoras de multihusillo y de husillo individual.
37. Dispositivo según las reivindicaciones 34 a 36, **caracterizado porque** la unidad extrusora comprende una extrusora de husillo doble, una extrusora de anillo o una extrusora de rodillo planetario.
- 25 38. Dispositivo según las reivindicaciones 34 a 37, **caracterizado porque** la sección de acumulación (20) comprende elementos de amasado o regulación, discos blíster o troqueles.
39. Dispositivo según las reivindicaciones 34 a 38, **caracterizado porque** la sección de salida (22) comprende un equipo de procesado de producto seleccionado entre el grupo que consiste en combinaciones de troqueles y cortadoras; troqueles y medios de formación de microgránulos sumergidos; medios para la formación de grumos, generadores de turbulencia y cuchillas fijas colocadas en la placa terminal de la extrusora.
- 30 40. Dispositivo según las reivindicaciones 34 a 39, **caracterizado porque** la sección de salida (22) comprende medios de enfriamiento.
41. Dispositivo según las reivindicaciones 35 a 39, **caracterizado porque** se diseña para permitir el funcionamiento con una velocidad de alimentación de 5 a 25.000 kilogramos por hora.
- 35 42. Dispositivo según las reivindicaciones 35 a 40, **caracterizado porque** la unidad extrusora se diseña para permitir la adición de un agente de separación.
43. Dispositivo según las reivindicaciones 35 a 41, **caracterizado porque** la unidad extrusora comprende uno o más alimentadores laterales.
44. Dispositivo según las reivindicaciones 35 a 42, **caracterizado porque** comprende más de una unidad de concentración, estando las unidades de concentración conectadas en serie.
- 40 45. Dispositivo según las reivindicaciones 35 a 43, **caracterizado porque** la unidad de concentración, la unidad de recalentamiento o la unidad extrusora están equipadas con uno o más dispositivos de regulación de presión.
46. Dispositivo según las reivindicaciones 35 a 44, **caracterizado porque** la unidad extrusora comprende más de una sección de desgasificación de la extrusora, estando el punto de alimentación (12) ubicado en la primera sección de desgasificación de la extrusora, comprendiendo la primera sección de desgasificación de la extrusora al menos una sección de transporte (16A), un puerto de purga posterior (13) conectado a una tubería de vapor (13.1) en la dirección de aguas arriba.
- 45 47. Dispositivo según las reivindicaciones 35 a 45, **caracterizado porque** comprende además una o más unidades de pre-lavado, que comprenden cada una al menos un aparato de separación (26) en comunicación con una o más de las unidades de concentración.
- 50 48. Dispositivo según la reivindicación 47, **caracterizado porque** el aparato de separación (26) comprende al menos un mezclador (30).

49. Dispositivo según la reivindicación 47 ó 48, **caracterizado porque** el aparato de separación (26) comprende al menos un agente de coalescencia (39).
50. Dispositivo según la reivindicación 47 a 49, **caracterizado porque** el aparato de separación (26) comprende al menos una pared de separación (34).
- 5 51. Dispositivo según las reivindicaciones 47 a 50, **caracterizado porque** el aparato de separación (26) se diseña para funcionar bajo presión.
52. Dispositivo según las reivindicaciones 47 a 51, **caracterizado porque** el recipiente de separación (4) tiene al menos una parte inferior conformada torisférica.
- 10 53. Uso de un dispositivo según las reivindicaciones 47 a 52 o uno de sus componentes en un procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 33.
54. Planta que comprende al menos un dispositivo de acuerdo con las reivindicaciones 34 a 52.

