

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 577 902**

51 Int. Cl.:

C08C 2/00 (2006.01)

C08L 9/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **23.03.2011 E 11710490 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **23.03.2016 EP 2550302**

54 Título: **Proceso para la producción de polímeros libres de agua y de disolventes**

30 Prioridad:

24.03.2010 EP 10157623

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

19.07.2016

73 Titular/es:

**LANXESS DEUTSCHLAND GMBH (100.0%)
Kennedyplatz 1
50569 Köln , DE**

72 Inventor/es:

**WAGNER, PAUL;
PAUL, HANNS-INGOLF;
FELLER, ROLF;
KRUMBE, WOLFGANG;
LE-SATTLER, ALICIA;
KLOPPENBURG, HEIKE;
SIEBUERGER, MARTIN y
LOVEGROVE, JOHN**

74 Agente/Representante:

VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro

ES 2 577 902 T3

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

DESCRIPCIÓN

Proceso para la producción de polímeros libres de agua y de disolventes

- 5 La presente invención se refiere a polímeros libres de agua y disolventes, en particular a productos de caucho sintético libres de agua y disolventes, como caucho de butilo halogenado y no halogenado, caucho de polibutadieno modificado y no modificado y productos de caucho de poli estireno butadieno, así como a un proceso para su producción. La invención se refiere además a un dispositivo adecuado para llevar a cabo dicho proceso.
- 10 Los cauchos sintéticos tienen usos industriales importantes y normalmente se producen por la (co)polimerización de monómeros, que normalmente se lleva a cabo por procesos en suspensión, en emulsión o en solución. Ejemplos de cauchos sintéticos incluyen cauchos de butilo y cauchos de butilo halogenados, poliisobutileno, cauchos de clase M de dieno de etileno propileno (EPDM), cauchos de nitrilo butadieno (NBR) y cauchos de estireno-butadieno (SBR) y cauchos de polibutadieno (PBR).
- 15 Después de la (co)polimerización, la mezcla de descarga del reactor contiene al menos el polímero, disolventes, monómeros residuales y el catalizador. Para recuperar el polímero, la corriente de descarga se trata con vapor y agua caliente. La mayor parte del disolvente y los monómeros sin reaccionar se someten así a vaporización instantánea. Una desventaja del contacto con el vapor y el agua es que los cauchos sintéticos se coagulan. Los
- 20 polímeros de caucho entonces se encuentran presentes en forma de gránulos húmedos en agua. La mayor parte del agua se puede separar por drenaje, seguido, por ejemplo, de la aplicación de extrusoras de secado y una etapa final de secado al vacío.
- 25 La polimerización de butadieno con diferentes catalizadores (por ejemplo, Nd, Co, Li, Ni, Ti) da lugar a un caucho de polibutadieno con propiedades físicas diferentes dependiendo del sistema catalítico así como del proceso de reacción. La copolimerización de estireno y butadieno también se puede conseguir mediante el uso de condiciones de reacción similares. En el texto siguiente se resumen los cauchos de poli butadieno y cauchos de estireno butadieno procedentes de un proceso en solución (SSBR) como polímeros de caucho de butadieno. Por ejemplo, la polimerización se lleva a cabo industrialmente a temperaturas de 30 °C a 150 °C aproximadamente para obtener
- 30 masas molares elevadas. El proceso en solución usa un hidrocarburo inerte como disolvente. Después de la polimerización, el polímero de caucho de butadieno está presente en forma de solución homogénea en un hidrocarburo. Los monómeros que no hayan reaccionado también pueden estar presentes en la mezcla de descarga del reactor. El polímero de caucho de butadieno se debe recuperar y aislar del disolvente.
- 35 En el proceso en solución, la corriente de descarga del reactor de polimerización se somete a vaporización instantánea. Se podrían añadir aditivos para ajustar las propiedades físicas. A continuación, la corriente de polímero se trata con vapor y agua caliente en un tambor de vaporización instantánea. Aunque el polímero de caucho de butadieno se coagula en gránulos, la mayor parte del disolvente y los monómeros sin reaccionar se someten a vaporización instantánea y el agua se separa de los vapores por condensación. Para eliminar el resto de residuos de
- 40 monómero y residuos de disolvente se aplica la etapa de separación por arrastre de vapor.
- La suspensión de agua y gránulos de caucho de polibutadieno se convierte entonces en la forma final de balas comerciales mediante un secado adicional. El secado normalmente se efectúa mediante drenaje, seguido de la aplicación de extrusoras de secado y una etapa de secado final en un lecho fluidizado, o en un secador de aire
- 45 caliente o secadores similares, por ejemplo, un transportador en espiral.
- Los aditivos también se pueden incorporar en esa etapa.
- 50 Los procesos anteriormente mencionados para la coagulación y el arrastre con vapor adolecen de un consumo muy alto de energía. Es necesaria una gran cantidad de vapor no solo para evaporar el disolvente, sino también para calentar y mantener todo el contenido de agua de los tambores de arrastre a una temperatura alta. También es necesaria la adición de más vapor para separar por arrastre las cantidades residuales de disolvente reduciendo la presión parcial del disolvente en el tambor de arrastre.
- 55 Los procesos anteriormente mencionados también usan una gran cantidad de agua debido a que la concentración de caucho de butadieno en la suspensión después de la coagulación en general es solo del 5 al 12 % en peso. El agua de esta suspensión se puede reciclar parcialmente y constituye parcialmente aguas residuales y se debe desechar.
- 60 Los gránulos de caucho se separan mecánicamente de la masa de agua usando platos perforados o tamices simples. El caucho de butadieno todavía contiene del 20 al 50 % de agua aproximadamente después de esta primera separación. A continuación se lleva a cabo el secado mecánico adicional con el uso de extrusoras amasando el producto y escurriendo el agua. La desventaja de este proceso de secado mecánico es la contaminación del agua por pequeñas partículas de caucho que no hayan sido retenidas por los tamices, con el
- 65 resultado de que el agua residual requiere tratamiento adicional.

La deshidratación mecánica anteriormente mencionada solo puede disminuir el contenido de humedad hasta el 5 al 15 % aproximadamente. A continuación se requieren etapas de secado térmico adicionales. De este modo el caucho se calienta a 130 a 200 °C a presión en una extrusora de un solo tornillo o de doble tornillo. Se instala una placa de matriz para mantener la presión. Cuando el caucho se empuja a través de la placa de matriz, el agua en el caucho se evapora y forma gránulos porosos abiertos. Los gránulos se transportan a un secador convectivo donde se retira la humedad residual mediante aire caliente. Después de dicho secado, el caucho de butadieno en general tiene un contenido de humedad del 0,1 al 0,8 %. A continuación es necesaria una etapa de refrigeración, conseguida por flujo de aire frío a través de los gránulos de caucho, para enfriar los gránulos de caucho de butadieno a la temperatura máxima de prensado de 60 °C. A continuación los gránulos se conforman en balas mediante prensas hidráulicas, y las balas se empaquetan en cajas o cajones para su envío.

Los procesos anteriormente mencionados para el secado de cauchos de butadieno son complejos y requieren mucho equipamiento.

Se han desarrollado algunos otros procesos especiales con el objetivo de eliminar el agua y los disolventes orgánicos volátiles de los polímeros. La desgasificación en extrusora al vacío con o sin el uso de agentes de arrastre ha ido ganando aceptación en aplicaciones prácticas como la técnica más importante, sin embargo, los requerimientos energéticos de dichos procesos de la técnica anterior son bastante altos.

La patente de Estados Unidos 3.117.953 A1 desvela un aparato y un proceso para la purificación de polietileno a alta presión. Sin embargo, la sustitución de cemento de caucho sintético por el polietileno en la patente de Estados Unidos 3.117.953 A1 podría producir que se formen gránulos antes de entrar en la extrusora, lo que no es deseable en absoluto.

La patente DE 195 37 113 desvela un método y un aparato para resinas de polímero, en particular, resinas de policarbonato usando un separador por arrastre de vapor, un decantador y una extrusora. Sin embargo, la introducción de vapor de agua daría lugar a un alto contenido de agua residual o a un consumo muy alto de energía poco deseables.

La patente EP 1 449 857 A1 y la Base de datos WPI Week 200772, Thomson Scientific, Londres, GB AN 2007-771.940 (2006) desvelan procesos para la producción de polímeros a base de dienos conjugados usando neodimio por polimerización. Sin embargo, ninguna desvela un proceso para la eliminación de compuestos volátiles de fluidos que contienen productos de caucho sintético.

La patente de Estados Unidos 4.055.001 desvela un método para la preparación de polímeros tales como caucho de butilo que tiene un contenido de agua inferior al 0,1 % en peso usando sonotrodos de ultrasonidos durante el proceso de secado. Sin embargo, la muy alta tensión de cizallamiento asociada al uso de ultrasonido es prohibitiva para polímeros tales como cauchos de halobutilo.

La patente EP 0 102 122 desvela un método para la recuperación de un polímero a partir de una solución, en particular, para la recuperación de polietileno usando una extrusora parcialmente llena. Sin embargo, la patente EP 0 102 122 no dice nada acerca de la eliminación de aguas residuales.

La patente de Estados Unidos 2001/056176 A1 desvela un método de recuperación de un polímero en una sola etapa y específicamente un ejemplo para la concentración de soluciones de caucho. De esta manera la solución de caucho se calienta con vapor de agua con el fin de eliminar los disolventes existentes en una sola etapa por desgasificación al vacío para producir gránulo blanco. La patente de Estados Unidos 2001/056176 A1 así requiere un flujo de vapor volumétrico grande para eliminar los componentes volátiles a baja presión de vapor y da como resultado el confinamiento de agua adicional en los gránulos, agua que posteriormente habría que eliminar.

La patente de Estados Unidos 5.283.021 A1 desvela un proceso en dos etapas para la eliminación de disolvente de una solución de polímero elastomérico. La solución de polímero así se calienta directamente con un fluido de calentamiento y se pulveriza al vacío. Durante la pulverización, el disolvente se evapora, formando con ello gránulos que a continuación se introducen en una extrusora para obtener más desgasificación. Sin embargo, en esa etapa no es deseable la formación del gránulo.

La patente EP 1 127 609 A2 desvela un proceso para tratar un producto en al menos una amasadora. La patente EP 1 127 609 A2 usa la energía introducida en parte a través de la pared de la propia amasadora para evaporar el disolvente de soluciones que contienen elastómeros y termoplásticos. Por tanto, se requiere una amasadora con una gran área superficial, al igual que se requiere unos altos costes de inversión. Otra fracción de la energía se introduce a través del eje de rotación de la amasadora en forma de energía mecánica. La energía mecánica es más cara y, por tanto, desventajosa desde el punto de vista del medio ambiente en comparación con el calentamiento con vapor. Las amasadoras usadas en la patente EP 1 127 609 A2 requieren una gran cantidad de mantenimiento y limpieza. La introducción de energía mecánica a través de la amasadora, además, depende enormemente de la viscosidad del producto, lo que reduce la flexibilidad del proceso.

