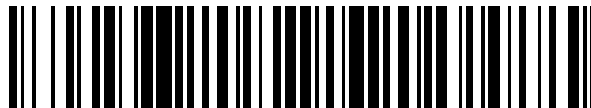


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 544 242**

51 Int. Cl.:

C08J 3/05 (2006.01)

C08L 33/26 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **05.04.2006 E 06724033 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **08.07.2015 EP 1882004**

54 Título: **Procedimiento y dispositivo para preparar soluciones de polímeros concentradas**

30 Prioridad:

08.04.2005 DE 102005016401

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

28.08.2015

73 Titular/es:

SOLENI TECHNOLOGIES CAYMAN, L.P.
(100.0%)

Rheinweg 11
8200 Schaffhausen, CH

72 Inventor/es:

BUDDENBERG, THORSTEN;
PAWEL, HARTMUT y
FISCHER, WERNER

74 Agente/Representante:

UNGRÍA LÓPEZ, Javier

ES 2 544 242 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 y dispositivo para preparar soluciones de polímeros concentradas

5 La presente invención se refiere a un procedimiento para preparar soluciones de polímeros solubles en agua a partir de granulados de polímeros, en particular de polímeros sintéticos con elevados pesos moleculares y a un dispositivo adecuado para llevar a cabo el procedimiento.

10 Los polímeros solubles en agua tienen, con frecuencia, un comportamiento de solubilidad deficiente, en particular también, cuando ellos poseen alto peso molecular. Por ejemplo, las poliacrilamidas representan un grupo importante entre los polímeros solubles en agua. Los polímeros de acrilamida se utilizan principalmente en forma de sus copolímeros aniónicos, catiónicos o anfóteros de alto peso molecular (peso molecular promedio $> 10^5$) en muchas áreas de la separación de sólido/líquido. Además de las plantas de tratamiento de aguas de las ciudades o comunales y la industria de papel, la industria minera es otro usuario importante de los agentes floculantes.

15 Los polímeros se aplican como una solución acuosa diluida, donde la concentración de los polímeros es de aproximadamente 0,5%, en peso. Para preparar las soluciones acuosas se incorpora la cantidad necesaria de los polímeros al agua, bajo agitación, siendo dispersados en la solución. La dispersión de los polímeros de acrilamida sólidos en el agua se ve dificultada por su tendencia a formar grumos o la tendencia de formar aglomerados después de entrar en contacto con el agua. Los grumos del polímero sólido se forman inmediatamente después de la incorporación del polímero en polvo en el agua debido al encapsulado de los sólidos sin disolver por un recubrimiento exterior de los polímeros húmedos con el agua, lo cual retarda la penetración de una cantidad adicional de agua en el aglomerado. Estas aglomeraciones son producidas en particular por los componentes finos inferiores a 200 μm del polímero en polvo.

20 Para lograr una disolución completa de los polímeros se requiere un tiempo de maduración de 1 hasta 2 horas, período en el cual se sigue agitando moderadamente. Para preparar la solución del principio activo se conoce un sistema formado por dos tanques, con un tanque de maduración y un tanque de reserva, con un volumen de tanque de cada uno comprendido entre 3 m^3 y 10 m^3 , dependiendo del fabricante y de la capacidad deseada. Después de la maduración, se transfiere la solución preparada del polímero al tanque de reserva, en el cual también se le agita continuamente y se extrae continuamente desde el tanque de reserva o intermedio para el uso de la solución, hasta haber vaciado el mencionado tanque de reserva. A continuación se transfiere con una bomba la nueva solución de polímero preparada entretanto en el tanque de maduración al tanque de reserva o intermedio. Debido a los elevados volúmenes de llenado y el largo tiempo de maduración, tiempo de espera y tiempo de evacuación, muchas veces la solución del polímero permanece varios días en los tanques. Como consecuencia de ello y debido a la degradación biológica y producto de los procesos de cizalla, puede ser reducida la efectividad de la solución de polímero.

35 Para poder lograr un suministro prácticamente continuo de la solución de polímero se utilizan las llamadas plantas de disolución con tres cámaras. En la planta de disolución de tres cámaras el granulado humectado por una corriente tangencial de agua pasa a la primera cámara, siendo homogenizado y disuelto con ayuda de un mecanismo agitador. El aumento de nivel del líquido en la primera cámara tiene como resultado que dicha cámara rebosa, con lo cual el líquido pasa a la segunda cámara, en la cual también se dispone de un mecanismo agitador destinado a homogenizar y disolver adicionalmente el polímero. Tan pronto se ha excedido el nivel del líquido en la segunda cámara, la solución pasa a través de un rebose a la tercera cámara, donde nuevamente se homogeniza y disuelve con ayuda de un mecanismo agitador. En la tercera cámara se encuentra una sonda de nivel de llenado, provista de un contacto de nivel mínimo (partida del proceso de humectado en la cámara 1) y otro contacto de nivel máximo (detención del proceso de humectado en la cámara 1), la cual inicia o detiene el proceso de humectado en la primera cámara, de acuerdo al nivel del líquido existente en dicha cámara. El granulado disuelto de esta manera se puede aprovechar en el proceso de producción después de un período de maduración de alrededor de 30-60 minutos.

40 Además, después del tiempo de maduración aún están presentes en las soluciones acuosas de los polímeros componentes de gel, que contienen polímeros no disueltos. Los componentes de gel no solamente producen una pérdida de eficiencia del proceso de la solución del polímero, sino que también dan origen a problemas técnicos, como resultado de la obstrucción de las cribas o, en el caso de la fabricación de papel, dan origen a superficies de papel no uniformes.

45 Aquellas soluciones con concentración de alrededor de 0,5% en peso, aún se pueden transportar cuidadosamente con una bomba sin que se produzca una degradación significativa del polímero durante el mencionado transporte. Un transporte violento de las concentraciones más concentradas es indudablemente factible, pero en este caso siempre se producirá una degradación parcial del material polímero. La limitación a soluciones de polímero con concentraciones más bajas hace necesario, en el caso de una aplicación técnica, la instalación de estaciones de disolución de mayor tamaño y de mayor costo.