Fig. 1

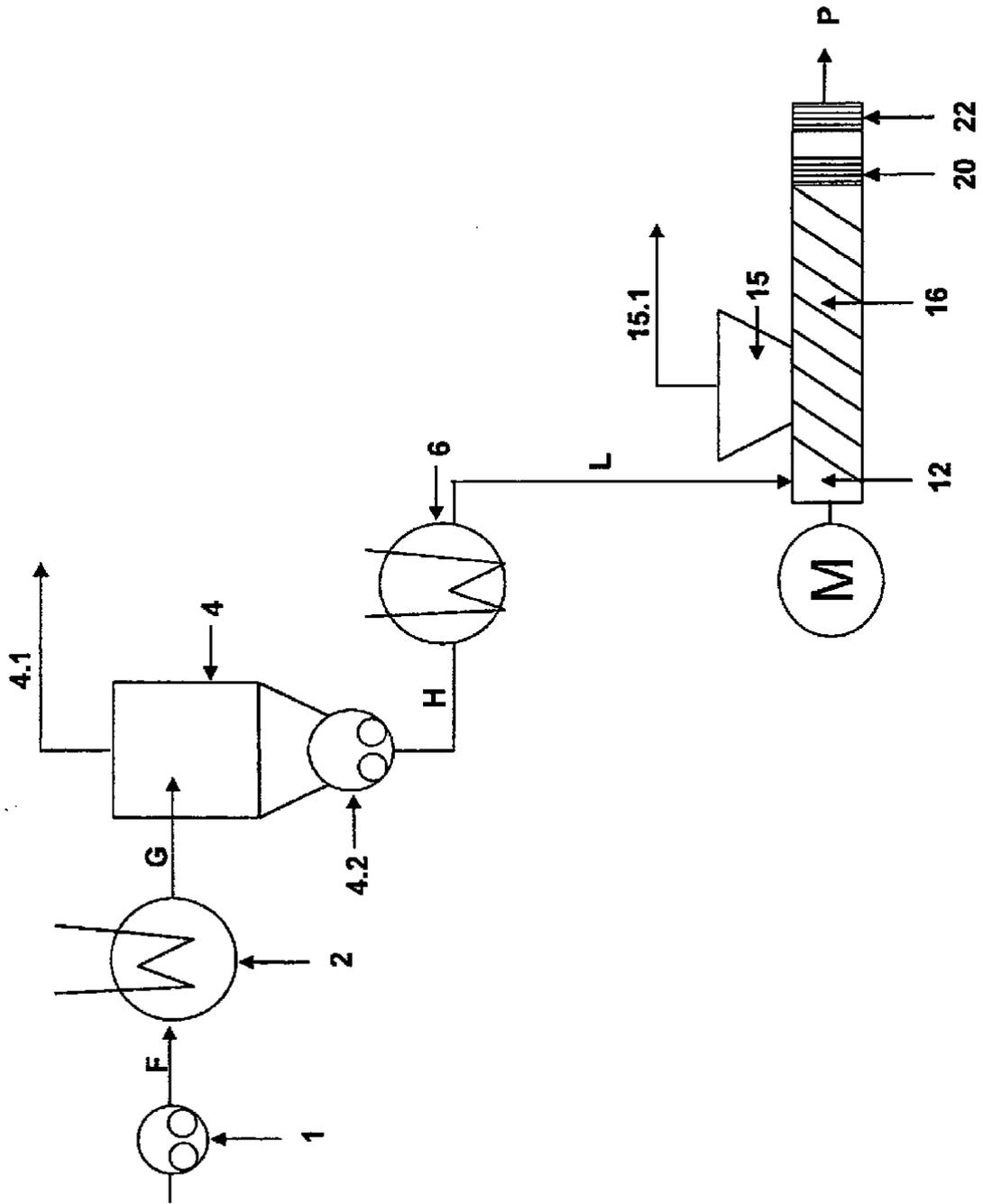