La patente EP 1 165 302 A1 desvela un dispositivo y un método para la desgasificación de plásticos. El aparato de la patente EP 1 165 302 A1 es una extrusora con un respiradero trasero y varias secciones de ventilación operadas al vacío. Se necesita el vacío para alcanzar concentraciones de volátiles residuales bajas. La patente EP 1 165 302 A1 desvela que se puede aplicar un agente de separación por arrastre para mejorar aún más la eficiencia de la desgasificación. El plástico usado en la patente EP 1 165 302 A1, el policarbonato termoplástico, sigue siendo una masa fundida que fluye al final del proceso de desgasificación. Sin embargo, un cemento de caucho sintético tratado de conformidad con la patente EP 1 165 302 A1 se convertiría en gránulos al final de la etapa de desgasificación y no se podría tratar posteriormente.

En "Process Machinery", partes I y II, marzo y abril de 2000; Autor: C.G. Hagberg, se desvela la volatilización directa de soluciones de caucho usando un tanque de vaporización instantánea y una extrusora. Sin embargo, esta referencia no dice nada acerca del contenido de compuestos volátiles en el producto final.

La patente JP61120803 describe la eliminación de un disolvente mediante el uso de una extrusora que tiene un mecanismo de ventilación para producir una mezcla madre de caucho a base de una mezcla de una solución de caucho que contiene cargas dispersas.

En vista de lo anterior, un objeto de la presente invención por tanto era proporcionar un proceso continuo, energéticamente eficiente, ecológica y económicamente favorable para eliminar los compuestos volátiles de un fluido que contiene al menos un polímero, preferentemente al menos un caucho sintético, produciendo un producto polimérico que está esencialmente libre de compuestos volátiles.

Este objeto se consigue con un proceso de eliminación de los 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 concentradora que comprende al menos un calentador, un recipiente de desgasificación (4) y una línea de vapor, con lo que el fluido (F) se calienta, el fluido (G) caliente se introduce en un recipiente de desgasificación donde parte de los compuestos volátiles se retiran a través de la línea de vapor para obtener un fluido (H) concentrado,

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

c) introducir el fluido (L) concentrado y recalentado de la etapa b) en al menos una unidad de extrusión que comprende al menos una sección de desgasificación de la extrusora que comprende al menos una sección de transporte, un orificio de ventilación con una o más líneas de vapor, una sección de acumulación y una sección de salida, por lo que los compuestos volátiles se retiran a través de los orificios de ventilación y líneas de vapor; con lo que

los polímeros no volátiles son productos de caucho sintético, tales como cauchos de estireno-butadieno y caucho de butadieno catalizado con litio, caucho de butadieno catalizado con níquel, caucho de butadieno catalizado con titanio, caucho de butadieno catalizado con cobalto y caucho de butadieno catalizado con neodimio, caucho de butadieno catalizado con níquel, caucho de butadieno catalizado con titanio, caucho de butadieno catalizado con cobalto y caucho de butadieno catalizado con neodimio y el fluido (L) concentrado y recalentado tiene una viscosidad en el intervalo de 500 a 50.000.000 mPa*s, preferentemente de 5000 a 30.000.000 mPa*s y más preferentemente de 10.000 mPa*s a 300.000 mPa*s, al entrar en la sección de desgasificación de la extrusora y el producto (P) obtenido en la sección de salida (22) está esencialmente libre de compuestos volátiles.

Preferentemente, el proceso podría comprender otras etapas, como sigue:

d) introducir el fluido concentrado y recalentado (H o L) de la etapa a) o b) en al menos una unidad amasadora que comprende al menos una sección de desgasificación, un orificio de ventilación con una o más líneas de vapor, y una sección de salida, con lo que los compuestos volátiles se retiran a través de los orificios de ventilación y las líneas de vapor para obtener un fluido de alta viscosidad (N o P);

e) introducir el fluido de alta viscosidad (N) de la etapa d) en al menos una unidad de extrusión que comprende al menos una sección de desgasificación de la extrusora que comprende al menos una sección de transporte, un orificio de ventilación con una o más líneas de vapor, una sección de acumulación y una sección de salida, con lo que los compuestos volátiles se retiran a través de los orificios de ventilación y líneas de vapor;

f) introducir el fluido de alta viscosidad (M) de la etapa c) en al menos una unidad amasadora que comprende al menos una sección de desgasificación, un orificio de ventilación con una o más líneas de vapor, y una sección de salida, con lo que los compuestos volátiles se retiran a través de los orificios de ventilación y líneas de vapor;

con lo que el fluido (L) concentrado y recalentado fluye libremente al entrar en la sección de desgasificación de la extrusora y el producto (P) obtenido en la sección de salida está esencialmente libre de compuestos volátiles para obtener un fluido de alta viscosidad.

Se señala que el ámbito de la invención también abarca cualquier combinación deseada de intervalos y áreas preferentemente especificados para cada función.

5 En el contexto de esta invención, el término "que fluye libremente" significa una viscosidad en el intervalo de 500 a 50.000.000 mPa*s, preferentemente de 5000 a 30.000.000 mPa*s y más preferentemente de 10.000 mPa*s a 300.000 mPa*s.

10 Mientras no se indique lo contrario, los valores de viscosidad de los fluidos se refieren a la viscosidad de cizallamiento cero extrapolada a partir de mediciones a una temperatura determinada usando un viscosímetro Haake Rheostress RS 150 o un reómetro rotacional de tipo cono-placa para muestras muy viscosas.

15 En el contexto de esta invención, el término "esencialmente libre de compuestos volátiles" significa una concentración total de compuestos volátiles de menos del 1 % en peso, preferentemente menos del 0,5 % en peso basado en la masa del polímero no volátil.

En particular, el término "esencialmente libre de compuestos volátiles" significa esencialmente libre de agua y esencialmente libre de compuestos orgánicos volátiles.

20 Los polímeros no volátiles se consideran esencialmente libres de agua, si la concentración de agua residual es inferior al 0,5 % en peso, preferentemente inferior al 0,25 % en peso, más preferentemente inferior al 0,1 % en peso y más preferentemente inferior al 0,075 % en peso basado en la masa del polímero.

25 En el contexto de esta invención, el término "compuestos orgánicos volátiles" significa compuestos orgánicos que tienen un punto de ebullición por debajo de 250 °C a presión normal.

30 Los polímeros no volátiles se consideran esencialmente libres de compuestos orgánicos volátiles si la concentración residual de dichos compuestos orgánicos volátiles es inferior al 0,75 % en peso, preferentemente inferior al 0,25 % en peso y más preferentemente inferior al 0,1 % en peso basado en la masa del polímero. Dichos compuestos orgánicos volátiles normalmente son los disolventes empleados en las etapas de polimerización o su posterior tratamiento tal como una etapa de halogenación e incluyen hidrocarburos como hexanos y pentanos.

35 Los polímeros no volátiles preferidos son productos de caucho sintético, tales como cauchos de estireno-butadieno y caucho de butadieno catalizado con litio, caucho de butadieno catalizado con níquel, caucho de butadieno catalizado con titanio, caucho de butadieno catalizado con cobalto y caucho de butadieno catalizado con neodimio, caucho de butadieno catalizado con níquel, caucho de butadieno catalizado con titanio, caucho de butadieno catalizado con cobalto y caucho de butadieno catalizado con neodimio.

40 El peso molecular promedio en masa de las moléculas de caucho de estireno butadieno y las moléculas de caucho de butadieno Pm normalmente se encuentra entre 50.000 y 1.000.000 g/mol, preferentemente entre 150.000 y 400.000 g/mol.

El objeto de la invención se describirá con más detalle por medio de dibujos esquemáticos en los que:

45 La Fig. 1 muestra una unidad concentradora de una sola etapa, una unidad de recalentamiento y una unidad de extrusión que comprende una sección de desgasificación de la extrusora, una sección de acumulación y una sección de salida.

50 La Fig. 2 muestra una unidad concentradora de una sola etapa, una unidad de recalentamiento y una unidad de extrusión que comprende dos secciones de desgasificación de la extrusora, dos secciones de acumulación y una sección de salida.

55 La Fig. 3 muestra una unidad concentradora de una sola etapa que tiene una válvula de liberación de presión, una unidad de recalentamiento y una unidad de extrusión que tiene una válvula de liberación de presión y que además comprende dos secciones de desgasificación de la extrusora, dos secciones de acumulación, un alimentador secundario y una sección de salida.

60 La Fig. 4 muestra una unidad concentradora de dos etapas, una unidad de recalentamiento y una unidad de extrusión que comprende una sección de desgasificación de la extrusora, una sección de acumulación y una sección de salida.

65 La Fig. 5 muestra una unidad concentradora de una sola etapa, una unidad de recalentamiento y una unidad de extrusión que comprende tres secciones de desgasificación de la extrusora, tres secciones de acumulación y una sección de salida, con lo que una sección de desgasificación de la extrusora es una sección de desgasificación hacia atrás.