50 Para obtener soluciones de polímeros, en lo posible libres de gel, se han conocido en el estado de la técnica diferentes sistemas de cizalla, los cuales, además de una clara reducción de los geles, también producen una

reducción no deseada de la viscosidad de la solución de polímero. La reducción de la viscosidad de la solución se atribuye a una reducción del peso molecular del polímero, lo cual produce una reducción en el rendimiento.

5 Así se ha descrito en el documento WO 95/20431 un procedimiento en el cual se transporta una solución de polímero acuosa, que presenta componentes gel, a presión a través de filtros sucesivos, con un ancho de malla decreciente.

10 En el documento EP 0 050 312 A1 se describe un dispositivo y un procedimiento para dispersar un polímero en polvo y posterior disolución en una corriente turbulenta del solvente. Aquí se ha observado una fuerte dependencia del tamaño de partícula del polímero en polvo. La dispersión se efectúa en un dispositivo constituido principalmente por un embudo con una abertura de llenado para el polímero en polvo y una alimentación tangencial de líquido, una tubería de evacuación con una tobera anular y una bomba chorro. En los tamaños de partícula del polímero en polvo > 800 micrómetros se presentan claras pérdidas de eficiencia, debidas a la presencia de cuerpos expandidos no disueltos. Los componentes finos del polímero en polvo producen una viscosidad excesiva de la solución y una obstrucción del dispositivo.

20 En el documento EP 0 051 264 A1 se describe un procedimiento para disolver granulados de geles de poliacrilamida en corrientes turbulentas. Aquí se realiza, antes del proceso de disolución propiamente dicho, un tratamiento del granulado polimérico, de alrededor de 20 minutos de duración, con una solución de sales polivalentes.

25 Los cuerpos poliméricos expandidos así formados son bombeados en recirculación en un aparato de flujo, formado por el recipiente de conservación de la solución y un sistema de tubería, hasta haber destruido los mencionados cuerpos expandidos. El equipo de flujo se ha descrito en el documento de patente DE OS-28 07 709. Debido a la incorporación de las sales, las soluciones de polímeros preparadas de acuerdo a este procedimiento presentan una menor efectividad como agente de floculación.

30 En el documento DE-OS 26 27 367 se describe un procedimiento y un dispositivo para mezclar polvos de polielectrolitos con agua, en el cual se transporta el polvo con ayuda de aire comprimido en el interior de un tubo, donde se le pulveriza con el líquido y luego se lava al interior de un recipiente de disolución provisto de elementos de tuberías. Se recomienda fabricar la tubería de administración del polvo en un material plástico transparente, para poder permitir la localización de obstrucciones producidas por el material del polímero en polvo adherido.

35 A través del documento GB 2 067 908 se ha conocido un dispositivo y un procedimiento en el cual se introduce un polvo con ayuda de una corriente de aire en una columna cilíndrica vertical, siendo humedecido dicho polvo, para luego formar una solución homogénea. La columna está provista de toberas, a través de las que se introduce el medio solvente. Sin embargo, aquí no se puede evitar la formación de partículas de gel pequeñas y aquellas muy pequeñas.

40 En el documento DE 102 10 511 A1 se describe un dispositivo de disolución, en el cual se alimenta a un tanque mezclador, a través de un recipiente de turbulencia, un material polímero líquido o en polvo y agua. Con ayuda de elementos mezcladores incorporados en el tanque mezclador se genera un mezclado de dos zonas mediante circulación o un flujo turbulento, cuya finalidad es disolver el polímero en polvo. En el fondo del aparato de disolución se realiza la extracción de la solución de polímero preparada para el uso. Como consecuencia de la fuerte turbulencia se produce una degradación del material polimérico lo cual afecta la efectividad de la solución del polímero. La disolución del polímero en polvo produce problemas en la práctica y la presencia de componentes geles perturbadores, no se evita totalmente. Las concentraciones de los polímeros en los preparados, los que superan claramente el 1%, en peso, no se pueden preparar con este dispositivo.

50 En el documento DE 32 43 671 se describe un dispositivo destinado al mezclado continuo de los materiales pulverulentos con líquidos en el cual son aspirados los sólidos en polvo a través de una tubería alimentadora central a una cámara mezcladora con forma circular, provista de un rodete de bomba y de agitación giratorio, y coronas dentadas intermedias. Una corriente líquida se introduce tangencialmente en una cámara mezcladora. El polvo aspirado es transportado con la fase líquida, por efecto del flujo centrífugo, al interior del laberinto del rotor-estator-corona dentada, siendo disuelto durante este paso a un nivel coloidal, es decir, se dispersa en el líquido. La dispersión se extrae a través de una criba estacionaria. En el documento DE 35 17 879 A1 se describe un desarrollo adicional de esta instalación de disolución, mediante una modificación consistente en coronas de láminas montadas fijas. A pesar de la técnica de mezclado relativamente compleja, no fue posible alcanzar una solución de polvos de polielectrolitos completamente libre de geles. Además, en aquellos productos sensibles frente al esfuerzo de cizalla, tal como por ejemplo polímeros floculantes solubles en agua, de alto peso molecular, se produce una degradación del peso molecular y con ello una pérdida de eficiencia.

65 En el documento DE 197 17 161 se describe un dispositivo para el procesamiento continuo de una sustancia en polvo difícilmente humectable por un líquido, constituido por un dispositivo alimentador con una forma tubular para el producto en polvo y un dispositivo instalado a continuación, siendo inyectado un líquido presurizado entre la unidad alimentadora y el dispositivo dispersante, con el objeto de evitar la formación de adherencias del polvo en las zonas de contacto. En el caso de medios altamente viscosos es necesario instalar a continuación del dispositivo de

dispersión una bomba, con el objeto de poder asegurar una evacuación confiable del líquido desde dicho dispositivo de dispersión.