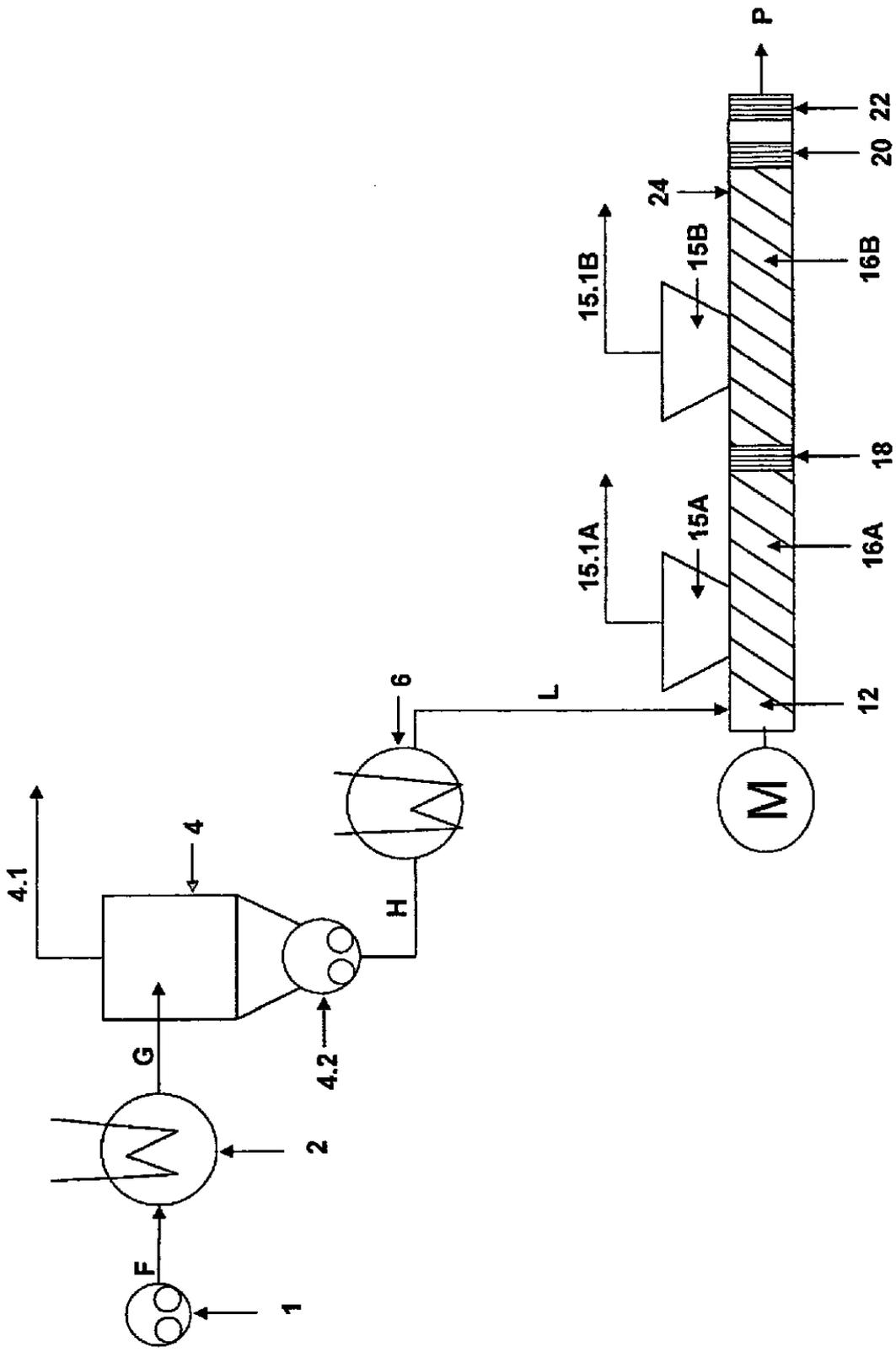
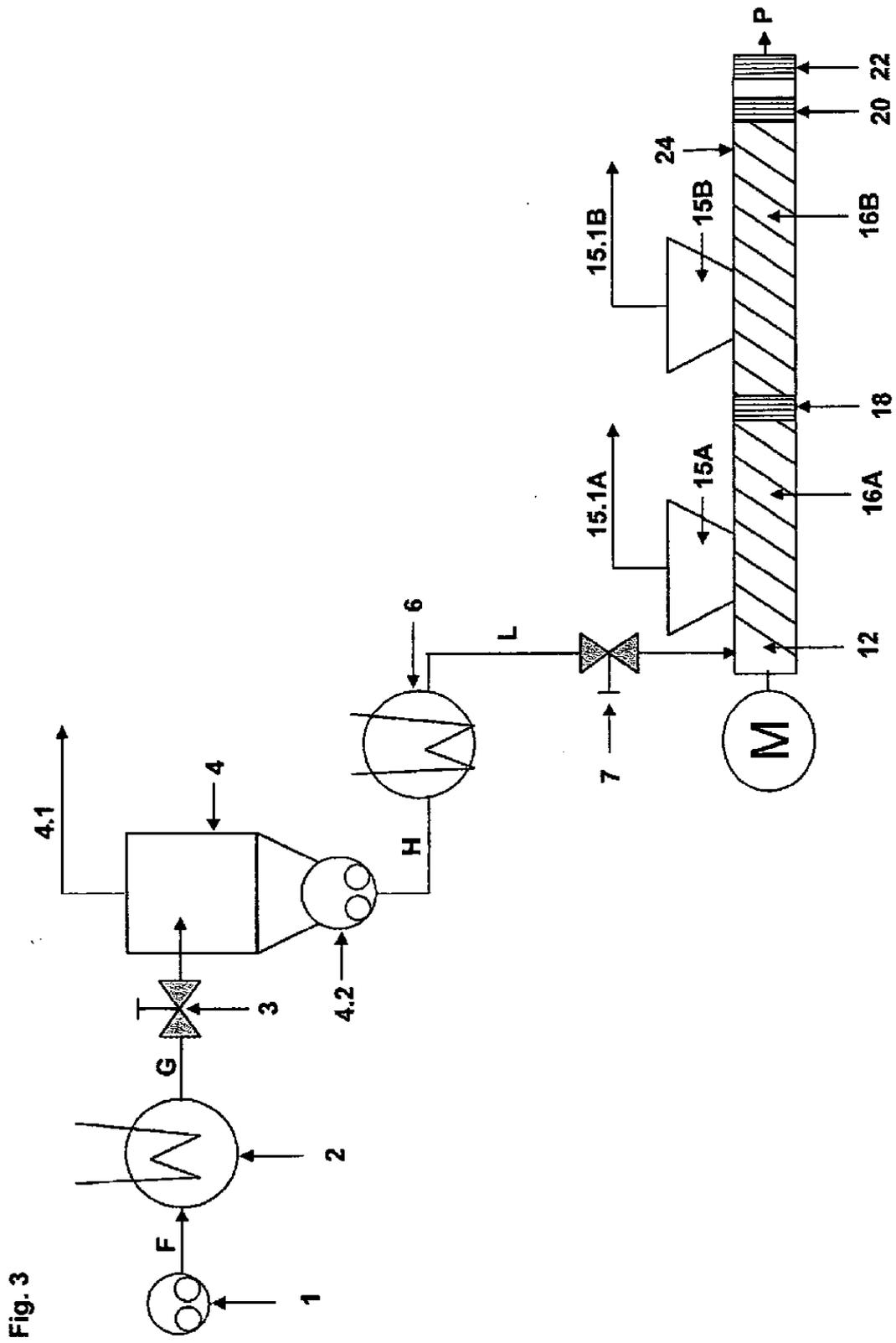
