

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 564 907**

51 Int. Cl.:

C08J 3/00 (2006.01)

C08F 6/10 (2006.01)

C08C 2/00 (2006.01)

C08C 2/06 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **23.11.2012** **E 12806696 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **03.02.2016** **EP 2782939**

54 Título: **Procedimiento para la eliminación del solvente de una disolución de polímero**

30 Prioridad:

25.11.2011 IT MI20112156

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

29.03.2016

73 Titular/es:

VERSALIS S.P.A. (100.0%)
Piazza Boldrini 1
20097 San Donato Milanese (MI), IT

72 Inventor/es:

PARISI, MARIA y
MAESTRI, PIERO

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 564 907 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 eliminación del solvente de una disolución de polímero

Descripción detallada de la invención

La presente invención se refiere a un procedimiento para la eliminación del solvente de una disolución de polímero.

- 5 Más específicamente, la presente invención se refiere a un procedimiento para la eliminación del solvente de una disolución de polímero que incluye al menos un polímero elastomérico, comprendiendo someter dicha disolución de polímero a una etapa de extracción por medio de vapor de agua, en presencia de un sistema dispersante que incluye al menos un material laminar y al menos un tensioactivo catiónico.

- 10 Como se sabe, la eliminación del solvente de soluciones de polímero, con el fin de obtener polímeros en estado sólido, se puede dividir en dos tipos de procedimientos definidos como "tecnología tradicional" y "desvolatilización directa", respectivamente.

- 15 El término "tecnología tradicional" se refiere a la tecnología descrita, por ejemplo, en las patentes de EE.UU. 3.337.422, 3.462.347 ó 4.278.506, mientras que el término "desvolatilización directa" se refiere a una tecnología que proporciona la evaporación del solvente contenido en la disolución de polímero en máquinas específicas que tratan el polímero en una fase sólida continua o en forma de gránulos, como se describe, por ejemplo, en las patentes de EE.UU. 4.909.989, 5.283.021, 5.478.509, 6.150.498, o en la solicitud de patente de EE.UU. 2006/193197.

La "tecnología tradicional" generalmente comprende una primera sección ("extracción con vapor de agua") y una segunda sección (secado).

- 20 En la primera sección, la disolución de polímero se alimenta a un extractor que contiene agua (baño de agua), al que también se alimenta una corriente de vapor de agua. Una alícuota del vapor de agua se condensa proporcionando el calor necesario para la evaporación del solvente: se obtiene una suspensión de grumos de polímero en agua, con un contenido residual de solvente suficientemente bajo. Por otra parte, en dicha primera sección, se contempla la utilización de un sistema dispersante, con el fin de evitar la adherencia de los grumos de polímero y para mantener la suspensión en una forma estable que posibilite que sea bombeada.

- 25 En la segunda sección, los grumos de polímero se secan (eliminación del agua contenida en los grumos) por medio de una eliminación mecánica (compresión), seguida de la evaporación del agua. Estas dos operaciones, es decir, la eliminación mecánica y la evaporación, se llevan a cabo generalmente en dos extrusoras diferentes. La primera extrusora comprime los grumos de polímero, lo que posibilita la salida del agua en forma líquida, mientras que la segunda extrusora posibilita la evaporación del agua residual, ya que aumenta la temperatura de la fase polímero debido a la disipación de energía mecánica, posibilitando, en las zonas de desgasificación adecuadas, el "desprendimiento" de agua en forma de vapor.

- 30 En resumen, la "tecnología tradicional" proporciona una primera etapa en la que se elimina el solvente mediante evaporación por medio de la utilización de vapor de agua, y una segunda etapa en la que se elimina dicha agua, tanto en la fase líquida, mediante compresión, como en la fase vapor, por medio de la energía proporcionada por la disipación mecánica.

- 35 Como se mencionó anteriormente, la "tecnología tradicional", por lo tanto, proporciona alimentar a un extractor que contiene agua (baño de agua) la disolución de polímero y el vapor. Sin embargo, la evaporación del solvente puede provocar la formación de grumos de polímero que todavía contienen una cierta cantidad de solvente. En consecuencia, en la "tecnología tradicional" el polímero se descarga en forma de "suspensión", es decir, en forma de grumos suspendidos en agua.