- 5 La Fig. 6 muestra una unidad concentradora de una sola etapa que comprende un dispositivo de regulación de la presión, una unidad de recalentamiento y una unidad de extrusión que comprende un dispositivo de regulación de la presión, cuatro secciones de desgasificación de la extrusora, cuatro secciones de acumulación y una sección de salida, con lo que una sección de desgasificación de la extrusora es una sección de desgasificación hacia atrás.
- 10 La Fig. 7 muestra una unidad de prelavado de una sola etapa, una unidad concentradora de una sola etapa, una unidad de recalentamiento y una unidad de extrusión que comprende una sección de desgasificación de la extrusora, una sección de acumulación y una sección de salida.
- La Fig. 8 muestra una unidad de prelavado básica.
- La Fig. 9 muestra una unidad de prelavado que comprende un aglutinador.
- 15 La Fig. 10 muestra una unidad de prelavado de dos etapas.
- La Fig. 11 muestra una unidad de prelavado de dos etapas con calentadores adicionales.
- 20 Una realización básica y ejemplar de la etapa de proceso se muestra en la Fig. 1. En la etapa a) se transfiere fluido F que contiene al menos un polímero no volátil y al menos un compuesto volátil a través de la bomba 1 al calentador 2, en el que se calienta el fluido F.
- 25 El fluido F, también llamado cemento, contiene por ejemplo del 3 al 50 % en peso de un polímero no volátil, preferentemente un caucho sintético y más preferentemente un caucho de butadieno y del 60 al 97 % en peso de compuestos volátiles, en particular, un disolvente o un disolvente y agua, con lo que los componentes anteriormente mencionados suman del 90 al 100, preferentemente del 95 al 100 % en peso de la masa total de fluido F.
- 30 El disolvente se selecciona preferentemente del grupo que consiste en alcanos lineales o ramificados que tienen entre 3 y 10 átomos de carbono, preferentemente de 3 a 7 átomos de carbono. Los disolventes más preferidos son iso-buteno, n-pentano, iso-pentano, n-hexano, ciclo-hexano, iso-hexano, metil-ciclopentano, metil-ciclohexano y n-heptano, así como mezclas que comprenden o que consisten en estos alcanos.
- 35 En una realización preferida de la invención, el fluido F contiene del 3 al 40 % en peso de un polímero no volátil, preferentemente un caucho sintético y más preferentemente caucho de butadieno, del 60 al 95 % en peso de compuestos orgánicos volátiles, en particular un disolvente, y del 0,5 al 20 % en peso de agua, con lo que los componentes anteriormente mencionados suman del 95 al 100 % en peso de la masa total de fluido F.
- 40 El fluido F normalmente se obtiene de procesos de polimerización o etapas de procesamiento posteriores. Los fluidos F que contienen agua normalmente se obtienen después de los procesos de arrastre por vapor tras la polimerización.
- 45 El fluido F que entra en el calentador, normal y preferentemente, tiene una temperatura de 10 °C a 100 °C, preferentemente de 30 °C a 80 °C. La viscosidad del fluido F se encuentra, por ejemplo, en el intervalo de 100 mPa*s a 90.000 mPa*s, preferentemente en el intervalo de 500 mPa*s a 60.000 mPa*s.
- 50 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 se selecciona del grupo que consiste en vapor, aceite de calentamiento o agua caliente a presión. El intercambiador de calor, por ejemplo, es de tipo carcasa y tubo, en el que el fluido F se encuentra dentro de los tubos y el medio de calentamiento se encuentra del lado de la carcasa. 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 se encuentra en el exterior de los tubos del intercambiador de calor. La ventaja de los tipos de intercambiadores de calor anteriormente mencionados es que evitan una mala distribución y su fácil mantenimiento, así como una buena transferencia de calor. Dichos intercambiadores de calor son bien conocidos y están disponibles en el mercado. En
- 55 una realización menos preferida también se pueden aplicar intercambiadores de calor de tipo placa.
- 60 Tras el calentamiento, se obtiene el fluido G calentado. El fluido G calentado tiene una temperatura más alta 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 calentado a continuación se transporta a 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 G calentado por una línea de vacío 4.1. La presión en el recipiente de desgasificación 4 por ejemplo está en el intervalo de 100 hPa a 4000 hPa, preferentemente en el intervalo de 200 hPa y 2000 hPa y más preferentemente en el intervalo de 230 a 1100 hPa.
- 65 Los vapores eliminados a través de la línea de vacío 4.1 preferentemente se condensan y se reciclan hacia el proceso para la preparación de fluido F. Después de la desgasificación y la separación se obtiene un fluido

concentrado H, que se retira del recipiente de desgasificación 4 por medio de una bomba 4.2.

En una realización preferida de la invención, el recipiente de desgasificación está diseñado en forma de ciclón para ayudar a una mayor separación de vapor del fluido G calentado. En otra realización preferida de la invención, el recipiente de desgasificación 4 tiene forma cónica o al menos un fondo tiene forma toro esférica para permitir que el recipiente se vacíe por completo o esencialmente por completo.

La bomba 4.2 preferentemente está directamente conectada a la salida del recipiente de desgasificación 4. En general, la pieza de conexión entre la bomba y el recipiente preferentemente es lo más corta posible.

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

La bomba 4.2 se puede seleccionar del grupo que consiste en bombas de tipo desplazamiento positivas, bombas de engranajes, bombas de pistón, bombas de membrana, bombas de tipo tornillo, bombas de tipo extrusor como extrusoras de contra-rotación o co-rotación de tornillo simple o de doble tornillo o bombas de tipo amasadora. Se prefieren las bombas de tipo desplazamiento positivo y bombas de engranajes, con las bombas de engranajes que son aún más preferidas.

En otra realización preferida, la bomba 4.2 comprende una combinación de una extrusora o una amasadora y una bomba de engranajes con lo que la bomba de engranajes se alimenta de la extrusora o amasadora.

La cantidad de compuestos volátiles que se retira en esta etapa a) depende, por ejemplo, de la temperatura del fluido G y la presión en el recipiente de desgasificación 4. En una realización preferida de la invención la temperatura del fluido G y la presión en el recipiente de desgasificación 4 se seleccionan de modo que el fluido H concentrado todavía fluya libremente como se ha definido anteriormente y comprenda, por ejemplo, del 10 al 60, preferentemente del 20 al 60 % en peso de un polímero no volátil, preferentemente un caucho sintético y más preferentemente un caucho de butadieno y del 40 aproximadamente al 90 aproximadamente, preferentemente del 40 al 80 % en peso de compuestos volátiles con lo que los componentes anteriormente mencionados de polímero no volátil, compuestos orgánicos volátiles y agua suman del 90 al 100 % en peso, preferentemente del 95 al 100 % en peso de la masa total de fluido H.

En una realización preferida y en la que la materia prima de fluido F comprende agua, el fluido H, por ejemplo, comprende del 10 al 60, preferentemente del 20 al 60 % en peso de un polímero no volátil, preferentemente un caucho sintético y más preferentemente caucho de butadieno, del 25 aproximadamente al 90 aproximadamente, preferentemente del 25 al 75 % en peso de compuestos orgánicos volátiles, en particular un disolvente, y del 0,5 aproximadamente al 15 % en peso aproximadamente de agua, con lo que los componentes anteriormente mencionados de polímero no volátil, compuestos orgánicos volátiles y agua suman del 90 al 100 % en peso, preferentemente del 95 al 100 % en peso de la masa total de fluido H.

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

En la etapa b), el fluido H concentrado obtenido en la etapa a) a continuación se hace pasar a través de 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, con lo que se aplica la misma divulgación, incluyendo las preferencias, en lo que se refiere a los medios de calentamiento y tipos de intercambiadores de calor, como se ha descrito anteriormente para el intercambiador de calor 2.

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

En la etapa c), el fluido L concentrado y recalentado obtenido en la etapa b) se transfiere a una unidad de extrusión y se introduce en la sección de transporte 16 de la sección de desgasificación de la extrusora en el punto de alimentación 12.

Los tipos de extrusoras adecuadas incluyen extrusoras de un solo tornillo y de varios tornillos que comprenden cualquier número de tambores y tipos de elementos de tornillo y otras amasadoras de transporte mono eje o multieje. Las posibles formas de realización de extrusoras de varios tornillos son extrusoras de doble tornillo, extrusoras de anillo o extrusoras de rodillos planetarios, con lo que se prefieren extrusoras de doble tornillo, amasadoras de transporte multieje y extrusoras de rodillos planetarios.

Las extrusoras de un solo tornillo incluyen las que tienen un tornillo axial oscilante. Las extrusoras de doble tornillo son, por ejemplo, de engranaje en contra-rotación, sin engranaje en contra-rotación, extrusoras de doble tornillo de

engranaje en co-rotación y sin engranaje en co-rotación, con lo que se prefieren extrusoras de doble tornillo de engranaje en co-rotación.

5 En una realización de la invención, las extrusoras se pueden calentar mediante los tambores a temperaturas de hasta 300 °C o se pueden enfriar.

10 En una realización preferida, la extrusora comprende medios para operar zonas separadas independientemente entre sí a diferentes temperaturas de manera que las zonas se pueden calentar, pueden estar sin calentar o se pueden enfriar. En otra realización preferida, la extrusora comprende para cada sección de transporte al menos una zona separada, que puede funcionar de forma independiente a diferentes temperaturas.

15 Los materiales de extrusión preferidos deben ser no corrosivos y esencialmente deben impedir que el fluido L concentrado y recalentado y el producto P sean contaminados con metales o iones metálicos. Los materiales extrusores preferidos incluyen acero nitrurado, acero dúplex, acero inoxidable, aleaciones de níquel, materiales compuestos, como metales sinterizados, materiales isostáticos prensados en caliente, materiales resistentes a un intenso desgaste como estelita, metales recubiertos con revestimientos, por ejemplo, fabricados de cerámica, nitruro de titanio, nitruro de cromo y carbono tipo diamante (DLC).

20 La sección de transporte 16 está abierta a un orificio de ventilación 15. En la sección de transporte 16 una parte del disolvente se evapora y se separa del fluido L concentrado y recalentado. Los vapores se retiran a través del orificio de ventilación 15 a través de una línea de vapor 15.1.

25 Puesto que los compuestos volátiles de la evaporación tienen tendencia a arrastrar el fluido L concentrado y recalentado o el producto P hacia los orificios de ventilación, en una realización preferida de la invención, los orificios de ventilación 15 están diseñados para evitar que el material, en particular, el fluido L concentrado y recalentado o el producto P, salga de los orificios de ventilación.

30 Los medios adecuados para llevar a cabo este fin son tornillos de embudidora, que se montan en los orificios de ventilación y transportan cualquier material de vuelta a la extrusora, o rodillos o cintas, que están montados en el interior de los orificios de ventilación para empujar el material depositado de vuelta a la extrusora. Como alternativa o además de lo anterior, se pueden aplicar revestimientos de los orificios de ventilación que reducen o previenen la adherencia del material a la superficie. Los revestimientos adecuados incluyen DLC, de etileno-tetrafluoroetileno (ETFE), politetrafluoroetileno (PTFE) y aleaciones de níquel.

35 La presión en el orificio de ventilación 15, por ejemplo, se encuentra entre 1 hPa y 2000 hPa, preferentemente entre 5 hPa y 900 hPa.

La línea de vapor 15.1 puede estar y preferentemente está conectada a un sistema de condensación.

40 En general, el fin del sistema de condensación sirve para recoger los compuestos volátiles eliminados por los orificios de ventilación a través de las líneas de vapor y normalmente comprende un condensador y una bomba de vacío. Se puede usar cualquier sistema de condensación conocido en la técnica para efectuar la recuperación de compuestos volátiles.

45 En general, se prefiere reciclar los compuestos volátiles condensados, opcionalmente después de llevar a cabo una separación de fases para separar los compuestos orgánicos volátiles a partir de agua, en un proceso para la preparación de fluido F.

50 La sección de transporte 16 termina con una sección de acumulación 20. El fin de la acumulación es el de asegurar un nivel de presión determinado en el orificio de ventilación 15 e introducir energía mecánica en el material para facilitar la evaporación de los compuestos volátiles. La sección de acumulación 20 puede comprender cualquier medio que permita la acumulación del material. Puede estar diseñado para incluir, por ejemplo, elementos de amasado o de estrangulamiento, discos alveolares o placas de matriz.

55 Ejemplos de elementos de estrangulamiento son trayectorias de flujo cónicas o cilíndricas u otros medios de estrangulamiento.