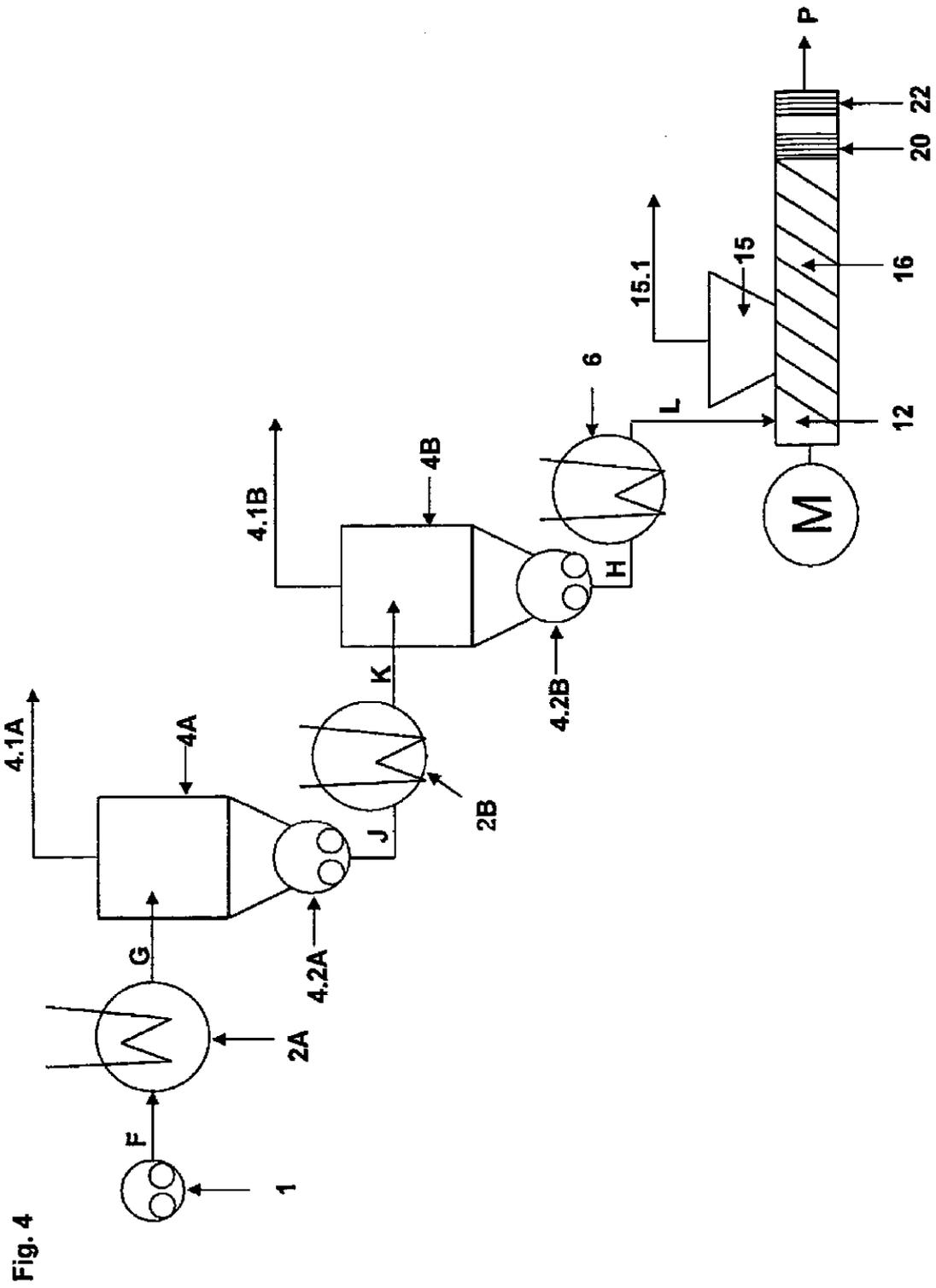