- 40 Con el fin de evitar taponamientos y obstrucciones en el extractor y en las tuberías de descarga, y también en las extrusoras utilizadas para el secado, es por lo tanto fundamental garantizar el dimensionado correcto de los grumos de polímero y evitar la posibilidad de su aglomeración. Con el fin de evitar estos fenómenos, la "tecnología tradicional" proporciona la adición en el agua contenida en el extractor de un sistema dispersante, que tiene por objetivo reducir la posibilidad de aglomeración. En el caso de copolímeros de estireno, tales como los copolímeros de estireno-butadieno (SB) o los copolímeros de estireno-butadieno-estireno (SBS), o polibutadieno (BR), por ejemplo, generalmente se utiliza un sistema dispersante que comprende un dispersante orgánico (por ejemplo Sopropo® T 36 de Rhone-Poulenc, Geroxon® T/36 de Rodhia, Orotan® 731K de Rhom & Haas) y cloruro de calcio, mientras que en el caso de copolímeros olefinicos tales como, por ejemplo, los copolímeros de etileno-propileno (EP) o los copolímeros de etileno-propileno-dieno (EPDM), se utiliza talco en dispersión.

- 50 Sin embargo, la utilización de dichos sistemas dispersantes puede provocar varios inconvenientes. La utilización de los dispersantes orgánicos mencionados anteriormente y el cloruro de calcio, por ejemplo, puede provocar fenómenos de corrosión localizada en el extractor debido a la presencia de cloruros libres y puede empeorar la calidad del producto final, ya que puede comunicar una cierta alcalinidad al polímero obtenido, favoreciendo de este modo el desarrollo de coloraciones no deseadas en el producto final.

El procedimiento de "desvolatilización directa", por el contrario, proporciona alimentar la disolución de polímero a una máquina capaz de suministrar la energía necesaria al procedimiento para la evaporación del solvente por medio del intercambio de calor con la pared y la disipación de energía mecánica. Estas máquinas son capaces de tratar fluidos extremadamente viscosos, semisólidos, en los que el sistema de mezclado, mediante el aprovechamiento de la propia viscosidad de la fase polímero, es el medio por el que la energía mecánica de fricción se disipa en forma del calor que se suministra a la fase polímero que posibilita la evaporación del solvente.

Para este tipo de procedimiento, la contribución al balance de energía es proporcionada por el intercambio de calor a través de la pared de la máquina, en la que, cuanto mayor sea la viscosidad del producto (es decir, cuanto menor sea la concentración del solvente residual), mayor será la reducción del intercambio calor.

Como los coeficientes de intercambio de calor a través de las paredes son bajos, se pueden obtener resultados aceptables mediante la utilización de máquinas con unas dimensiones pequeñas, mientras que para las máquinas que tienen dimensiones industriales (con una reducida relación superficie/volumen) hay una sustancial marginalidad de la contribución del intercambio con la pared.

Dicha "desvolatilización directa" reduce al mínimo la energía necesaria para la eliminación del solvente mediante evaporación, ya que al procedimiento sólo se suministra la energía de vaporización del solvente, junto con una pequeña cantidad de calor sensible asociada al calentamiento de la fase polímero. Sin embargo, esta energía se suministra al sistema principalmente en forma de disipación de la energía mecánica, es decir, en forma de consumo de la energía eléctrica utilizada para el accionamiento del motor del sistema de mezclado de la máquina.

El coste de la energía eléctrica, utilizando una energía igual en el procedimiento, es mayor que la del vapor. A partir de esta consideración, se puede demostrar que la reducción al mínimo de la energía utilizada en el procedimiento de "desvolatilización directa", no reduce al mínimo el coste de la propia energía.

Por lo tanto, el solicitante ha considerado el problema de encontrar un procedimiento para la eliminación del solvente de una disolución de polímero, en particular de una disolución de polímero que comprende al menos un polímero elastomérico, capaz de superar los inconvenientes mencionados anteriormente.

El solicitante ha encontrado ahora que la eliminación del solvente de una disolución de polímero puede llevarse a cabo, ventajosamente, sometiendo dicha disolución de polímero a una etapa de extracción por medio de vapor de agua, en presencia de un sistema dispersante que incluye al menos un material laminar y al menos un tensioactivo catiónico. Dicho procedimiento posibilita evitar, tanto los fenómenos de corrosión anteriormente mencionados, como también la presencia de coloración en el producto final. Por otra parte, dicho procedimiento posibilita que se utilicen cantidades mucho menores de los compuestos presentes en el sistema dispersante (es decir, el material laminar y el tensioactivo catiónico), que las cantidades de los compuestos presentes en el sistema dispersante conocidos en la técnica descrita anteriormente (es decir, el dispersante orgánico y el cloruro de calcio). Además, dicho procedimiento posibilita que se obtengan grumos de polímero, que tienen un buen compromiso entre la densidad aparente y la dimensión media, evitando de este modo los problemas de sobrecalentamiento o incluso la auto-activación del propio polímero durante el secado de los grumos, que normalmente tiene lugar en una o más extrusoras, además del deterioro del producto final.