60 Se prefiere la aplicación de elementos de amasado, discos alveolares o placas de matriz dentro de la sección de acumulación, siendo incluso más preferidos los elementos de amasado. Ejemplos de elementos de amasado incluyen bloques de amasado, que pueden estar diseñados como bloques de amasado de transporte frontal, reverso o neutro de doble o triple indentación; elementos de mezcla de tornillos de una sola o doble indentación con ranuras, elementos de mezcla de una sola indentación, placas de ampolla y discos excéntricos de una sola, doble o triple indentación. Los elementos de amasado se pueden ensamblar en cualquier combinación sobre los ejes de los tornillos de la extrusora, en particular, de una extrusora de doble tornillo en contra-rotación o co-rotación.

65

Una sección de acumulación típica comprende de 2 a 10 bloques de amasado, muchas veces terminados por un tipo de transporte reverso del elemento de amasado. Para la mezcla en un agente de separación por arrastre, se pueden ser aplicar elementos de tipo dentado o elementos de tornillo con ranuras.

- 5 Preferentemente se aplican discos excéntricos en la última sección de la extrusora, en la que el producto P es muy viscoso y esencialmente libre de compuestos volátiles.

Para extrusoras de rodillos planetarios, los elementos de amasado son rodillos con forma de dientes o se prefieren rodillos con ranuras y espacios libres.

- 10 En general, la unidad de extrusión puede comprender una o más secciones de transporte y una o más secciones de acumulación, por lo que el número solo está limitado por las restricciones de construcción. Un número típico de secciones de transporte y secciones de acumulación es de 1 a 30, preferentemente de 2 a 20 y más preferentemente de 3 a 15.

- 15 La última sección de acumulación 20 normalmente está diseñada para formar un tapón de producto a la salida de la extrusora, evitando de ese modo que el aire circundante entre en la extrusora. Mientras pasa de la sección de transporte 16 y la sección de acumulación 20 a la sección de salida 22, el fluido L concentrado y recalentado experimenta una transición de fluido L concentrado y recalentado que fluye libremente al producto P, que normalmente tiene una apariencia granulosa.

- 20 La sección de salida 22 normalmente comprende medios para permitir que el producto salga de la extrusora y, opcional, pero preferentemente equipo de procesamiento del producto. Ejemplos del equipo de procesamiento del producto adecuado incluyen combinaciones de placas de matriz y cortadores; placas de matriz y medios de peletización bajo el agua; medios para la formación de gránulo tipo elementos de tornillo con dientes y agujeros; turbuladores que pueden estar diseñados como cilindros con agujeros en los mismos, por lo que el producto se comprime desde el exterior hacia el interior del cilindro, y con lo que una cuchilla giratoria en el interior del cilindro corta el producto en trozos; cuchillas fijas colocadas en la placa del extremo de la extrusora, con lo que la rotación del tornillo provoca la acción de corte, que preferentemente se aplica cuando se trabaja con extrusoras de doble tornillo en co-rotación, extrusoras de un solo tornillo y extrusoras de rodillos planetarios.

- 25 Para reducir la tensión mecánica y térmica sobre el producto, en una realización preferida de la invención, el equipo de procesamiento de producto se combina con medios de refrigeración.

- 35 El medio de refrigeración comprende cualquier medio que permita la extracción del calor del producto. Ejemplos de medios de refrigeración incluyen transportadores de gránulo neumáticos con refrigeración con aire por convección, transportadores de gránulo por vibración con refrigeración con aire por convección, transportador de gránulo por vibración con superficies enfriadas por contacto, cinta transportadora con refrigeración con aire por convección, cinta transportadora con cintas de refrigeración, pulverización de agua sobre los gránulos calientes a la salida de la extrusora y medios de peletización bajo el agua como ya se ha mencionado, con lo que el agua sirve como el refrigerante.

- 40 A continuación el producto P se puede procesar adicionalmente para el embalaje y envío final. El caucho de (halo)butilo, por ejemplo, se enfría a una temperatura de o por debajo de 60 °C, se conforma en balas, por ejemplo, mediante una prensa hidráulica, y a continuación se empaqueta en cajas o cajones para su envío.

- 45 En general, una mayor velocidad de alimentación del fluido L concentrado y recalentado en el punto de alimentación 12 requiere el correspondiente aumento en la velocidad del tornillo de la extrusora. Por otra parte, la velocidad del tornillo determina el tiempo de residencia del fluido L. De este modo, normalmente la velocidad del tornillo, la velocidad de alimentación y el diámetro de la extrusora son interdependientes. Normalmente, la extrusora se hace funcionar de tal manera que el rendimiento adimensional $V/n \cdot d^3$, en la que V indica el caudal volumétrico, n la velocidad del tornillo expresada en revoluciones por minuto y d el diámetro efectivo de la extrusora se ajusta de 0,01 aproximadamente a 0,2 aproximadamente, preferentemente de 0,015 aproximadamente a 0,1 aproximadamente. Los caudales de alimentación y las velocidades del tornillo de la extrusora máximos y mínimos están determinados, por ejemplo, por el tamaño de la extrusora, las propiedades físicas del producto de caucho sintético contenidos en el fluido L y los valores objetivo del resto de los compuestos volátiles. Sin embargo, teniendo en cuenta estas propiedades el experto en la materia puede determinar los parámetros de funcionamiento mediante algunos experimentos iniciales.

- 60 En una realización de la invención, la extrusora se hace funcionar a un caudal de alimentación de 5 a 25.000, preferentemente de 5 a 10.000 kilogramos por hora.

- 65 En general, la desgasificación en la extrusora se puede facilitar con la adición de un agente de separación por arrastre que se retira junto con otros compuestos volátiles. A pesar de que el agente de separación por arrastre se puede añadir en cualquier lugar de la unidad de extrusión, se prefiere la adición en una o más secciones de acumulación. En una realización más preferida se añade un agente de separación por arrastre en una o más

secciones de acumulación, excepto la última (20).

Los agentes de separación por arrastre adecuados son sustancias inertes al fluido (L) concentrado y recalentado y/o al producto (P) y tienen una presión de vapor superior a 100 hPa a 100 °C.

5 En el contexto de la invención, el término "inerte" significa que el agente de separación por arrastre no reacciona o prácticamente no reacciona con los polímeros contenidos en el fluido (L) concentrado y recalentado y/o el producto (P). Los agentes de separación por arrastre adecuados son nitrógeno, dióxido de carbono, gases nobles, propano, butano, agua o una mezcla de las sustancias mencionadas anteriormente. La cantidad de agente de separación por
10 arrastre puede ser del 0,0001 al 10, preferentemente del 0,001 al 5 y más preferentemente del 0,1 al 2 % en peso basado en la cantidad del producto polimérico obtenido en la sección de salida.

La invención se refiere además a un dispositivo adecuado para llevar a cabo el proceso según la invención. Por lo tanto la invención también abarca un dispositivo que comprende al menos

- 15 • una unidad de concentración que comprende un calentador (2) en comunicación con un recipiente de desgasificación (4), con lo que un fondo del recipiente de desgasificación (4) está en comunicación con una bomba (4.2), la parte superior del recipiente de desgasificación (4) está en comunicación con al menos una línea de vapor (4.1)
- 20 • una unidad de calentamiento (6) en comunicación con la bomba (4.2) de la unidad de concentración, un punto de alimentación (12) en una unidad de extrusión, y un punto de alimentación en una unidad amasadora
- 25 • una unidad amasadora que comprende al menos un punto de alimentación y una sección de salida
- una unidad de extrusión 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), con lo que la sección de desgasificación de la extrusora (16) además comprende al menos un orificio de ventilación (15) conectado a una línea de vapor (15.1).

30 En el contexto de esta invención, la expresión "en comunicación" incluye conexiones directas o indirectas mediante las cuales se pueden llevar a cabo conexiones indirectas, por ejemplo, a través de tubos o tuberías. El término "en comunicación" incluye, además, la opción de que entre las unidades o medios de comunicación se dispongan otras unidades o medios.

35 Otra realización de la invención se muestra en la Fig. 2. La Fig. 2 muestra otro diagrama de flujo y un dispositivo adecuado para la realización del proceso según la invención que comprende una unidad concentradora con una bomba 1, un calentador 2, un recipiente de desgasificación 4, una línea de vapor 4.1 y una bomba 4.2, una unidad de recalentamiento que comprende un calentador 6 y una unidad de extrusión que comprende dos secciones de
40 desgasificación de la extrusora que tiene dos secciones de transporte 16A y 16B cada una conectada a un orificio de ventilación 15A y 15B y una línea de vapor 15.1A y 15.1B, dos secciones de acumulación 18 y 20 que terminan las secciones de transporte 16A y 16B y una sección de una salida 22. Además de esa unidad de extrusión adicionalmente comprende un alimentador secundario 24.

45 En general, la unidad de extrusión puede comprender uno o más alimentadores secundarios, que se pueden colocar en cualquier lugar en la extrusora, preferentemente muy próxima al punto de alimentación o la sección de salida 22. Los alimentadores secundarios son adecuados para la adición de aditivos al polímero.

50 Ejemplos de aditivos, en particular para productos de caucho de butadieno incluyen agentes estabilizantes, eliminadores de ácidos, como ESBO (aceite de soja epoxidado), estearatos tales como estearatos de calcio, antioxidantes, aceites diluyentes y similares. Ejemplos de antioxidantes adecuados incluyen fenoles estéricamente impedidos como butilhidroxitoluenos y sus derivados como Irganox 1010, 1076 y 1520, aminas, mercaptobencimidazoles, ciertos fosfitos y similares.

55 Como alternativa o además de eso, también se pueden haber añadido ya aditivos al fluido F o, en la medida en que sean líquidos, junto con el agente de separación por arrastre.

60 En una realización preferida de la invención la etapa a) se repite al menos una vez, preferentemente una vez o dos veces. La ventaja de repetir la etapa a) es que el consumo total de energía para producir el fluido H concentrado se puede reducir significativamente debido a que la optimización de los parámetros operativos es más fácil para cada unidad de concentración. La repetición de la etapa a) preferentemente se realiza mediante la conexión en serie del respectivo número de unidades de concentración.

65 Un ejemplo de esta realización se muestra en la Fig. 4. La Fig. 4 muestra otro diagrama de flujo y el dispositivo adecuado para la realización del proceso según la invención que comprende una unidad concentradora de dos etapas con una bomba 1, una primera unidad concentradora comprende el calentador 2A, el recipiente de

desgasificación 4A equipado con una línea de vapor 4.1A y una bomba 4.2A, una segunda unidad concentradora que comprende el calentador 2B, el recipiente de desgasificación 4B equipado con una línea de vapor 4.1B y una bomba 4.2B, una unidad de recalentamiento que comprende un calentador 6 y una unidad de extrusión que comprende dos secciones de desgasificación de la extrusora que tiene dos secciones de transporte 16A y 16B cada una conectada a un orificio de ventilación 15A y 15B y una línea de vapor 15.1A y 15.1B, dos secciones de acumulación 18 y 20 que terminan las secciones de transporte 16A y 16B y una sección de salida 22. El fluido G calentado se somete a la primera etapa de concentración, obteniendo de esta manera el fluido J pre-concentrado, que a continuación se vuelve a calentar con el calentador 2B para obtener el fluido K recalentado pre-concentrado, que a continuación se somete a la segunda etapa de concentración, con lo que se obtiene el fluido H concentrado. El fluido H concentrado a continuación se procesa adicionalmente como se ha descrito anteriormente.