Fig. 2







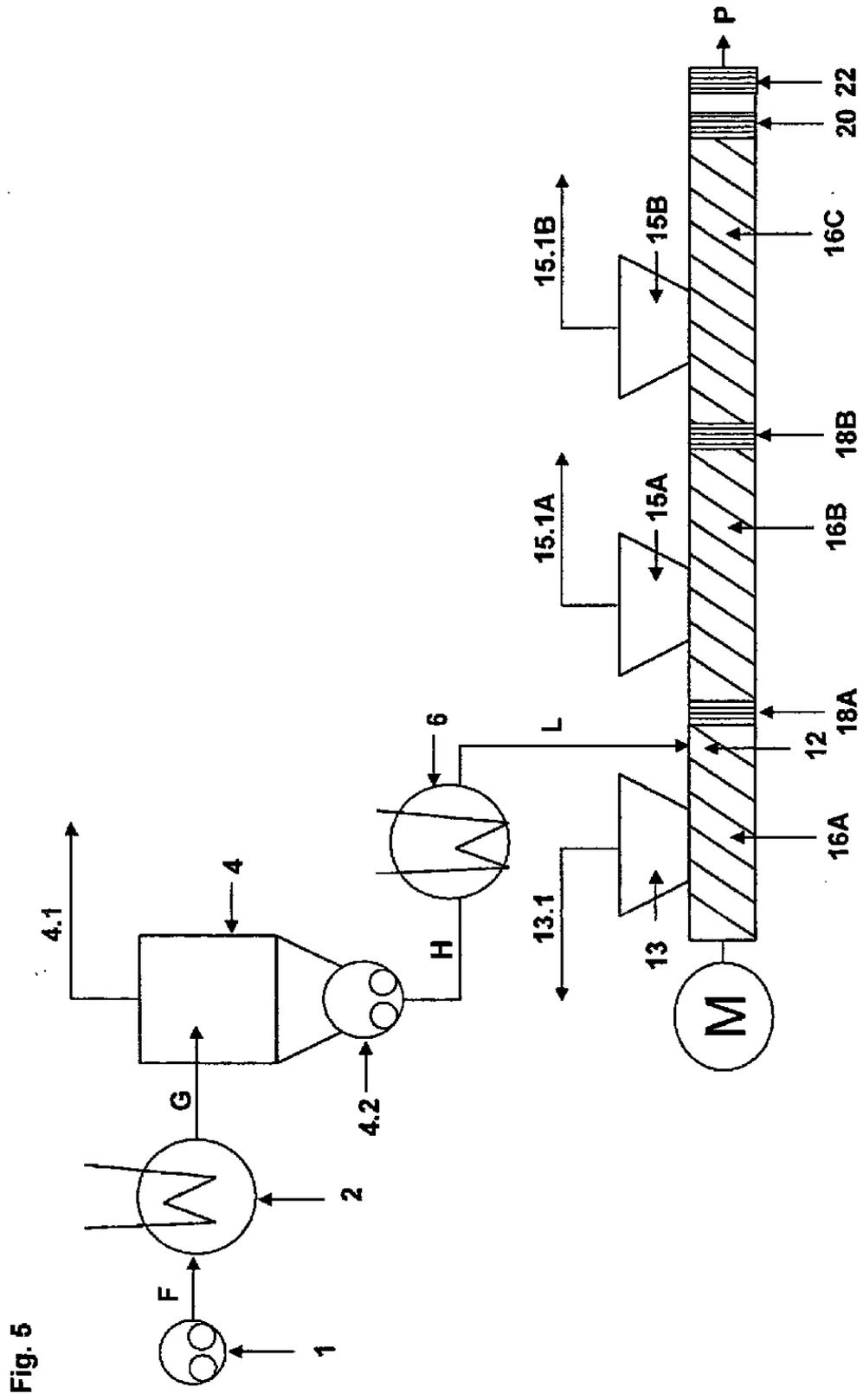


Fig. 6