5 En el documento EP 729 780 A2 se describe una instalación para dispersar una cantidad predeterminada de líquido con una cantidad predeterminada de sólido pulverulento, en el cual la mencionada cantidad predeterminada de líquido se hace recircular, repetidas veces, desde el tanque de reserva, agitado intensivamente, a través del dispositivo mezclador, operación durante la cual se va enriqueciendo en una cantidad adicional de sólido. Los problemas de la disolución de los sólidos pulverulentos solubles no son analizados en este documento.

10 En el documento DE 196 22 191 A1 se describe un procedimiento y un dispositivo para realizar una dosificación y el transporte libre de contaminación de polvos sólidos a ser dispersados o disueltos, a partir de un recipiente de acumulación de material en polvo a un tanque de dispersado o de disolución. La dosificación del polvo se realiza libre de generación de polvo en un embudo, siendo aspirado por su salida inferior al interior de una bomba eyectora de líquido, se dispersa y disuelve, siendo luego transportado hasta el tanque de disolución. Efectivamente, este
15 proceso permite efectuar un transporte libre de generación de polvo, pero los polímeros disueltos no están ausentes de componentes gelificantes.

A través del documento WO 92/21436 se ha conocido un dispositivo para dispersar, suspender o emulsionar gases, líquidos y/o sustancias sólidas fluidas, provisto de un rotor con forma de disco en una cámara de dispersión con
20 dos admisiones para materiales y una salida de producto. Las corrientes de material se reúnen en la zona de borde del disco rotor, provisto de dientes, aletas o alabes. En una modalidad óptima se opera el dispositivo de dispersión con un estator adicional, el cual genera con sus aberturas radiales un efecto dispersante o de cizalla adicional. Debido al efecto intensivo de cizalla se produce en la dispersión y disolución de granulados de polímeros solubles en agua pérdidas de rendimiento como resultado de la degradación molecular.

25 La invención tiene como objetivo por lo tanto indicar un procedimiento para disolver polímeros en polvo solubles en agua, preferentemente con un alto peso molecular, en el cual se obtiene una solución polimérica substancialmente libre de gel, evitando una separación posterior compleja de los componentes gelificantes. Mediante el procedimiento a desarrollar no se deberá ver afectada la efectividad de los polímeros, o solamente se deberá ver afectada
30 levemente, es decir, en el proceso de disolución se deberán solubilizar las moléculas del polímero sin producir una destrucción importante de ellas. Por otra parte, la invención tiene como objetivo desarrollar un procedimiento de preparación de soluciones poliméricas, de tal modo que puede operarse tanto en una modalidad discontinua en períodos de tiempos cortos, como también en forma continua, y el cual permite preparar concentraciones de
35 soluciones $\geq 1\%$, en peso.

Por otra parte, el procedimiento de la invención también deberá permitir disolver un polímero en polvo con proporciones elevadas de partículas poliméricas finas, inferiores a $250 \mu\text{m}$ y preferentemente inferiores a $100 \mu\text{m}$, cuya disolución es generalmente dificultosa y sin desventajas desde el punto de vista de las propiedades de la
40 solución,

Además, la invención tiene como objetivo proporcionar un dispositivo la correspondiente para realizar el procedimiento.

45 El objetivo se logra mediante un procedimiento para preparar una solución acuosa de un polímero a partir de partículas sólidas de un polímero soluble en agua, mediante la reunión de agua y partículas de polímero en un aparato de dispersión, caracterizado por que

- 50 - la dispersión de las partículas con el agua se realiza mediante la aplicación de una primera potencia/ m^3 ,
- la mezcla de agua/partículas se transfiere a la salida del aparato de dispersión a un tanque agitado, en el cual se disuelve en gran medida bajo agitación,
- la solución acuosa del polímero se somete, después de un tiempo de residencia en el tanque agitado, en un aparato de dispersión a una segunda dispersión con una menor potencia/ m^3 , que en la primera dispersión.

55 Se ha comprobado sorprendentemente que la preparación de disoluciones acuosas, libres de gel de polímeros solubles en agua evitando en su mayor parte la disminución del peso molecular se permite mediante una dispersión doble, en la que la segunda dispersión se realiza con una menor potencia/ m^3 de mezclado o dispersión.

60 En una forma de realización preferida se deberá considerar para la primera dispersión de la mezcla de agua/polímero un valor límite de la potencia de 550 hasta $1.600 \text{ Wh}/\text{m}^3$ y de particular preferencia de 800 hasta $1.000 \text{ Wh}/\text{m}^3$. Un valor más bajo de la energía de mezclado tiene como resultado una dispersión no óptima, con la consecuencia de un mayor tiempo de residencia en el tanque agitado instalado a continuación. Al exceder la energía de mezclado se produce una destrucción parcial de la estructura molecular de los polímeros, es decir, básicamente se degrada el peso molecular y con ello también la efectividad del polímero como agente floculante.
65

En el procedimiento de la invención se utiliza preferentemente un equipo de dispersión, como el descrito en la patente WO 92/21436. Esta publicación se incorpora aquí a modo de referencia. El equipo de dispersión consiste en un rotor en forma de disco ubicado en una cámara de dispersión y está provisto de dos entradas para materiales para el polímero en polvo o el agua, y una salida de producto. Ambas corrientes de material se reúnen preferentemente en la zona de borde del rotor en forma de disco, en una dirección axial, con lo cual se desarrolla el proceso de dispersión. La salida de producto está ubicada en el borde externo de la cámara de dispersión. El rotor está provisto en su borde exterior de una corona dentada de rotor o de aberturas radiales. (Opcionalmente, el equipo de dispersión puede tener un estator, con orificios radiales para producir la dispersión del polímero en polvo en combinación con el rotor).