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

Los dispositivos de regulación de la presión pueden ser activos o pasivos, por lo que se prefieren los dispositivos de regulación de la presión activos. Ejemplos de dispositivos de regulación de la presión activos incluyen válvulas de control como una válvula de liberación de presión; ejemplos de dispositivos de regulación de la presión pasivos incluyen boquillas y placas de matriz o de orificio. Las válvulas adecuadas se pueden seleccionar entre válvulas de bola, de pistón, de compuerta o de aguja.

En caso de un dispositivo pasivo de control de presión, se prefiere calcular un orificio que provoque una cierta caída de presión. El cálculo se basa en la viscosidad del fluido en ese punto y en el rendimiento. Cualquier experto en la materia puede realizar este cálculo.

Los dispositivos activos de control de presión normalmente se controlan con una medición de la presión aguas arriba del dispositivo. Por ejemplo, la presión se mide y se compara con el punto de ajuste. A continuación se ajusta el dispositivo de control de presión de acuerdo con la compensación reconocida.

Como alternativa, en lugar de la presión absoluta aguas arriba del dispositivo de control de presión se mide la caída de presión a través del dispositivo. La posición de la válvula se ajusta manual, eléctrica, neumática o hidráulicamente. El control de la posición de la válvula, es decir, el ajuste a la presión del punto de ajuste, por ejemplo, se puede realizar de forma manual o con cualquier sistema de control de proceso automático.

En la Fig. 3 se muestra una realización adicional de la invención que tiene dispositivos de control de presión adicionales que son distintos de los dispositivos de control de presión muy similares a la Fig. 2. La presión del fluido G calentado se controla con el dispositivo de control de presión 3, y la presión del fluido L concentrado y recalentado que entra en la extrusora se controla con el dispositivo de control de presión 7.

En una realización preferida de la invención se inyecta el fluido (L) concentrado y recalentado en la primera sección de desgasificación de la extrusora de la unidad de extrusión, por lo que la primera sección de desgasificación de la extrusora comprende uno o más orificios de ventilación traseros en dirección aguas arriba cada uno conectado a una línea de vapor.

La ventaja de los orificios de ventilación traseros es que los compuestos volátiles presentes en el fluido L concentrado y recalentado se someten a evaporación súbita y rápida, efectuando de este modo la separación al menos parcial del producto de caucho sintético y de los compuestos volátiles, con los vapores que emergen a través de los respiraderos traseros en dirección aguas arriba. En general se retira del 50 aproximadamente al 99 % en peso aproximadamente de los compuestos volátiles presentes en el fluido L a través de los orificios de ventilación aguas arriba.

En la Fig. 5 se muestra un ejemplo de esta realización. La Fig. 5 muestra otro diagrama de flujo y el dispositivo adecuado para la realización del proceso según la invención que comprende una unidad concentradora de una sola etapa con una bomba 1, una unidad concentradora que comprende el calentador 2, el recipiente de desgasificación 4 equipado con una línea de vapor 4.1 y una bomba 4.2, una unidad de recalentamiento que comprende un calentador 6 y una unidad de extrusión que comprende tres secciones de desgasificación de la extrusora, por lo que el punto de alimentación 12 se encuentra en la primera sección de desgasificación de la extrusora, que comprende una sección de transporte 16A, un orificio de ventilación trasero 13 conectado a una línea de vapor 13.1 en dirección aguas arriba y por lo que la unidad de extrusión además comprende dos secciones de desgasificación de la extrusora corriente abajo cada una que comprende una sección de transporte 16B y 16C, un orificio de ventilación, 15A y 15B, con lo que los orificios de ventilación 15A y 15B están conectados cada uno a una línea de vapor 15.1A y 15.1B, y en el que cada una de las secciones de transporte 16A, 16B y 16C termina en una sección de acumulación 18A, 18B y 20 y por lo que la unidad de extrusión además comprende una sección de salida 22. En general, las corrientes se procesan como se ha descrito anteriormente con la diferencia de que grandes cantidades de compuestos de fluido presentes en el fluido L concentrado y recalentado ya se han retirado a través del orificio de ventilación 13 y la línea de vapor 13.1 conectada a la misma.

Otro ejemplo de esta realización se muestra en la Fig. 6. La Fig. 6 muestra otro diagrama de flujo y el dispositivo adecuado para la realización del proceso según la invención que comprende una unidad concentradora de una sola etapa con una bomba 1, una unidad concentradora que comprende un dispositivo de control de la presión 3, un calentador 2, un recipiente de desgasificación 4 equipado con una línea de vapor 4.1 y una bomba 4.2, una unidad de recalentamiento que comprende un calentador 6 y una unidad de extrusión que comprende un dispositivo de control de presión 7 aguas arriba del punto de alimentación 12 de la extrusora, cuatro secciones de desgasificación de la extrusora, por lo que el punto de alimentación 12 se encuentra en la primera sección de desgasificación de la extrusora, con lo que la primera sección de desgasificación de la extrusora comprende una sección de transporte 16A, un orificio de ventilación trasero 13 conectado a una línea de vapor 13.1 en dirección aguas arriba y en el que la unidad de extrusión además comprende tres secciones de desgasificación de la extrusora corriente abajo cada una que comprende una sección de transporte, 16B, 16C y 16D, un orificio de ventilación, 15A, 15B y 15C, con lo que los orificios de ventilación 15A, 15B y 15C están conectados cada uno a una línea de vapor 15.1A, 15.1B y 15C, y en el que cada una de las secciones de transporte 16A, 16B, 16C y 16D termina con una sección de acumulación 18A, 18B, 18C y 20 y en el que la unidad de extrusión además comprende una sección de salida 22. En general, las corrientes se procesan como se ha descrito anteriormente.

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

Dependiendo de la fuente de fluido F además puede contener compuestos hidrófilos que se deben retirar hasta cierto grado para poder cumplir con las especificaciones de los productos deseados.

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

Se comprobó que de manera ventajosa se puede conseguir una reducción significativa de los compuestos hidrófilos restantes o del agua o de ambos preparando el fluido F en un proceso de eliminación de compuestos hidrófilos y opcionalmente agua de un fluido A en 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 de antes de la etapa a) tratar el fluido (A) en bruto en al menos una unidad de pre-lavado que comprende al menos un aparato de separación (26), con lo que el fluido (A) se mezcla con agua para obtener una fase orgánica (28) que comprende principalmente polímeros no volátiles y compuestos orgánicos volátiles y una fase acuosa (27) que comprende principalmente agua y compuestos hidrófilos, y con lo que la fase orgánica (28) se separa de la fase acuosa (27) en un aparato de separación (26) y se usa posteriormente como fluido F y en el que al menos una parte de la fase acuosa (27) se retira del aparato de separación (fluido C).

En el contexto de esta invención, el término "compuestos hidrófilos" indica compuestos volátiles y no volátiles al menos parcialmente solubles en agua. Los ejemplos incluyen sales inorgánicas y, en particular residuos de catalizadores empleados para la reacción de polimerización como por ejemplo sales de aluminio, de hierro u otras sales de metales de transición o haluros resultantes de reacciones de halogenación y neutralizaciones.

Realizaciones ejemplares de la etapa antes de la etapa 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 Fig. 8. En la etapa antes de la etapa a) el fluido A contiene al menos un polímero no volátil, al menos un compuesto volátil y al menos un compuesto hidrófilo se transfiere al aparato de separación 26, donde se mezcla con agua. Tras la mezcla con agua se obtienen una fase orgánica 28 y una fase acuosa 27. La fase orgánica 28 se retira del aparato de separación 26 y se usa posteriormente como fluido F, la fase acuosa 27 se retira al menos parcialmente del aparato de separación 26 como fluido C, que se desecha.

Una realización mejorada de la etapa de pre-lavado se muestra en la Fig. 9. En la etapa antes de la etapa a) el fluido A en bruto que contiene al menos un polímero no volátil, al menos un compuesto volátil y al menos un compuesto hidrófilo se introduce 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 hacia una sección de sedimentación, donde la mezcla se separa en una fase acuosa 27 y una fase orgánica 28, con lo que la separación se facilita mediante un aglutinador 39. Una parte de la fase acuosa 27 se retira del aparato de separación 26 como fluido C, que normalmente se desecha, con el resto que se enriquece con agua fresca E y se recicla a través de la línea de recirculación 38 por la acción de la bomba de recirculación 36 de vuelta a la sección de mezcla 30. La fase orgánica 28 se retira y se somete al proceso posterior de acuerdo con las etapas a) a c) como fluido F.

En general, el aglutinador de la etapa de pre-lavado es beneficioso, pero no es obligatorio. Esto ayuda a recoger y coalescer las gotas y las guía a la interfase que normalmente produce tiempos de residencia más cortos. Los ejemplos de aglutinadores adecuados incluyen rellenos estructurados o no estructurados. Los rellenos estructurados son, por ejemplo, placas planas, paletas planas, paletas en forma de teja y paletas con agujeros en dirección vertical. Las paletas o placas pueden situarse rectangulares o paralelas a la dirección del flujo principal o con una pendiente. Los rellenos no estructurados son, por ejemplo, malla de alambre, rellenos fabricados de anillos, esferas, cilindros, geometrías de forma irregular y placas distribuidoras como cables que tienen agujeros o ranuras, placas verticales que cubren una parte de la trayectoria del flujo principal. Los rellenos pueden estar fabricados de cualquier material técnicamente factible, por ejemplo, metales, vidrio, cerámica, metales recubiertos, metales revestidos y materiales poliméricos, como por ejemplo PTFE, ETFE, polietileno (PE), polietereceton (PEEK), polipropileno (PP), poliamida (PA) y fluoruro de polivinilideno (PVDF).