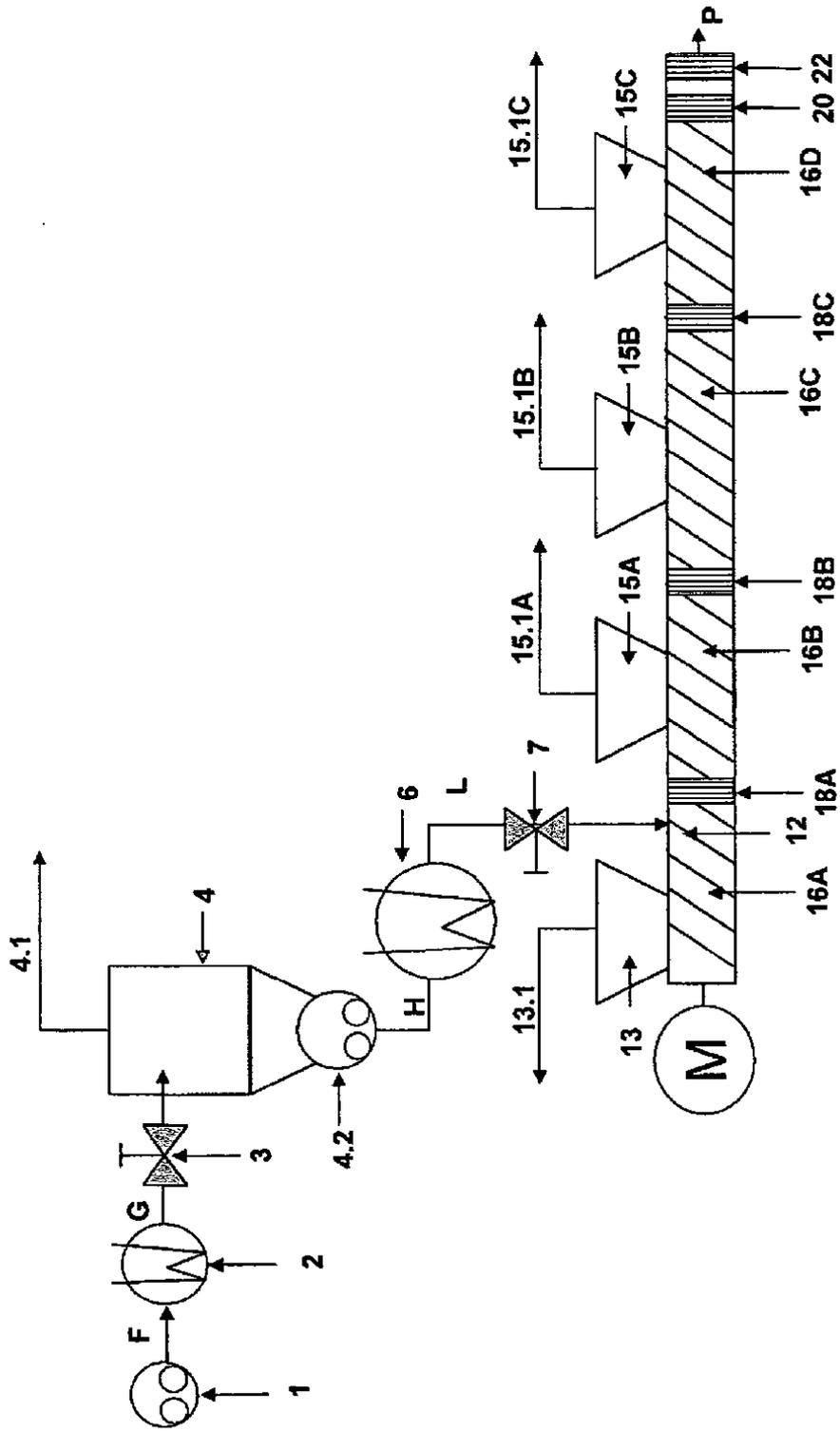


Fig. 7

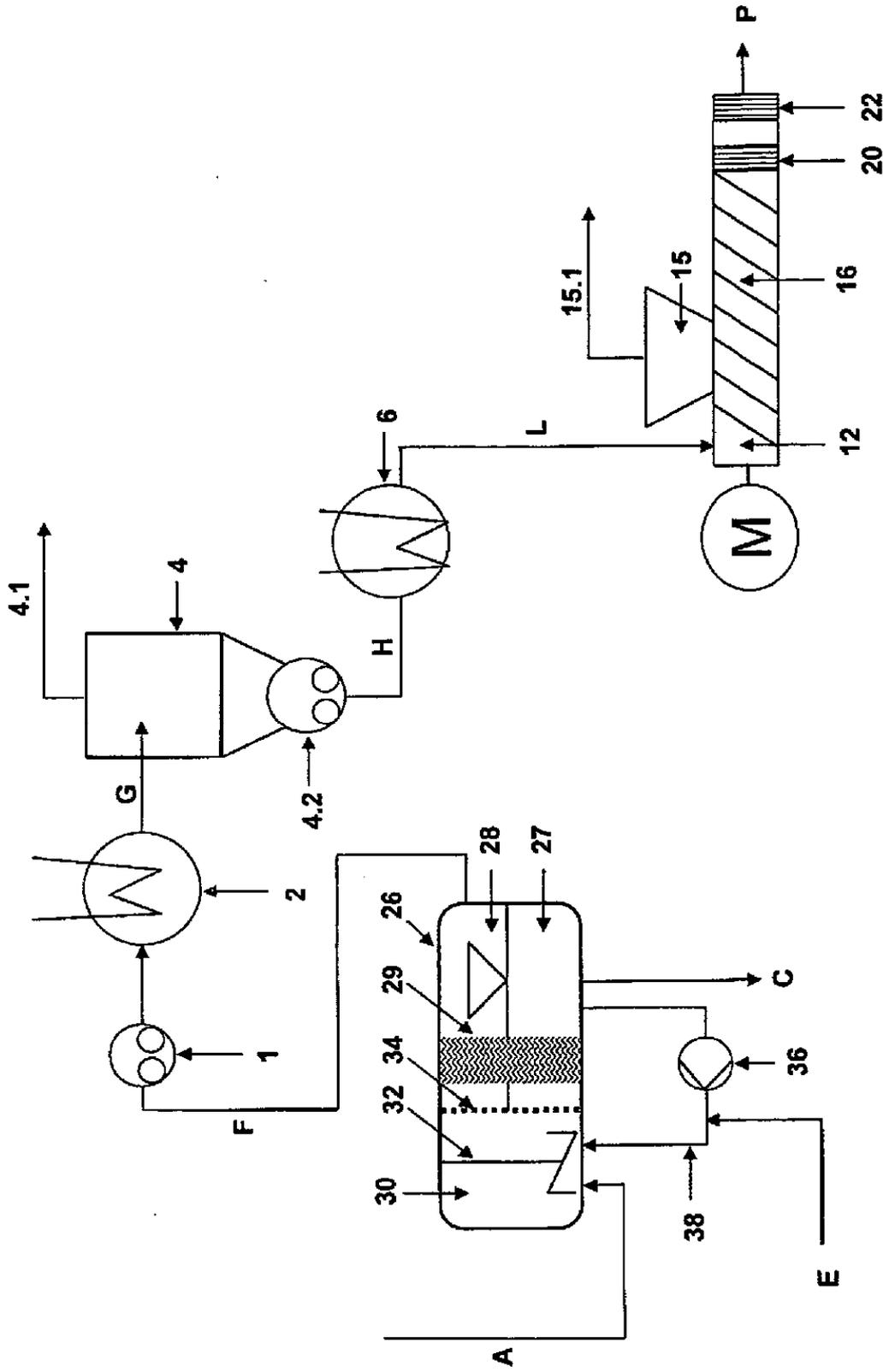