Después de la primera etapa de dispersión se transfiere la mezcla de polímero/agua, en la cual ya se encuentran disueltos en parte los componentes más finos y las partículas poliméricas más gruesas están dispersas, a un recipiente agitado, en el cual se somete a agitación con agitadores de baja velocidad. Gracias a esta agitación se busca evitar substancialmente una sedimentación de las partículas poliméricas durante el proceso de disolución siguiente, evitando una degradación por acción de cizalla durante la agitación en este lugar de la instalación. Aquellos agitadores adecuados para ser empleados en el procedimiento de acuerdo a la invención son, por ejemplo, los agitadores de barras, agitadores de aletas, agitadores tipo ancla. En la realización del procedimiento ha demostrado ser conveniente el uso de, por ejemplo, agitadores de aletas de baja velocidad con hasta 300 rpm. Otros mecanismos agitadores adecuados son conocidos por el experto.

El tiempo de residencia de la mezcla polímero/agua en el tanque agitado es de preferentemente 1 hasta 15 minutos, de particular preferencia de 2 hasta 10 minutos y en especial de 3 hasta 6 minutos. En el caso de un procedimiento continuo, en el cual el tanque de mezclado se alimenta constantemente de una mezcla fresca de polímero/agua, los valores de los tiempos de residencia mencionados anteriormente son válidos como tiempos de residencia promedio. Dependiendo del tiempo de polímero a ser dispersado, puede variar el mencionado tiempo de residencia; por ejemplo, los polímeros catiónicos requieren frecuentemente un menor tiempo de residencia que los aniónicos.

Después de salir del tanque de mezclado, se somete la solución acuosa del polímero, portadora en parte de componentes geles sin disolver, a una segunda dispersión. En esta dispersión se disuelven los componentes geles, sin producir una degradación del polímero. En una forma de realización preferida se utiliza una potencia de mezclado o de dispersión de 200 hasta 500 Wh/m³, de particular preferencia de 250 hasta 400 Wh/m³. Al aplicar una energía de mezclado menor pueden no ser disueltos completamente los componentes de gel, para un exceso de energía se produce una degradación del polímero por efecto del cizalla.

El procedimiento de acuerdo a la invención permite preparar soluciones de polímeros acuosos en un amplio rango de concentraciones. Dependiendo del peso molecular del polímero puede variar este rango de la concentración. Mientras que con polímeros sintéticos de alto peso molecular ya se puede considerar concentrada una solución con más de 1%, en peso, considerada concentrada, y basado en el fuerte desarrollo de viscosidad, pueden tenerse en cuenta concentraciones claramente superiores en el caso de los polímeros de bajo peso molecular. En el procedimiento de la invención se prefieren los polímeros solubles en agua de alto peso molecular, con un rango de concentración mayor que 1%, en peso, en particular, de más de 2%, en peso, en especial más de 2,5%, en peso.

Los polímeros solubles en agua, que se disuelven ventajosamente de acuerdo al procedimiento de acuerdo con la invención, no son sólo de tipo sintético, sino también natural.

Entre los polímeros naturales se pueden mencionar, a modo de ejemplo, los polisacáridos de celulosa, almidón, galactomanano, quitosan y xantana solubles en agua y, en especial, sus derivados solubles en agua. La derivatización puede realizarse mediante procedimientos físicos y/o químicos, como por ejemplo, reactivos de esterificación y eterificación; y puede resultar en productos aniónicos, no iónicos y catiónicos. Como derivados químicos entran en consideración principalmente los derivados del grupo carboxilo, carboxialquilo, hidroxialquilo y sus mezclas. A modo de ejemplo se pueden mencionar las composiciones carboximetilcelulosa, metilcelulosa, hidroxipropilcelulosa, carboximetilalmidón, almidón oxidado, almidón nativo, éteres de almidón catiónicos.

Particularmente adecuado es el procedimiento de acuerdo con la invención para disolver polímeros sintéticos solubles en agua como, por ejemplo, del área de aplicación de floculantes, cuya media de peso molecular suele ser superior a 10⁵, de preferencia superior a 10⁶. Los polímeros se presentan usualmente en forma de polvo, en donde las partículas de los polvos técnicos cubren un área entre 250 µm y 1250 µm habitualmente mediante el tamizado en el proceso de producción. Los polímeros sintéticos solubles en agua, en el sentido de la presente invención, se conforman a partir de monómeros no saturados etilénicos mediante polimerización por radicales. Dependiendo de la combinación de monómeros, se pueden formar polímeros no iónicos, catiónicos, aniónicos o anfóteros.

Las poliácridamidas representan un grupo preferido entre los polímeros sintéticos solubles en agua utilizables de acuerdo con la invención. Como poliácridamida, en el sentido de la presente invención, se entiende un homopolímero o copolímero soluble en agua, que contiene una acrilamida como componente monomérico.

Entre los comonómeros aniónicos para las poliacrilamidas se consideran, a modo de ejemplo, ácido (met)acrílico, ácido vinilsulfónico, ácido acrilamidometilpropanosulfónico, ácido (met)alilosulfónico, ácido maleico, ácido fumárico, ácido itacónico. Todos los ácidos mencionados pueden polimerizarse como ácidos libres, como sales o sus mezclas. La neutralización de los monómeros puede realizarse con hidróxidos de metales alcalinos, hidróxidos de metales alcalinotérreos, aminas, aminoalcoholes y/o amoníaco. También es utilizable cualquier otra base que forme con un ácido una sal soluble en agua, al igual que es posible una neutralización mixta con distintas bases. Los comonómeros aniónicos preferidos son ácido acrílico, ácido vinilsulfónico y ácido acrilamidometilpropanosulfónico y/o sus sales.

Entre los comonómeros no iónicos para las poliacrilamidas se pueden utilizar monómeros total o parcialmente solubles en agua, por ejemplo, (met)acrilonitrilo, N,N-dimetilacrilamida, vinilpiridina, vinilacetato, metacrilamida, hidroxietil- y -propiléster de ácido acrílico y metacrílico de ácidos polimerizadores de un éster que contenga un grupo hidroxilo, ácidos polimerizadores de amidas y ésteres que contengan otros grupos amino, como los aminoésteres de dialquilo, por ejemplo, dimetil- y dietilaminoéster de ácido acrílico y metacrílico, tal como dimetilaminoetilacrilato o, por ejemplo, las amidas correspondientes, como dimetilaminopropilacrilamida. Los monómeros parcialmente solubles en agua se utilizan sólo si no afectan la solubilidad en agua del copolímero resultante.