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

Una realización mejorada y preferida de la etapa de pre-lavado se muestra en la Fig. 10. En la etapa antes de la etapa a) de esta doble etapa de prelavado, el fluido A que contiene al menos un polímero no volátil, al menos un compuesto volátil y al menos un compuesto hidrófilo se introduce en la sección de mezcla 30A de un primer aparato de separación 26A, que está equipado con un mezclador 32A y se hace pasar a través de la pared de separación 34A hacia una sección de sedimentación, donde la mezcla se separa en una fase acuosa 27A y una fase orgánica 28A, con lo cual la separación se facilita mediante un aglutinador 39A. Una parte de la fase acuosa 27A se retira del aparato de separación 26A como fluido C, que normalmente se desecha, y el resto se recicla a través de la línea de recirculación 38A por la acción de la bomba de recirculación 36A de vuelta a la sección de mezcla 30A. La fase orgánica 28A se retira y se introduce como fluido B a la sección de mezcla 30B de un segundo aparato de separación 26B, que también está equipado con un mezclador 32B y se hace pasar a través de la pared de separación 34B hacia una sección de sedimentación, donde la mezcla se separa en una fase acuosa 27B y una fase orgánica 28B, con lo que la separación se facilita mediante un aglutinador 39B. Una parte de la fase acuosa 27B se recicla a la sección de mezcla 30A del primer aparato de separación 26A como fluido D por la acción de la bomba de recirculación 40 y la línea de recirculación 42, con el resto que está enriquecido con agua fresca E y se recicla a través de la línea de recirculación 38B por la acción de la bomba de recirculación 36B de vuelta hacia la sección de mezcla 30B del segundo aparato de separación 26B. La fase orgánica 28 que sale del segundo aparato de separación 26B se somete al proceso posterior de acuerdo con las etapas a) a c) como fluido F. Una ventaja de esta etapa de pre-lavado en dos fases es que el fluido F está esencialmente libre de compuestos hidrófilos y la cantidad de agua residual se reduce debido al reciclaje, lo que se traduce en una mayor concentración de compuestos hidrófilos en el líquido C.

En una realización preferida de la invención la separación se realiza a temperaturas de más de 40 °C. El límite superior depende de la constitución del polímero y 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.

Dependiendo de la composición del fluido A y de los puntos de ebullición de sus componentes, el aparato de separación puede estar diseñado para trabajar a presión.

En general, la eficiencia de la etapa de pre-lavado aumenta con el aumento de la temperatura.

En otra realización de la invención, la fase orgánica 28 que sale del aparato de separación se puede pre-calentar para facilitar el flujo libre del fluido F. Este fin también se puede conseguir mediante un calentador, con lo que se prefieren los intercambiadores de calor, como se describe para el calentador 2 anteriormente.

Una realización mejorada y preferida adicional que tiene calentadores adicionales para el fluido A y el fluido F se muestra en la Fig. 11 que es distinta de los calentadores idénticos a la Fig. 10. El fluido A se calienta antes de entrar en el aparato de separación por el calentador 25, con la fase orgánica 28 que abandona el segundo aparato de separación 26B que se calienta por el calentador 44.

Además se comprobó que el rendimiento de la etapa antes de la etapa a) permite reducir significativamente el contenido de agua del fluido F en comparación con el fluido A, que contribuye a un consumo de energía significativamente más bajo para las etapas posteriores a) a c).

Una realización adicional de la invención se muestra en la Fig. 7. La Fig. 7 muestra un diagrama de flujo básico y un dispositivo adecuado para la realización del proceso que comprende las etapas antes de la etapa a) y a) a c).

En la etapa antes de la etapa a) el fluido A que contiene al menos un polímero no volátil, al menos un compuesto volátil y al menos un compuesto hidrófilo se introduce 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 hacia una sección de sedimentación, donde la mezcla se separa en una fase acuosa 27 y una fase orgánica 28, con lo que la separación se facilita mediante un aglutinador 39. Una parte de la fase acuosa 27 se retira del aparato de separación 26 como fluido C, que normalmente se desecha, y el resto se enriquece con agua fresca E y se recicla a través de la línea de recirculación 38 por la acción de la bomba de recirculación 36 de vuelta hacia la sección de mezcla 30. La fase orgánica 28 se retira como fluido F. En la etapa a) el fluido F se transfiere a través de la bomba 1 al calentador 2, con lo que se obtiene el fluido G calentado. El fluido G calentado se introduce en el recipiente de desgasificación 4. Los vapores que salen del fluido G calentado se separan y se retiran por una línea de vacío 4.1. Después de la desgasificación y la separación se obtiene un fluido H concentrado, que se retira del recipiente de desgasificación 4 por medio de una bomba 4.2.

En la etapa b), el fluido H concentrado obtenido en la etapa a) a continuación se hace pasar a través de una unidad de recalentamiento 6 para obtener un fluido L concentrado y recalentado. En la etapa c), el fluido L concentrado y recalentado obtenido en la etapa b) se hace pasar a una unidad de extrusión y se introduce en la sección de transporte 16 de la extrusora en el punto de alimentación 12. La sección de transporte 16 está abierta a un orificio de ventilación 15. En la sección de transporte 16, una parte del disolvente se evapora y se separa del fluido L concentrado y recalentado. Los vapores se retiran a través del orificio de ventilación 15 a través de la línea de vapor 15.1. La sección de transporte 16 termina en una sección de acumulación 20. Mientras pasa de la sección de transporte 16 y la sección de acumulación 20 a la sección de salida 22, el fluido L concentrado y recalentado experimenta una transición de fluido L concentrado y recalentado que fluye libremente al producto P.

La invención en particular es ventajosa en vista del consumo de energía y agua fresca. Los productos obtenidos están libres de compuestos volátiles.

Los números de referencia usados anteriormente se resumen a continuación:

1	bomba
2, 2A, 2B	calentador
3	dispositivo de control de presión
30 4, 4A, 4B	recipiente de desgasificación
4.1, 4.1A, 4.1B	línea de vapor
4.2, 4.2A, 4.2B	bomba
6	unidad de recalentamiento
7	dispositivo de control de presión
35 12	punto de alimentación
13	orificio de ventilación trasera (aguas arriba)
13.1	línea de vapor
15, 15A, 15B, 15C	orificio de ventilación (aguas abajo)
15.1, 15.1A, 15.1B, 15.1C	línea de vapor
40 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
45 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
50 34, 34A, 34B	pared de separación
36, 36A, 36B	bomba de recirculación
38, 38A, 38B	línea de recirculación
39, 39A, 39B	aglutinador
40	bomba de recirculación
55 42	línea de recirculación
44	calentador
A	fluido en bruto A
C	aguas residuales
D	fase acuosa para el reciclaje
60 E	agua fresca
F	fluido F
G	fluido H calentado
H	fluido H concentrado
J	fluido J pre-concentrado
65 K	fluido K pre-concentrado y recalentado
L	fluido L concentrado y recalentado

P

producto

REIVINDICACIONES

1. Proceso de eliminación de 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 concentradora que comprende al menos un calentador (2), un recipiente de desgasificación (4) y una línea de vapor (4.1), en donde el fluido (F) se calienta, el fluido (G) calentado se introduce en un recipiente de desgasificación (4) en el que parte de los compuestos volátiles se retiran a través de la línea de vapor (4.1) para obtener un fluido (H) concentrado,
- 10 b) recalentar el fluido (H) concentrado de la etapa a) en al menos una unidad de recalentamiento (6) para obtener un fluido (L) concentrado y recalentado;
- 15 c) introducir el fluido (L) concentrado y recalentado de la etapa b) en al menos una unidad de extrusión que comprende al menos una sección de desgasificación de la extrusora que comprende al menos una sección de transporte (16), un orificio de ventilación (15) con una o más líneas de vapor (15.1), una sección de acumulación (20) y una sección de salida (22), en donde los compuestos volátiles se retiran a través de los orificios de ventilación (15) y las líneas de vapor (15.1);