Fig. 8

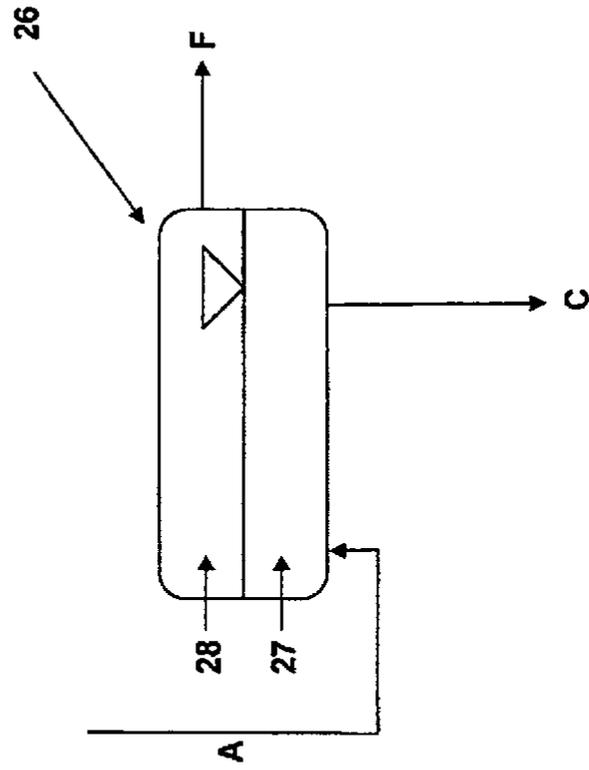


Fig. 9

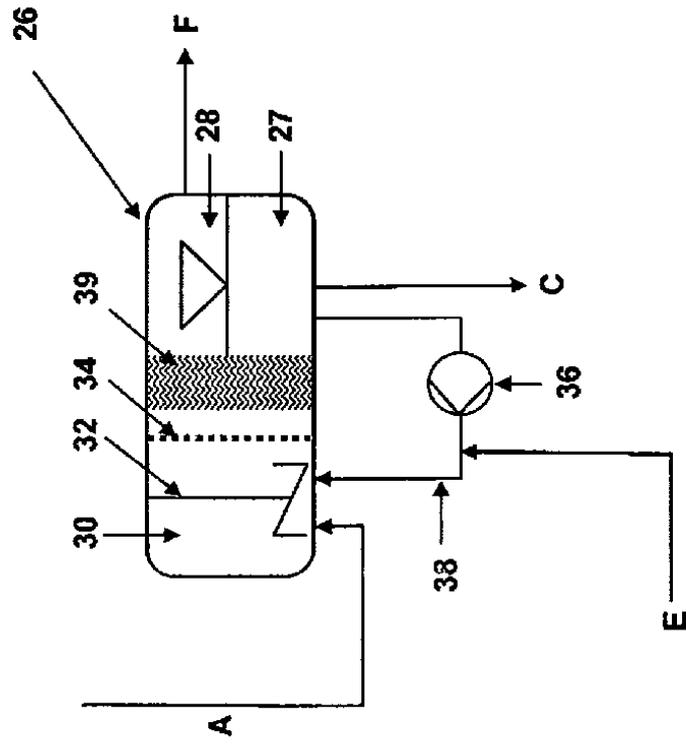