Como comonómeros para las poliacrilamidas catiónicas son apropiados, a modo de ejemplo, ésteres cationizados del ácido (met)acrílico, como por ejemplo, dimetilaminoetil(met)acrilato, dietilaminoetil(met)acrilato, dietilaminopropil(met)acrilato, dimetilaminopropil(met)acrilato, dimetilaminobutil(met)acrilato, dietilaminobutil(met)acrilato; amidas cationizadas del ácido (met)acrílico, como por ejemplo, dimetilaminoetil(met)acrilamida, dietilaminoetil(met)acrilamida, dietilaminopropil(met)acrilamida, dimetilaminopropil(met)acrilamida, dimetilaminobutil(met)acrilamida, dietilaminobutil(met)acrilamida; N-alquilmono- y diamidas con terminaciones alquilo de 1 a 6 átomos de carbono, como por ejemplo, N-metil(met)acrilamida, N,N-dimetilacrilamida, N-etil(met)acrilamida, N-propil(met)acrilamida, terc-butil(met)acrilamida; N-vinilimidazoles cationizados, como N-vinilimidazoles sustituidos, por ejemplo, N-vinil-2-metilimidazol, N-vinil-4-metilimidazol, N-vinil-5-metilimidazol, N-vinil-2-etilimidazol; y N-vinilimidazolinas cationizadas, como por ejemplo, vinilimidazolina, N-vinil-2-metilimidazolina y N-vinil-2-etilimidazolina. Los monómeros básicos se emplean de manera neutralizada o cuaternizada con ácidos minerales u orgánicos, en donde la cuaternización se realiza de preferencia con dimetilsulfato, dietilsulfato, cloruro de metilo, cloruro de etilo o cloruro de benceno. En una realización preferida se usan los monómeros cuaternizados con cloruro de metilo o cloruro de benceno.

Los comonómeros preferidos para las poliacrilamidas catiónicas son los ésteres y las amidas del ácido (met)acrílico, o que contengan un átomo N cuaternizado y, de especial preferencia se usa una dimetilaminopropilacrilamida cuaternizada y un dimetilaminoetilacrilato cuaternizado.

Otra ventaja del procedimiento de acuerdo con la presente invención consiste en la nula importancia de la distribución del tamaño de las partículas del granulado polimérico empleado. En la práctica, este polvo polimérico se prepara con porciones reducidas al máximo, inferiores a 250 μm , con el fin de imposibilitar la formación de polvos y, al mismo tiempo, evitar la aglutinación de estas porciones finas al llevarlas al agua de disolución. Mediante el procedimiento de acuerdo con la invención es posible dejar en el producto estas porciones muy finas para que sean disueltas sin problemas. En una forma de realización preferida del procedimiento de acuerdo con la invención, la preparación de la solución polimérica se realiza exclusivamente mediante un fino polvo polimérico con un tamaño de partícula inferior a 250 μm , preferentemente inferior a 150 μm . Con respecto al límite superior de partículas de polvo polimérico, se puede utilizar para una solución polvo con 1250 μm y más sin problemas.

Otro objeto de la presente invención consiste en la descripción de un dispositivo para llevar a cabo el procedimiento de acuerdo con la invención de manera discontinua, de acuerdo con la reivindicación 11, y un dispositivo de manera continua de acuerdo con la reivindicación 12.

La **Fig.1** muestra un dispositivo con el cual se puede ejecutar el procedimiento de acuerdo con la invención en forma de una producción discontinua de solución. El granulado polimérico es alimentado mediante un transportador neumático (H0001) desde una reserva de granulado polimérico, por ejemplo una bolsa voluminosa o un saco en la tolva de reserva de la unidad dosificadora (H0002). La unidad dosificadora (H0002) dosifica la cantidad de granulado necesaria (según la norma de concentración) en un colector de granulado (B0001). Una alternativa también puede ser la alimentación con un tornillo transportador flexible directamente desde la reserva de granulado polimérico en el contenedor B0001. El contenedor (B0004) se utiliza como colector de agua y contiene las cantidades de agua necesarias para la preparación de la solución. El mecanismo de dispersión discontinuo (U0001) entra en funcionamiento, una porción del agua ya dispuesta desde el contenedor (B0004) es aspirada y se activa el agitador (R0001) en el contenedor (B0002). La válvula (H0003) se abre una vez que la válvula (H0004) ha alcanzado el depósito final. El granulado es absorbido por vacío, producido por el mecanismo de dispersión (U0001). El granulado es humedecido con agua y a continuación es bombeado hacia el contenedor (B0002). El mecanismo de dispersión (U0001) se encuentra conformado por un rotor en forma de discos, y puede accionarse -en una realización opcional- con un estator principal. Después de que el colector de granulado (80001) se ha vaciado completamente, se cierra la válvula (H0003).

El contenedor (B0002) es rellenado por sobre el mecanismo de dispersión con el agua restante que permanece en el

contenedor (B0004) hasta que el indicador de nivel (L00001) apaga/cierra el mecanismo de dispersión (U0001) y la válvula de agua (H0004). El contenido en el contenedor (B0002) se homogeneiza con ayuda de un agitador (R0001) por alrededor de 1 a 15 minutos.

- 5 Después del término del tiempo de agitación, la solución se vacía desde el contenedor (B0002) por medio del mecanismo (U0001) y se conduce a un contenedor de solución base (B0003).
El mecanismo de dispersión (U0001) también sirve como bomba de trasiego y mecanismo de dispersión, y cuenta con la propiedad de cortar el gel aún existente y diluirlo. El mecanismo se acciona con una potencia mixta o de dispersión disminuida/m³ al igual que en la primera dispersión.
- 10 El indicador de nivel (L00001) termina la operación de trasiego, desde ahora puede iniciarse nuevamente el proceso.