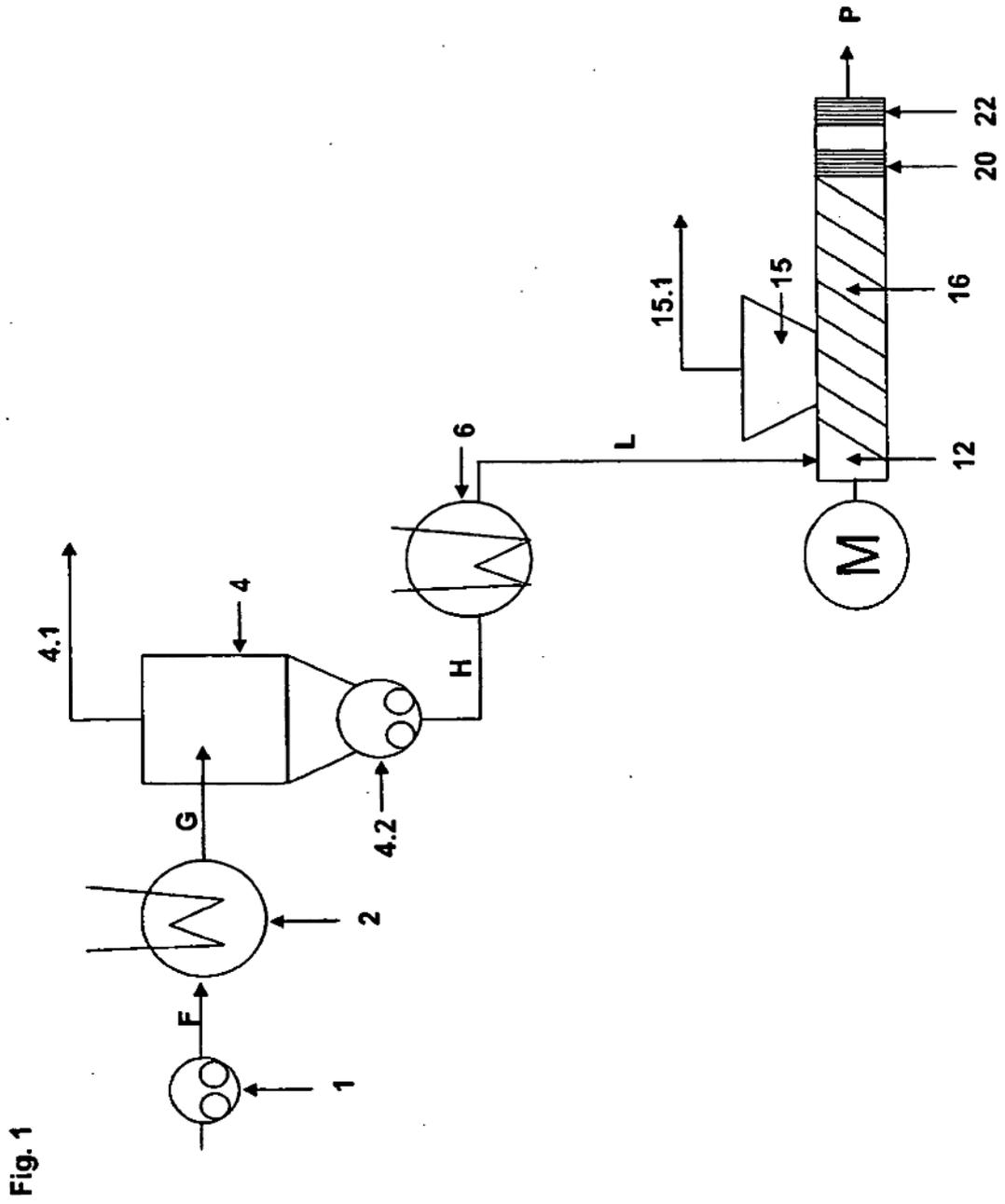
con lo que

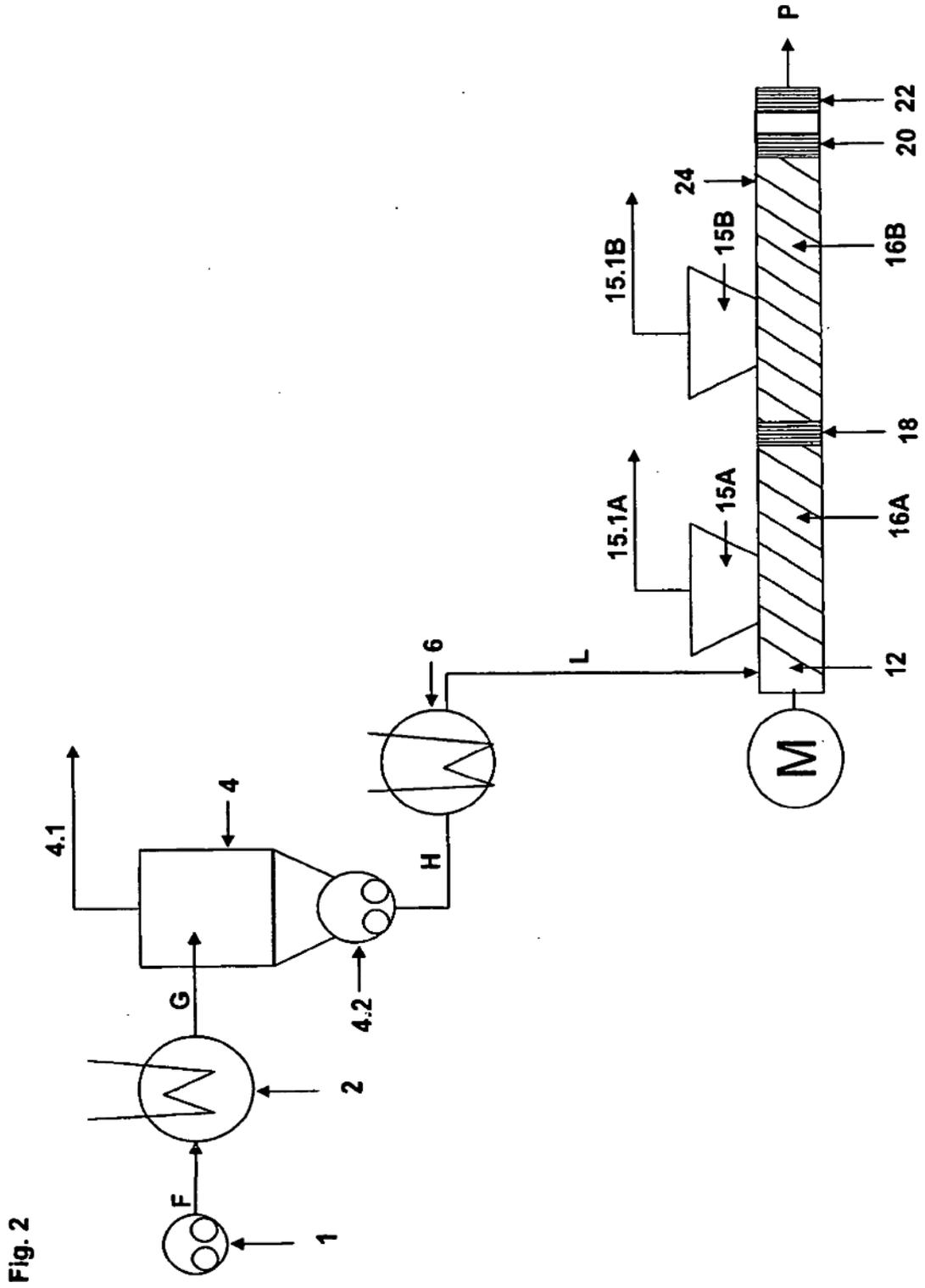
- 20 • los polímeros no volátiles son productos de caucho sintético, tales como cauchos de estireno-butadieno y caucho de butadieno catalizado con litio, caucho de butadieno catalizado con níquel, caucho de butadieno catalizado con titanio, caucho de butadieno catalizado con cobalto y caucho de butadieno catalizado con neodimio, y
- 25 • el fluido (L) concentrado y recalentado tiene una viscosidad en el intervalo de 500 a 50.000.000 mPa*s, preferentemente de 5000 a 30.000.000 mPa*s y más preferentemente de 10.000 mPa*s a 300.000 mPa*s
- al entrar en la sección de desgasificación de la extrusora, el producto (P) obtenido en la sección de salida (22) está esencialmente libre de compuestos volátiles.
- 30 2. El proceso de conformidad con la reivindicación 1, **caracterizado por que** la viscosidad del fluido (L) concentrado y recalentado está en el intervalo de 500 a 50.000.000 mPa*s.
3. El proceso de conformidad con las reivindicaciones 1 o 2, **caracterizado por que** el contenido de compuestos volátiles en el producto (P) es inferior al 1 % en peso basado en la masa del polímero.
- 35 4. El proceso de conformidad con las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado por que** el fluido (F) contiene del 3 al 50 % en peso de un polímero no volátil y del 60 al 97 % en peso de compuestos volátiles, sumando los componentes anteriormente mencionados del 90 al 100 % en peso de la masa total del fluido (F).
- 40 5. El proceso de conformidad con las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado por que** el fluido (F) que entra en el calentador (2) tiene una temperatura de 10 °C a 100 °C.
6. El proceso de conformidad con las reivindicaciones 1 a 5, **caracterizado por que** el fluido (F) que entra en el calentador (2) tiene una viscosidad de 100 mPa*s a 60.000 mPa*s.
- 45 7. El proceso de conformidad con las reivindicaciones 1 a 6, **caracterizado por que** el fluido G calentado tiene una temperatura de 100 a 200 °C.
8. El proceso de conformidad con las reivindicaciones 1 a 7, **caracterizado por que** la presión en el recipiente de desgasificación (4) está en el intervalo de 100 hPa a 4000 hPa.
- 50 9. El proceso de conformidad con las reivindicaciones 1 a 8, **caracterizado por que** el recipiente de desgasificación (4) está diseñado en forma de ciclón y al menos un fondo tiene forma toro esférica para facilitar la extracción del fluido (H) concentrado.
- 55 10. El proceso de conformidad con las reivindicaciones 1 a 9, **caracterizado por que** la bomba 4.2 se selecciona del grupo que consiste en bombas de tipo desplazamiento positivo, bombas de engranajes, bombas de pistón, bombas de membrana, bombas de tipo tornillo, bombas de tipo extrusor como extrusoras de contra-rotación o co-rotación de tornillo simple o de doble tornillo o bombas de tipo amasadora o sus combinaciones.
- 60 11. El proceso de conformidad con las reivindicaciones 1 a 10, **caracterizado por que** la temperatura del fluido (H) concentrado es menor que la del fluido (G) calentado y está en el intervalo de 15 a 100 °C.
- 65 12. El proceso de conformidad con las reivindicaciones 1 a 11, **caracterizado por que** la temperatura del fluido (L) concentrado y recalentado es mayor que la del fluido (H) concentrado y está en el intervalo de 50 °C a 200 °C.