Fig. 10

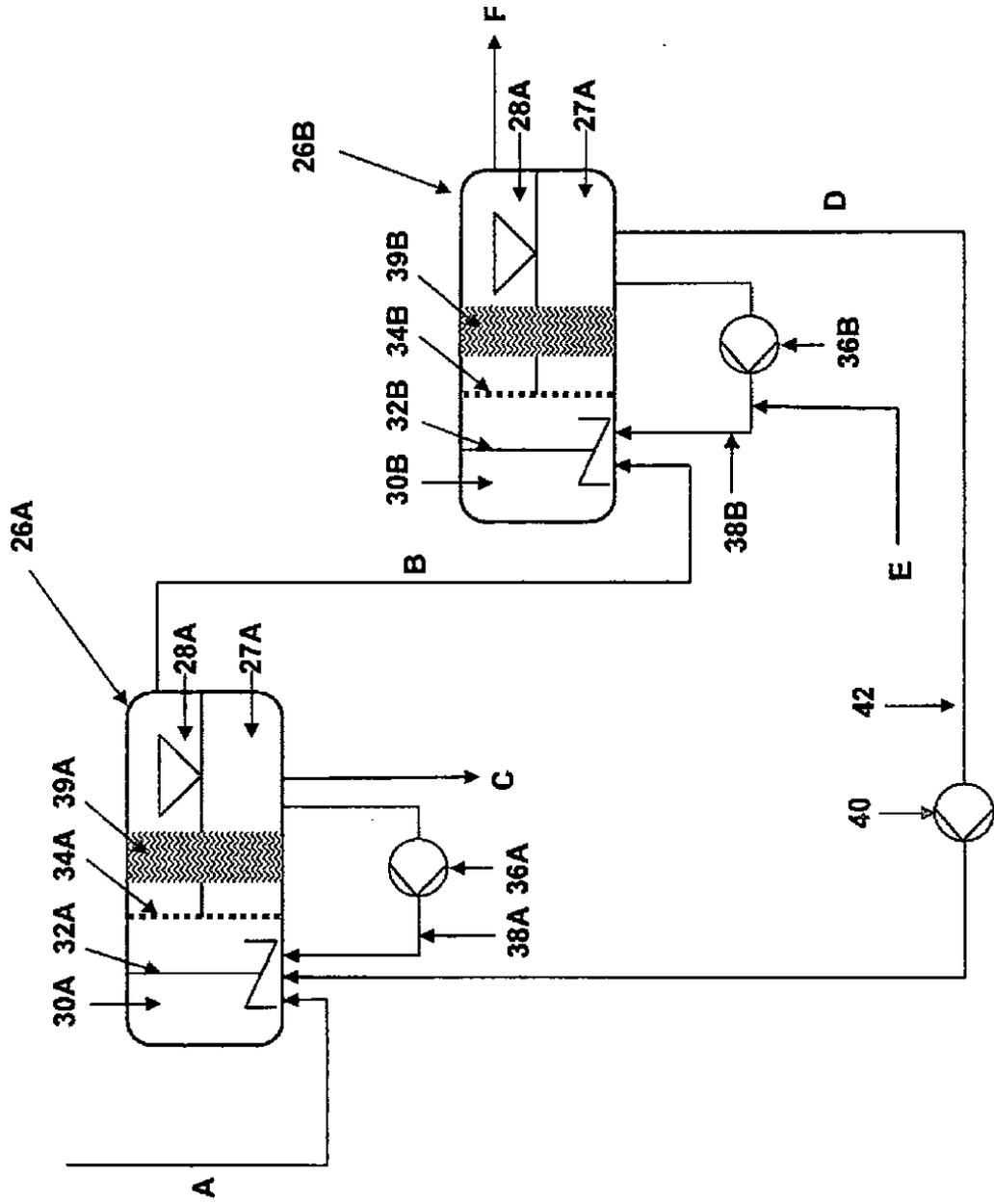


Fig. 11