La **Fig.2** muestra un dispositivo con el cual se puede ejecutar el procedimiento de acuerdo con la invención en forma de una producción continua de solución.

- 15 El granulado polimérico es alimentado mediante un transportador neumático (H0001) desde una reserva de granulado polimérico, por ejemplo, una bolsa voluminosa o un saco en la tolva de reserva de la unidad dosificadora (H0002).
El granulado es proporcionado con ayuda de una unidad dosificadora (H0002) (con una capacidad previamente definida). Alternativamente también pueden emplearse las unidades H0001 y H0002 mediante un tornillo transportador flexible.
- 20 El agua necesaria es suministrada sin fluctuaciones de presión o alimentación.
La preparación de la solución se inicia con la puesta en funcionamiento del suministro de agua, después se abre la válvula de granulado (H0003) del mecanismo de dispersión (U0001) y la unidad dosificadora se activa. Entonces se aspira el granulado al vacío, produciendo el mecanismo de dispersión (U0001). El granulado es humedecido con agua y a continuación es bombeado hacia un contenedor (B0002). El aparato de dispersión (U0001) se encuentra conformado por un rotor en forma de discos, y puede accionarse -en una realización opcional- con un estator principal.
- 25 El contenido en el contenedor (B0002) se homogeneiza con la ayuda de un agitador-(R0001) y se detiene durante el asentamiento. El tiempo de residencia en el contenedor oscila entre 1 y 15 minutos. La solución remanente en el contenedor es conducida a un contenedor de solución base con la ayuda de un mecanismo de dispersión (U0002). El mecanismo (U0002) se acciona con una potencia mixta o de dispersión/m³ disminuida al igual que el mecanismo (U0001).
- 30

Descripción de los componentes individuales

B0001 Colector de Granulado

El colector de granulado es requerido sólo en el caso del mecanismo de dispersión discontinuo, ya que la cantidad requerida de granulado puede facilitarse proporcionalmente al colector de agua y la concentración necesaria.

B0002 Contenedor

El contenedor se emplea como ingreso del granulado polimérico dispersado con agua. Se encuentra equipado con un indicador de nivel y un agitador. El agitador cuenta con el objetivo de homogeneizar la mezcla agua/granulado de polímero durante la disolución del granulado y de detener el granulado polimérico dispersado durante el asentamiento; se debe evitar un efecto de corte intenso sobre el granulado dispersado. Por consiguiente, se prefiere usar en esta etapa un agitador que gire lentamente. Como agitadores se emplean, a modo de ejemplo, agitadores de barra, de hoja, de ancla.

- 50 En el caso de la operación continua, puede resultar ventajoso cuando se activan dos o más contenedores de agitación, uno tras otro, o las denominadas plantas continuas de cámara (o aparatos de cámaras múltiples).

B0003 Tanque

- 55 El tanque se utiliza para almacenar una solución de floculantes altamente concentrada y libre de gel. La solución base o solución de consumo se facilita dependiendo de la necesidad de concentración del usuario.

H0001 Transportador de Aspiración

- 60 El transportador de aspiración se utiliza para transportar el granulado y se encuentra siempre en la mitad superior de la unidad dosificadora. El granulado es aspirado, por ejemplo, desde una bolsa voluminosa. El granulado aspirado cae luego a la tolva de reserva de la unidad dosificadora.

H0002 Dosificador helicoidal

5 El dosificador helicoidal dosifica el granulado de acuerdo con las cantidades requeridas. El rendimiento se puede modificar al cambiar las revoluciones por minuto del accionamiento helicoidal. Las cantidades dosificadas conducidas se dividen en el área y se disponen de acuerdo a la necesidad requerida. Durante el funcionamiento, la hélice conduce las cantidades a un contenedor de polvo (en la modalidad discontinua) o proporcionalmente al flujo líquido (en la modalidad continua). La tolva de reserva del dosificador de hélice se rellena a través de la cinta de aspiración según los requerimientos. La tolva es controlada principalmente por un mando de aproximación capacitivo, que avisa en cuanto un valor mínimo baja el límite y puede usarse para interrumpir los equipos post-conectados.

H0003 Válvula de Granulado

15 La válvula se encuentra montada entre el dosificador helicoidal y el equipo de dispersión y se abre cuando se acciona la irrigación.

R0001 Agitador

20 El agitador transporta la homogeneización y la disolución de la mezcla que se produce en el mecanismo de dispersión desde el polvo polimérico disuelto, humedece las partículas del polvo polimérico y evita la sedimentación del granulado aún no disuelto por completo.

U0001 V UQ002 Equipo de Dispersión

25 Este equipo de dispersión consiste en una máquina dispensadora en línea con un sistema rotor en forma de discos intercambiables. de acuerdo con su construcción, se compone un elevado vacío de aspiración a través del líquido que circula en el mecanismo de dispersión, vacío adecuado para aspirar polvos/granulados de manera libre de corpúsculos y de pérdidas.

30 La máquina dispersadora en línea se encuentra equipada preferentemente con un motor, que es apropiado para un accionamiento convertidor de frecuencia. Un acoplamiento se encarga de aislar el árbol del motor y el árbol de la máquina, dispuesto de manera separada. En la cámara de mezcla se halla un rotor de dos partes (cubo del rotor y rotor portador de aletas) con preferentemente 2 cubos del rotor altamente pulidos y 2 distribuidores para evitar adhesiones. El ingreso y la salida de líquido se efectúa en bridas, la entrada de polvo se efectúa en un soporte excéntrico instalado en la cámara de mezcla.