Por lo tanto, un objeto de la presente invención se refiere a un procedimiento para la eliminación del solvente de una disolución de polímero que incluye al menos un polímero elastomérico, que comprende someter dicha disolución de polímero a una etapa de extracción por medio de vapor de agua, en presencia de un sistema dispersante que incluye:

- de 0,005% en peso a 1% en peso, preferiblemente de 0,008% en peso a 0,8% en peso, con respecto al peso total del polímero elastomérico seco, de al menos un material laminar;
- de 0,0005% en peso a 1% en peso, preferiblemente de 0,0008% en peso a 0,8% en peso, con respecto al peso total del polímero elastomérico seco, de al menos un tensioactivo catiónico.

Para los propósitos de la presente descripción y de las reivindicaciones siguientes, las definiciones de los intervalos numéricos siempre incluyen los extremos, a menos que se especifique lo contrario.

De acuerdo con una realización preferida de la presente invención, dicho polímero elastomérico se puede seleccionar entre: polibutadieno (BR); poliisopreno (IR); copolímeros de estireno insaturados con una distribución aleatoria, de bloque, cónica, lineales o ramificados, tales como, por ejemplo, los copolímeros de estireno-butadieno (SB), los copolímeros de estireno-butadieno-estireno (SBS), los copolímeros de estireno-isopreno-estireno (SIS); copolímeros de estireno saturados, con una distribución aleatoria, de bloque, cónica, lineales o ramificados, tales como los copolímeros de estireno-etileno-propileno (SEP), los copolímeros de estireno-etileno/butileno-estireno (SEBS), los copolímeros de estireno-etileno-propileno-estireno (SEPS); o las mezclas de los mismos. Se prefiere los copolímeros de estireno-butadieno (SB) y los copolímeros de estireno-butadieno-estireno (SBS).

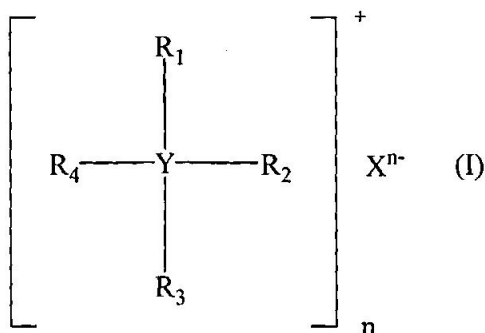
De acuerdo con una realización preferida de la presente invención, dicha disolución de polímero comprende al menos un solvente orgánico no polar que se puede seleccionar, por ejemplo, entre: butano, pentano, ciclopentano,

hexano, benceno, tolueno, ciclohexano, metilciclohexano, clorobenceno, o las mezclas de los mismos. Se prefiere el hexano, el ciclohexano, o las mezclas de los mismos.

- 5 De acuerdo con una realización preferida de la presente invención, dicho polímero elastomérico está presente en dicha disolución de polímero en una cantidad que varía de 2% en peso a 30% en peso, más preferentemente que varía de 5% en peso a 20% en peso, con respecto al peso total de la disolución de polímero.

De acuerdo con una realización preferida de la presente invención, dicho material laminar tiene unas laminillas que tienen un espesor que varía de 0,01 nm a 30 nm, preferiblemente que varía de 0,2 nm a 15 nm, incluso más preferiblemente que varía de 0,5 nm a 2 nm.

- 10 De acuerdo con una realización preferida de la presente invención, dicho material laminar se puede seleccionar, por ejemplo, entre filosilicatos tales como: esmectitas, por ejemplo montmorillonita, bentonita, nontronita, beidellita, volkonskoita, hectorita, saponita, sauconita, magadita, estevensita, o las mezclas de las mismas; vermiculita; halloysita; sericita; óxidos de aluminato; hidrotalcita; o las mezclas de los mismos. Se prefiere la montmorillonita. Dicho material laminar normalmente contiene cationes intercambiables, tales como, por ejemplo, el sodio (Na^+), el calcio (Ca^{2+}), el potasio (K^+) o el magnesio (Mg^{2+}), que están presentes en la superficie de las laminillas.
- 15 De acuerdo con una realización preferida adicional de la presente invención, dicho material laminar puede estar modificado con una sal de alquilamonio o alquifosfonio, que se puede seleccionar, por ejemplo, entre las sales de amonio o fosfonio cuaternarios que tienen la fórmula general (I):



en donde:

- 20 - Y representa N o P;
- R_1 , R_2 , R_3 y R_4 , que son iguales o diferentes entre sí, representan un grupo alquilo o hidroxialquilo lineal o ramificado de C_1 - C_{20} ; un grupo alquenilo o hidroxialquenilo lineal o ramificado de C_2 - C_{20} ; un grupo $-\text{R}_5$ -SH o $-\text{R}_5$ -NH en donde R_5 representa un grupo alquilenilo lineal o ramificado de C_1 - C_{20} ; un grupo arilo de C_6 - C_{18} ; un grupo arilalquilo o alquilarilo de C_7 - C_{20} ; un grupo cicloalquilo de C_5 - C_{18} , conteniendo opcionalmente dicho grupo cicloalquilo heteroátomos tales como, por ejemplo, oxígeno, nitrógeno, azufre;
- 25 - X^{n-} representa un anión, tal como, por ejemplo, un ion cloruro, un ion sulfato, un ion fosfato;
- n representa 1, 2 ó 3.

Dicha sal de amonio o fosfonio se puede someter a una reacción de intercambio iónico con los iones que están presentes en las superficies de los materiales laminares, como se ha descrito anteriormente.

- 30 Si se utiliza un material laminar modificado con al menos una sal de alquilamonio o alquifosfonio, su modificación se puede llevar a cabo mediante el tratamiento de dicho material laminar con al menos una sal de alquilamonio o alquifosfonio, antes de ser utilizado en la etapa de extracción citada anteriormente.

- 35 El tratamiento del material laminar con al menos una sal de alquilamonio o con al menos una sal de alquifosfonio, se puede llevar a cabo de acuerdo con los métodos conocidos en la técnica, tales como, por ejemplo, por medio de una reacción de intercambio iónico entre el material laminar y la al menos una sal de alquilamonio o alquifosfonio: se pueden encontrar más detalles relativos a este tratamiento en, por ejemplo, las patentes de EE.UU. 4.136.103, 5.747.560 ó 5.952.093.

Alternativamente, se puede utilizar un material laminar ya modificado con al menos una sal de alquilamonio o alquifosfonio, que se puede seleccionar entre los materiales laminares modificados presentes en el mercado.

- 40 Los ejemplos de materiales laminares que se pueden utilizar para los propósitos de la presente invención y que están disponibles en el mercado son los productos conocidos bajo el nombre de Dellite® LFV, Dellite® HPS, Dellite® 67G, Dellite® 72T, Dellite® 43B, de Laviosa Chimica Mineraria S.p.A.; Cloisite® Na, Cloisite® 25A, Cloisite® 10A,

Cloisite® 15A, Cloisite® 20A, de Southern Clays; Nanofil® 8, Nanofil® 9, de Sud Chemie; Bentonite® AG/3, de Dal Cin S.p.A.

Con el fin de mejorar la actividad del material laminar en dicha etapa de extracción, dicho material laminar se puede someter a un tratamiento previo de delaminación.

- 5 De acuerdo con una realización preferida de la presente invención, dicho material laminar se puede someter a una etapa de delaminación.

Preferiblemente, dicha etapa de delaminación se puede llevar a cabo sometiendo a agitación una disolución acuosa de dicho material laminar en un mezclador o en una centrífuga. Dicha disolución acuosa comprende preferiblemente de $2,5 \times 10^{-5}\%$ en peso a $5 \times 10^{-3}\%$ en peso, más preferiblemente de $4 \times 10^{-5}\%$ en peso a $4 \times 10^{-3}\%$ en peso de material laminar, con respecto al peso total de la disolución acuosa. Preferiblemente, dicha etapa de delaminación se puede llevar a cabo a una velocidad que varía de 1.000 rpm a 20.000 rpm, más preferiblemente que varía de 5.000 rpm a 10.000 rpm, a una temperatura que varía de 10°C a 40°C, más preferiblemente que varía de 15°C a 25°C, durante un tiempo que varía de 10 minutos a 3 horas, más preferiblemente que varía de 30 minutos a 1 hora.

- 15 De acuerdo con una realización preferida de la presente invención, dicho tensioactivo catiónico se puede seleccionar entre las sales de alquilamonio o alquilfosfonio que tienen la fórmula general (I) descrita anteriormente.

Los ejemplos de sales de alquilamonio o alquilfosfonio que se pueden utilizar de acuerdo con la presente invención y que están disponibles en el mercado son los productos conocidos bajo el nombre de Arquad®HC Pastilles, Arquad® T-50, Arquad® 2HT-75, Arquad® MC-50, Duoquad® T50, de Akzo Nobel, o Bardac® LF 70 de Lonza.

- 20 Al final de dicha etapa de extracción, los grumos de polímero elastomérico obtenidos se someten a una etapa de secado, que se puede llevar a cabo, por ejemplo, por medio de una o más extrusoras.

Dicha etapa de extracción, además de dicha etapa de secado, se llevaron a cabo utilizando condiciones operativas conocidas en la técnica con respecto a la "tecnología tradicional" antes mencionada: se pueden encontrar más detalles en, por ejemplo, las patentes de EE.UU. 3.337.422, 3.462.347 ó 4.278.506, mencionadas anteriormente.

- 25 La presente invención se ilustrará ahora con mayor detalle por medio de una realización ilustrativa con referencia a la Figura 1 indicada a continuación.

La Figura 1 representa una primera realización del procedimiento objeto de la presente invención.

- Como se representa en la Figura 1, se alimenta agua desmineralizada (2) al extractor (6), equipado con un agitador mecánico (no representado en la Figura 1), preferiblemente hasta que se alcanza un tercio de su capacidad teórica. Luego se acciona el agitador del extractor (6) y se alimenta vapor de agua (3) a un caudal adecuado para llevar la temperatura del agua a un valor menor o igual que 95°C, para evitar la ebullición prematura del agua.

- El material laminar (4), por ejemplo Dellite® LVF sometido previamente a delaminación, el tensioactivo catiónico (5), por ejemplo Arquad® T-50, y la disolución de polímero (1), por ejemplo una disolución de un copolímero de estireno-butadieno-estireno (SBS) (Europrene® SOL T161B de Polimeri Europa) en ciclohexano, se alimentan posteriormente al extractor (6) de forma secuencial: en este momento se aumenta el caudal del vapor de agua (3), llevando de este modo la temperatura del agua a un valor inferior o igual a 98°C. Dicha disolución de polímero (1), puede proceder directamente de la planta de producción del polímero (no representada en la Figura 1).

- Los vapores producidos durante el mezclado en el extractor (6), que comprenden esencialmente vapor de agua sin condensar y vapores del solvente (7), se descargan a través de una válvula presente en la parte superior del extractor (6) (no representada en la Figura 1) y se envían al condensador (12). La fase acuosa (13), que comprende vapor de agua condensado y solvente condensado, que sale del condensador (12), se envía al decantador (14), en el que se recupera una corriente de agua (15) junto con una corriente de solvente (16), que se envían a otros tratamientos (no representados en la Figura 1). El solvente obtenido a partir de dichos tratamientos adicionales se puede opcionalmente deshidratar en una columna de deshidratación y se puede volver a utilizar en el procedimiento de polimerización (por ejemplo, se puede volver a enviar, opcionalmente con la adición de solvente de nueva aportación, a la planta de producción del polímero).

- La disolución de polímero (8), que comprende los grumos de polímero elastomérico y agua, sale por la parte inferior del extractor (6), a través de una válvula (no representada en la Figura 1), y se envía a un filtro (9), en el que se recupera la corriente de agua (10), que se envía a un sumidero específico o a otros tratamientos (no representados en la Figura 1), o que se puede volver a utilizar en el proceso [es decir, se puede enviar al extractor (6)], y los grumos de polímero elastomérico (11), que se envían a la etapa de secado en, por ejemplo, una o más extrusoras (no representadas en la Figura 1).

A continuación, se proporcionan algunos ejemplos ilustrativos y no limitativos para una mejor comprensión de la presente invención y para su realización.

Ejemplos

Se utilizaron las técnicas de caracterización y análisis indicadas a continuación.

Densidad aparente

- 5 La densidad aparente se obtuvo mediante llenar un cilindro 2.000 ml con un volumen conocido de grumos secos de polímero elastomérico, pesar la masa, obtener la masa total y restar de la masa total la masa del cilindro. Se llevaron a cabo tres mediciones: el cilindro anterior se llenó con 1.000 ml, con 1.500 ml y con 2.000 ml, y el valor de la densidad aparente es la cantidad promedio ponderada de los tres valores obtenidos.

Tamaño medio de partículas (D50)

- 10 El tamaño medio de partículas (D50) se obtuvo midiendo con un calibrador, para cada ensayo, una cantidad representativa de grumos secos de polímero, a saber, 100 g.

Ejemplo 1

Se introdujeron en un mezclador Ultraturax 0,1 g de Dellite® LVF (montmorillonita procedente de la familia de las esmectitas de Laviosa Chimica Mineraria S.p.A.) y 1 l de agua desmineralizada: se puso toda la mezcla bajo agitación a 1.000 rpm, a temperatura ambiente (25°C), durante 30 minutos.

- 15 Se disolvieron 0,01 g de Arquad® T-50 (cloruro de sebo de trimetilamonio de Akzo Nobel) en 500 ml de agua desmineralizada.