40 El mecanismo de dispersión está conformado por un rotor en forma de disco en una cámara de dispersión y tiene instalado dos entradas de material para el polvo polimérico o el agua y una salida del producto. Los dos flujos de material se reagrupan en la zona lateral del disco del rotor, de preferencia reagrupados axialmente, en donde se lleva a cabo la dispersión. La salida del producto se realiza en el borde exterior de la cámara de humectación. El rotor muestra en su borde exterior un aro de rotor con dientes u orificios radiales. Opcionalmente se puede instalar en el mecanismo de dispersión un estator con orificios radiales para dispersar el polvo polimérico en conjunto con el rotor.

45 La presente invención puede utilizarse ventajosamente en todas las áreas de aplicación, en las que:

- se dosifique el floculante de manera equivalente o superior a 1% como solución de consumo,
- se requiera una solución de floculante libre de gel,
- se requiera a la brevedad grandes cantidades de floculantes y no hubiese disponible espacio suficiente para grandes equipos disolventes,
- se necesite preparar soluciones base altamente concentradas.

55 Las soluciones poliméricas altamente concentradas, que se preparan de acuerdo con el procedimiento de acuerdo con la invención, son especialmente ventajosas en la depuración de turbiedades y en la desecación de sedimentos, como las que se emplean en plantas de depuración, en la extracción de lodo o en explotaciones mineras, en particular, cuando estos sedimentos aparecen continuamente en grandes cantidades. Estas soluciones poliméricas son especialmente efectivas para usarlas como floculantes en el proceso de la elaboración de papel y como polímeros en grandes cantidades en la extracción ter. de petróleo.

Ejemplo

Ejemplo 1

65 En la desecación de sedimentos de depuración en filtros prensa de cámara se emplearon soluciones de una poliacrilamida catiónica, tipo Praestol® 658 BC-S#, como floculante en una concentración de 2% de peso, en donde las soluciones se prepararon según el procedimiento de acuerdo con la invención en un dispositivo de acuerdo con

la **Fig.1**. En la primera etapa de dispersión se empleó una potencia de dispersión de 900 Wh/m³ y en la segunda etapa, 300 Wh/m³. El contenedor de agitación B0002 estaba equipado con un agitador de hoja de rotación lenta (250 rpm). Alternativamente se manejó el sedimento de depuración con una solución al 0,2% preparada convencionalmente de la misma poliacrilamida catiónica. En total se realizaron 49 ensayos con 1 m³ de soluciones floculantes. Según el procedimiento de acuerdo con la invención, las soluciones floculantes estaban libres de corpúsculos de gel y mostraron un efecto floculante superior. Con el fin de obtener un contenido de extracto seco de aproximadamente 40% de peso en la torta de filtro se necesitó usar alrededor de 4,5 Kg de agente floculante de la solución al 0,2% por t de sustancia seca, mientras que se requirió sólo alrededor de 3,7 Kg de la solución preparada de acuerdo con la invención.

#, Praestol® 658 BC-S es una poliacrilamida catiónica de la empresa Stockhausen GmbH con un peso molecular superior a 10⁶ y un grado de cationogenización de 80% y una porción de polvo < 315 µm de 10 % y < 100 µm de menos de 5 %.

Ejemplo 2

Usando las particularidades y ajustes del ejemplo 1, se preparó a partir de un polvo de polímero catiónico, que consistía principalmente en fracciones finas, una solución de polímero al 1 %. De acuerdo con el análisis de tamizado, el polvo presentaba la siguiente composición:

> 1250 µm	0,1%
> 1000 µm	0,7%
> 800 µm	5,7%
> 500 µm	7,8%
> 315 µm	3,4%
> 100 µm	44,7%
> 63 µm	29,4%
< 63 µm	8,2%

Después de atravesar la primera etapa de dispersión a 900 Wh/m³ se agitó en el tanque de dispersión durante 5 minutos, después de lo cual se había llevado a disolución la mezcla de agua/partículas continuamente, es decir, que las partículas se habían disuelto o al menos se habían humedecido y disuelto por el agua. A continuación del tanque de agitación se realizó la segunda etapa de dispersión a 300 Wh/m³.

La solución de polímero pudo producirse a pesar de la alta fracción fina sin problemas y presentaba sólo ligeras fracciones de gel de < 5 ml/l. [La fracción de gel se determina, diluyéndose 1000 ml de solución de polímero hasta 0,1 % en peso y vertiéndose a través de una criba normalizada de ancho de malla 0,315 mm y a este respecto recogiendo el cuerpo de gel y determinándose a continuación su volumen en un cilindro de medición]. La viscosidad de la solución al 1 % ascendió a 1500 mPas después de la producción, y permaneció invariable también después de 1 h.

A partir de los resultados de los ensayos se obtuvieron claramente las ventajas de las soluciones poliméricas preparadas según el procedimiento de acuerdo con la invención. Las soluciones poliméricas altamente concentradas, preparadas de manera normal, producen una disminución del volumen de la solución floculante y de los costos de agua industrial en aproximadamente 90%, una reducción de la cantidad de floculante de cerca del 15%. Por otra parte, se evidenció una reducción de los costos de energía eléctrica en 80% mediante el ahorro con los agitadores y bombas dosificadoras.