- 20 17 l de agua desmineralizada se alimentaron a un extractor de 50 l equipado con un agitador mecánico. Luego, se accionó el agitador mecánico del extractor a una velocidad de 600 rpm y se alimentó vapor de agua a un caudal adecuado para llevar la temperatura del agua a 95°C. Se alimentaron posteriormente de forma secuencial, a un caudal igual a 6 kg/h, 2 l de la disolución de Dellite® LVF obtenida como se describió anteriormente (concentración de Dellite® LVF en el extractor igual a 0,01% en peso, con respecto al peso total del copolímero de estireno-butadieno-estireno (SBS) seco), 0,51 l de la disolución de Arquad® T-50 obtenida como se describió anteriormente (concentración de Arquad® T-50 en el extractor igual a 0,001% en peso con respecto al peso total del copolímero de estireno-butadieno-estireno (SBS) seco), 7,5 kg de una disolución de polímero en ciclohexano que contiene 13% en peso, con respecto al peso total de dicha disolución de polímero de copolímero de estireno-butadieno-estireno (SBS) (Europrene® SOL T161B de Polimeri Europa): en este momento, se aumentó el caudal del vapor de agua, llevando de este modo la temperatura del agua a 98°C.

- 30 Los vapores producidos durante el mezclado, que comprendían esencialmente vapor de agua no condensado y vapores de ciclohexano, se descargaron a través de una válvula presente en la parte superior del extractor y se enviaron a un condensador. La fase acuosa que sale del condensador, que comprendía vapor de agua condensado y ciclohexano condensado, se envió a un decantador, en el que se separó una corriente de agua y una corriente de ciclohexano, que se enviaron a otros tratamientos.

- 35 Al final de la alimentación de la anterior disolución de polímero, se abrió la válvula situada en la parte inferior del extractor y la disolución de polímero, que comprende grumos de copolímero de estireno-butadieno-estireno (SBS) y agua, que sale por la parte inferior del extractor, se envió a un filtro, en el que se recuperó una corriente de agua, que se envió a un sumidero específico, junto con los grumos de copolímero de estireno-butadieno-estireno (SBS), que se enviaron a la etapa de secado.

- 40 Los grumos de copolímero de estireno-butadieno-estireno (SBS) obtenidos, después de ser enviados a la etapa de secado, se sometieron a una medición de la densidad aparente y del tamaño medio de partículas operando como se describió anteriormente. Los resultados obtenidos fueron los siguientes:

- densidad aparente: 93,2 g/l;
- diámetro medio de partículas: 1 cm.

Ejemplo 2 (comparativo)

- 45 Se alimentaron 17 l de agua desmineralizada a un extractor de 50 l equipado con un agitador mecánico. Luego, se accionó el agitador mecánico del extractor a una velocidad de 600 rpm y se alimentó vapor de agua. Se alimentaron posteriormente de forma secuencial, a un caudal igual a 6 kg/h, 0,5 l de una disolución acuosa que contiene 1,5 g del dispersante Sopropo® T 36 (concentración de Sopropo® T 36 en el extractor igual a 0,15% en peso con respecto al peso total del copolímero de estireno-butadieno-estireno (SBS) seco), 0,5 l de una disolución acuosa que contiene 0,15 g de cloruro de calcio (concentración de cloruro de calcio en el extractor igual a 0,015% en peso con respecto al peso total del copolímero de estireno-butadieno-estireno (SBS) seco), 7,5 kg de una disolución de polímero en ciclohexano que contiene 13% en peso con respecto al peso total de dicha disolución de polímero del copolímero de estireno-butadieno-estireno (SBS) (Europrene® SOL T161B de Polimeri Europa): en este momento, se aumentó el caudal del vapor de agua, llevando de este modo la temperatura del agua a 98°C.

Los vapores producidos durante el mezclado, que comprenden esencialmente vapor de agua no condensado y vapores de ciclohexano, se descargaron a través de una válvula presente en la parte superior del extractor y se enviaron a un condensador. La fase acuosa, que comprende vapor de agua condensado y ciclohexano condensado, que sale del condensador, se envió a un decantador, en el que se separó una corriente de agua y una corriente de ciclohexano, que se enviaron a otros tratamientos.

5

Al final de la alimentación de la anterior disolución de polímero, se abrió la válvula situada en la parte inferior del extractor y la disolución de polímero, que comprende grumos de copolímero de estireno-butadieno-estireno (SBS) y agua, que sale de la parte inferior del extractor, se envió a un filtro, en el que se recuperó una corriente de agua, que se envió a un sumidero específico, junto con los grumos de copolímero de estireno-butadieno-estireno (SBS), que se enviaron a la etapa de secado.