Otra ventaja del procedimiento de acuerdo con la invención se basa en la posibilidad de la preparación de soluciones poliméricas de polvos de polímero finamente divididos, que no pueden utilizarse en la disolución convencional debido a fuertes efectos de formación de grumos.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Procedimiento para preparar una solución polimérica acuosa a partir de partículas sólidas de un polímero soluble en agua, a través de la mezcla de agua y partículas poliméricas en un mecanismo de dispersión, **caracterizado por que:**
- la dispersión de las partículas con agua se realiza mediante el suministro de una primera potencia/m³,
 - la mezcla de partículas/agua se transporta después de la salida del mecanismo de dispersión a un contenedor de agitación y en el cual se disuelve en gran medida bajo agitación;
 - 10 - la solución polimérica acuosa después del tiempo de permanencia en el contenedor de agitación se somete en un mecanismo de dispersión a una segunda dispersión con una menor potencia/m³ que en la primera dispersión.
- 15 2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado por que** en la primera dispersión se emplea una potencia de dispersión o de mezcla de 550 a 1.600 Wh/m³.
3. Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 2 **caracterizado por que** en la segunda dispersión se emplea una potencia de dispersión o de mezcla de 200 a 500 Wh/m³.
- 20 4. Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado por que** las partículas poliméricas dispersadas en el contenedor de agitación presentan un tiempo de permanencia de 1 a 15 minutos.
5. Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado por que** se evita que las partículas poliméricas en el contenedor de agitación sedimenten mediante un agitador de rotación lenta.
- 25 6. Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 5, **caracterizado por que** la primera y segunda dispersión se lleva a cabo en un mecanismo de dispersión, compuesto por una cámara de dispersión con un rotor en forma de disco, en cuya zona lateral se encuentra un aro de rotor con dientes u orificios radiales.
- 30 7. Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 6, **caracterizado por que** como polímeros solubles en agua se usan polímeros aniónicos, catiónicos o anfóteros sintéticos.
8. Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 7, **caracterizado por que** la solución polimérica presenta una concentración mayor a 1 % en peso.
- 35 9. Dispositivo para disolver polvos de polímero solubles en agua, que presenta los componentes:
- 1a. un contenedor de reserva de agua (B0004);
 - 2a. un equipo de dispersión (U0001);
 - 3a. un contenedor de agitación (B0002); y
 - 40 4a. un tanque de reserva (B0003);
- estando conectados entre sí de manera que conducen el líquido;
en donde la salida del producto del contenedor de agitación se transporta a través del equipo de dispersión (U0001) hacia el tanque de reserva (B0003).
- 45 10. Dispositivo para disolver de manera continua polvos de polímero solubles en agua, que presenta los componentes:
- 1 b. un alimentador de agua;
 - 50 2b, un equipo de dispersión (U0001);
 - 3b. un contenedor de agitación (B0002);
 - 4b. un equipo de dispersión (U0002);
 - 5b. un tanque de reserva (B0003);
- 55 estando conectados entre sí de manera que conducen el líquido.

FIGURA 1

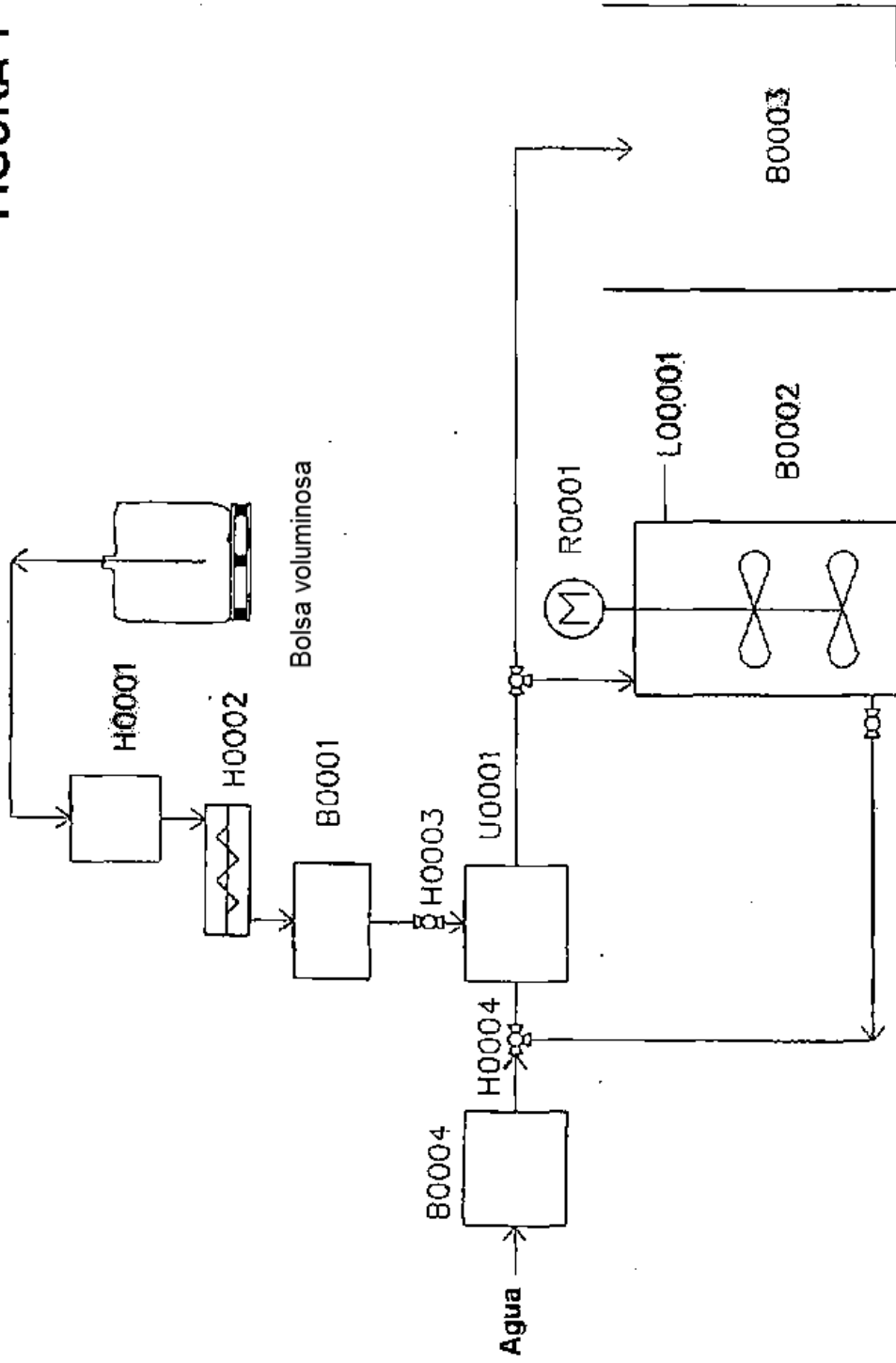


FIGURA 2