10

Los grumos de copolímero de estireno-butadieno-estireno (SBS) obtenidos, después de ser enviados a la etapa de secado, se sometieron a una medición de la densidad aparente y del tamaño medio de partículas operando como se describió anteriormente. Los resultados obtenidos fueron los siguientes:

- densidad aparente: 96,2 g/l;

15

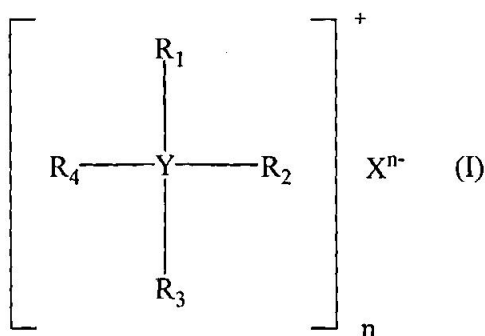
- diámetro medio de partículas: 1 cm.

A partir de los datos presentados anteriormente, se puede deducir que la densidad aparente y el diámetro medio de partículas de los grumos de copolímero de estireno-butadieno-estireno (SBS) tienen valores similares a los obtenidos en el Ejemplo 1 (invención), habiendo utilizado, sin embargo, una cantidad de compuestos, es decir, de Sopropon® T 36 y cloruro de calcio, en un orden de magnitud más alto.

20

REIVINDICACIONES

- 1.- Un procedimiento para la eliminación del solvente de una disolución de polímero que incluye al menos un polímero elastomérico, que comprende someter dicha disolución de polímero a una etapa de extracción por medio de vapor de agua, en presencia de un sistema dispersante que comprende:
- 5 - de 0,005% en peso a 1% en peso, con respecto al peso total del polímero elastomérico seco, de al menos un material laminar;
- de 0,0005% en peso a 1% en peso, con respecto al peso total del polímero elastomérico seco, de al menos un tensioactivo catiónico.
- 2.- El procedimiento para la eliminación del solvente de una disolución de polímero según la reivindicación 1, en donde dicho sistema dispersante comprende de 0,008% en peso a 0,8% en peso, con respecto al peso total del polímero elastomérico en seco, de al menos un material laminar.
- 10 3.- El procedimiento para la eliminación del solvente de una disolución de polímero según la reivindicación 1 ó 2, en donde dicho sistema dispersante comprende de 0,0008% en peso a 0,8% en peso, con respecto al peso total del polímero elastomérico seco, de al menos un agente tensioactivo catiónico.
- 15 4.- El procedimiento para la eliminación del solvente de una disolución de polímero de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde dicho polímero elastomérico se selecciona entre: polibutadieno (BR); poliisopreno (IR); copolímeros de estireno insaturados con una distribución aleatoria, de bloque o cónica, lineales o ramificados, tales como los copolímeros de estireno-butadieno (SB), los copolímeros de estireno-butadieno-estireno (SBS), los copolímeros de estireno-isopreno-estireno (SIS); copolímeros de estireno saturados, con una distribución aleatoria, de bloque o cónica, lineales o ramificados, tales como los copolímeros de estireno-etileno-propileno (SEP), los copolímeros de estireno-etileno/butileno-estireno (SEBS), los copolímeros de estireno-etileno-propileno-estireno (SEPS); o las mezclas de los mismos.
- 20 5.- El procedimiento para la eliminación del solvente de una disolución de polímero de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde dicha disolución de polímero comprende al menos un solvente orgánico no polar que se selecciona entre: butano, pentano, ciclopentano, hexano, benceno, tolueno, ciclohexano, metilciclohexano, clorobenceno, o las mezclas de los mismos.
- 25 6.- El procedimiento para la eliminación del solvente de una disolución de polímero de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde dicho polímero elastomérico está presente en dicha disolución de polímero en una cantidad que varía de 2% en peso a 30% en peso, con respecto al peso total de la disolución de polímero.
- 30 7.- El procedimiento para la eliminación del solvente de una disolución de polímero de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde dicho material laminar tiene unas laminillas que tienen un espesor que varía de 0,01 nm a 30 nm.
- 8.- El procedimiento para la eliminación del solvente de una disolución de polímero de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde dicho material laminar se selecciona entre filosilicatos, tales como: esmectitas, tales como montmorillonita, bentonita, nontronita, beidellita, volkonskoita, hectorita, saponita, sauconita, magadita, estevensita, o las mezclas de las mismas; vermiculita; halloysita; sericita; óxidos de aluminato; hidrotalcita; o las mezclas de los mismos.
- 35 9.- El procedimiento para la eliminación del solvente de una disolución de polímero según la reivindicación 8, en donde dicho material laminar está modificado con una sal de alquilamonio o alquifosfonio que se selecciona entre las sales de amonio o fosfonio cuaternarios que tienen la fórmula general (I):
- 40



en donde:

- Y representa N o P;

- 5
- R_1 , R_2 , R_3 y R_4 , que son iguales o diferentes, representan un grupo alquilo o hidroxialquilo lineal o ramificado de C_1 - C_{20} ; un grupo alquenilo o hidroxialquenilo lineal o ramificado de C_2 - C_{20} ; un grupo $-R_5$ -SH o $-R_5$ -NH en donde R_5 representa un grupo alquileo lineal o ramificado de C_1 - C_{20} ; un grupo arilo de C_6 - C_{18} ; un grupo arilalquilo o alquilarilo de C_7 - C_{20} ; un grupo cicloalquilo de C_5 - C_{18} , conteniendo opcionalmente dicho grupo cicloalquilo heteroátomos tales como oxígeno, nitrógeno, azufre;
 - X^{n-} representa un anión, tal como un ion cloruro, un ion sulfato, un ion fosfato;
 - n representa 1, 2 ó 3.

10.- El procedimiento para la eliminación del solvente de una disolución de polímero de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde dicho material laminar se somete a una etapa de delaminación.

- 10
- 11.- El procedimiento para la eliminación del solvente de una disolución de polímero según la reivindicación 10, en donde dicha etapa de delaminación se lleva a cabo sometiendo a agitación una disolución acuosa de dicho material laminar en un mezclador, o en una centrífuga, a una velocidad que varía de 1.000 rpm a 20.000 rpm, a una temperatura que varía de 10°C a 40°C, durante un tiempo que varía de 10 minutos a 3 horas.

- 15
- 12.- El procedimiento para la eliminación del solvente de una disolución de polímero según la reivindicación 11, en donde dicha disolución acuosa comprende de $2,5 \times 10^{-5}\%$ en peso a $5 \times 10^{-3}\%$ en peso de material laminar, con respecto al peso total de la disolución acuosa.

13.- El procedimiento para la eliminación del solvente de una disolución de polímero de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde dicho tensioactivo catiónico se selecciona entre las sales de alquilamonio o alquifosfonio que tienen la fórmula general (I) según la reivindicación 9.

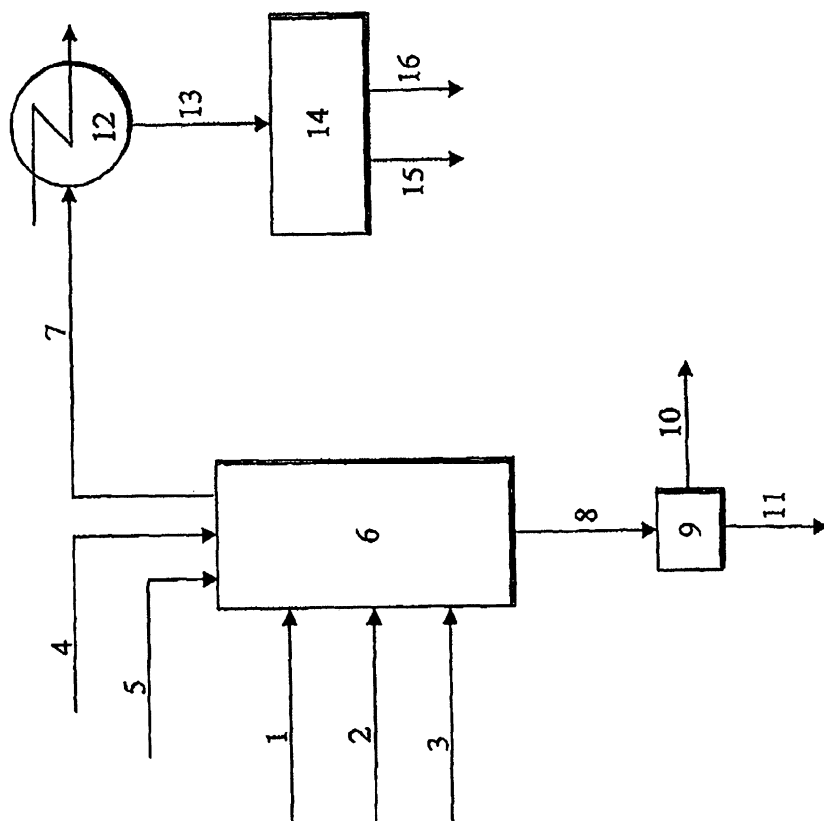


Fig.1