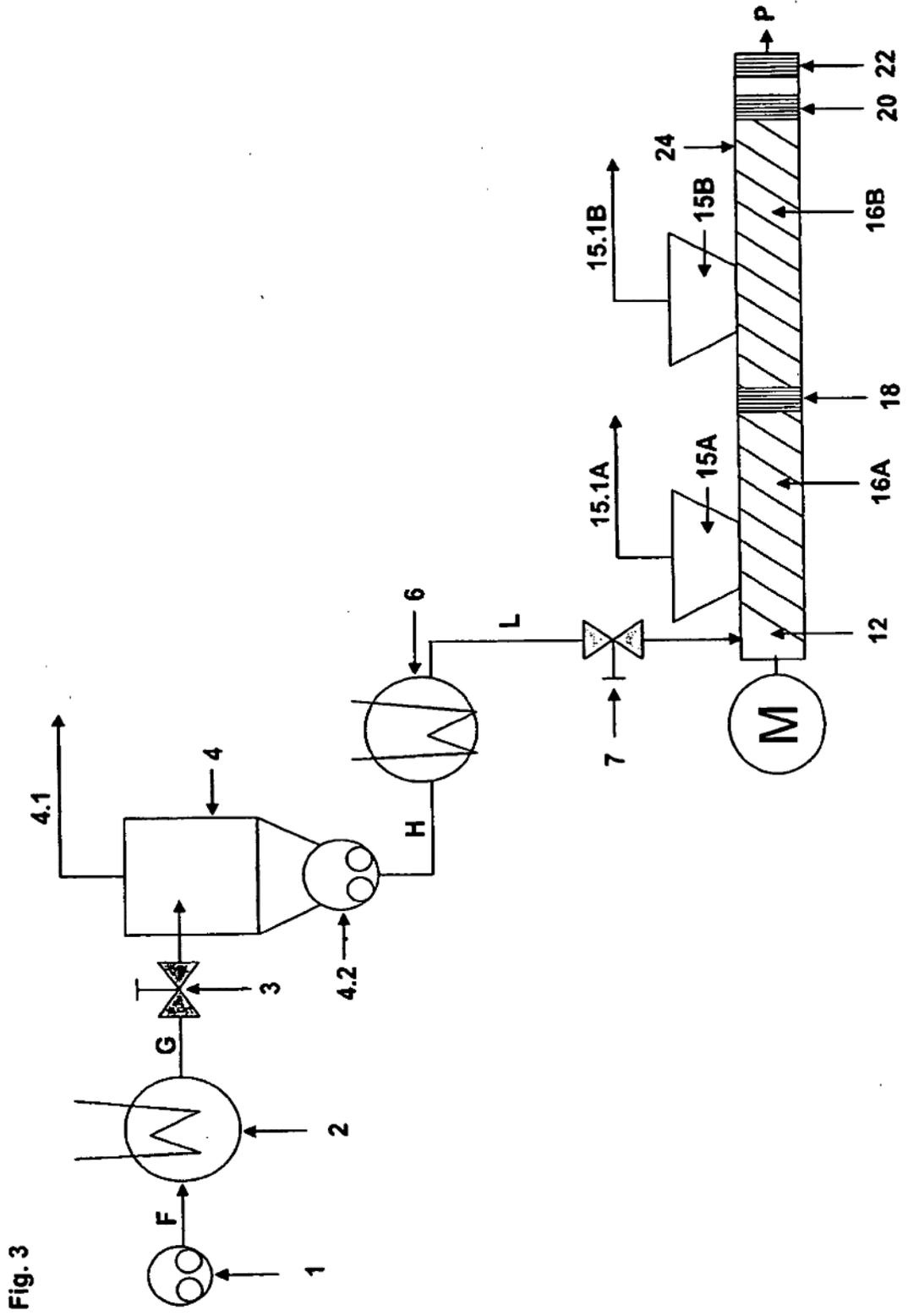
13. El proceso de conformidad con las reivindicaciones 1 a 24, **caracterizado por que** la unidad de extrusión comprende una extrusora seleccionada del grupo que consiste en extrusoras de un solo tornillo y de varios tornillos.
- 5 14. El proceso de conformidad con las reivindicaciones 1 a 13, **caracterizado por que** la unidad de extrusión comprende medios para operar zonas separadas de la extrusora independientemente entre sí a diferentes temperaturas de manera que las zonas se pueden calentar, pueden estar sin calentar o se pueden enfriar.
- 10 15. El proceso de conformidad con las reivindicaciones 1 a 14, **caracterizado por que** la extrusora está fabricada de un material seleccionado entre acero nitrurado, acero dúplex, acero inoxidable, aleaciones a base de níquel, materiales compuestos como metales sinterizados, materiales isostáticos prensados en caliente, materiales resistentes a un intenso desgaste como estelita, metales recubiertos con revestimientos fabricados de cerámica, nitruro de titanio, nitruro de cromo y carbono tipo diamante.
- 15 16. El proceso de conformidad con las reivindicaciones 1 a 15, **caracterizado por que** los orificios de ventilación (15) comprenden medios para impedir que el fluido (L) concentrado y recalentado o el producto (P) salgan de los orificios de ventilación.
- 20 17. El proceso de conformidad con las reivindicaciones 1 a 16, **caracterizado por que** la acumulación en las secciones de acumulación (18, 20) se lleva a cabo mediante elementos de amasado o estrangulamiento, discos alveolares o placas de matriz.
- 25 18. El proceso de conformidad con las reivindicaciones 1 a 17, **caracterizado por que** la unidad de extrusión comprende de 1 a 30 secciones de transporte y acumulación.
- 30 19. El proceso de conformidad con las reivindicaciones 1 a 18, **caracterizado por que** la sección de salida (22) comprende medios para permitir que el producto salga de la extrusora y del equipo de procesamiento del producto, en donde el equipo de procesamiento se selecciona del grupo que consiste en combinaciones de placas de matriz y cortadores; placas de matriz y medios de peletización bajo el agua; medios para la formación de gránulos, turbuladores y cuchillas fijas colocadas en el extremo de la placa de la extrusora.
- 35 20. El proceso de conformidad con las reivindicaciones 1 a 19, **caracterizado por que** la sección de salida (22) además comprende medios de refrigeración, en donde los medios de refrigeración se seleccionan del grupo que consiste en transportadores de gránulo neumáticos con refrigeración con aire por convección, transportadores de gránulo por vibración con refrigeración con aire por convección, transportador de gránulo por vibración con superficies enfriadas por contacto, cinta transportadora con refrigeración con aire por convección, cinta transportadora con cintas de refrigeración, pulverización de agua sobre los gránulos calientes a la salida de la extrusora y medios de peletización bajo el agua.
- 40 21. El proceso de conformidad con las reivindicaciones 1 a 20, **caracterizado por que** la unidad de extrusión se opera a un caudal de alimentación de 5 a 25.000 kilogramos por hora.
- 45 22. El proceso de conformidad con las reivindicaciones 1 a 21, **caracterizado por que** se añade un agente de separación por arrastre en la unidad de extrusión.
- 50 23. El proceso de conformidad con las reivindicaciones 1 a 22, **caracterizado por que** los aditivos se añaden al fluido (F) o en la unidad de extrusión mediante un alimentador secundario o, en la medida en que son líquidos, junto con un agente de separación por arrastre.
- 55 24. El proceso de conformidad con las reivindicaciones 1 a 23, **caracterizado por que** la etapa a) se repite al menos una vez.
- 60 25. El proceso de conformidad con la reivindicación 24, **caracterizado por que** la repetición se lleva a cabo conectando en serie el número respectivo de unidades de concentración.
- 65 26. El proceso de conformidad con las reivindicaciones 1 a 25, **caracterizado por que** la presión en la unidad de concentración, la unidad de recalentamiento o la unidad de extrusión está equipada con uno o más dispositivos de regulación de la presión.
27. El proceso de conformidad con las reivindicaciones 1 a 26, **caracterizado por que** la unidad de extrusión comprende al menos una sección de desgasificación de la extrusora en dirección aguas arriba.
28. El proceso de conformidad con las reivindicaciones 1 a 27, **caracterizado por que** el fluido (F) se obtiene por un proceso de eliminación de compuestos hidrófilos y opcionalmente agua de un fluido (A) en 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 de antes de la etapa a) tratar el fluido (A) en bruto en al menos una unidad de pre-lavado que comprende al menos un

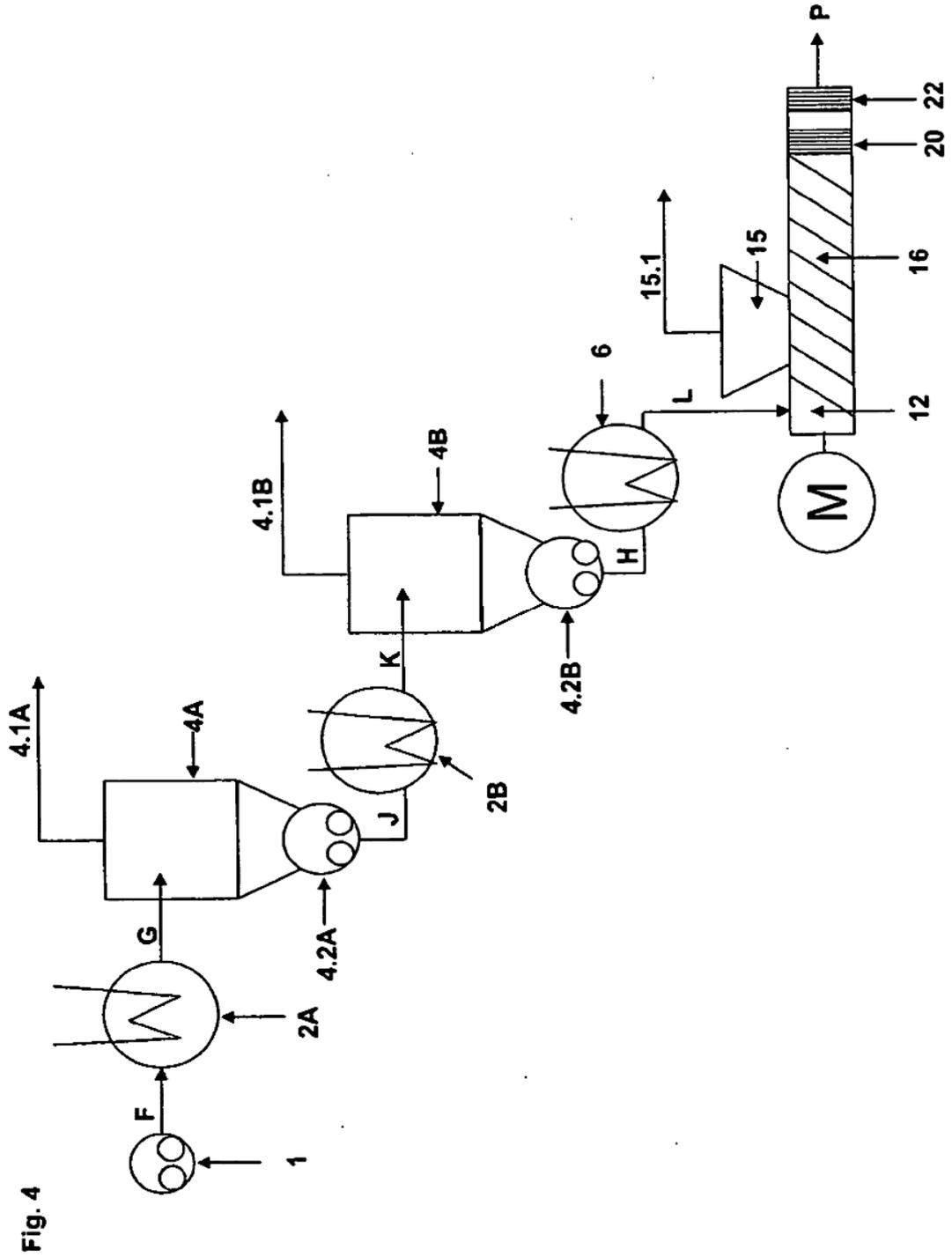
- aparato de separación (26), en donde el fluido (A) se mezcla con agua para obtener una fase orgánica (28) que comprende principalmente polímeros no volátiles y compuestos orgánicos volátiles y una fase acuosa (27) que comprende principalmente agua y compuestos hidrófilos, y en donde fase orgánica (28) se separa de la fase acuosa (27) en un aparato de separación (26) y se usa posteriormente como fluido F y en donde al menos una parte de la fase acuosa (27) se retira del aparato de separación (fluido C).
29. El proceso de conformidad con la reivindicación 28, **caracterizado por que** la separación se facilita mediante un aglutinador (39).
30. El proceso de conformidad con las reivindicaciones 28 o 29, **caracterizado por que** la etapa antes de la etapa a) se repite al menos una vez.
31. El proceso de conformidad con la reivindicación 30, **caracterizado por que** la repetición se lleva a cabo mediante la conexión en serie del respectivo número de aparatos de separación (26).
32. El proceso de conformidad con las reivindicaciones 28 a 31, **caracterizado por que** la separación se realiza a temperaturas de más de 40 °C.
33. Dispositivo que comprende al menos
- una unidad de concentración que comprende un calentador (2) en comunicación con un recipiente de desgasificación (4), en donde el fondo del recipiente de desgasificación (4) está en comunicación con una bomba (4.2), la parte superior del recipiente de desgasificación (4) está en comunicación con al menos una línea de vapor (4.1)
 - una unidad de calentamiento (6) en comunicación con la bomba (4.2) de la unidad de concentración, un punto de alimentación (12) en una unidad de extrusión y un punto de alimentación en una unidad amasadora
 - una unidad amasadora que comprende al menos un punto de alimentación y una sección de salida
 - una unidad de extrusión 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), en donde la sección de desgasificación de la extrusora (16) además comprende al menos un orificio de ventilación (15) conectado a una línea de vapor (15.1).
34. Dispositivo de conformidad con la reivindicación 33 **caracterizado por que** la bomba (4.2) se selecciona del grupo que consiste en bombas de tipo desplazamiento positivo, bombas de engranajes, bombas de pistón, bombas de membrana, bombas de tipo tornillo, bombas de tipo extrusor como extrusoras de contra-rotación o co-rotación de tornillo simple o de doble tornillo o bombas de tipo amasadora o sus combinaciones.
35. Dispositivo de conformidad con las reivindicaciones 33 o 34, **caracterizado por que** la unidad de extrusión comprende una extrusora seleccionada del grupo que consiste en extrusoras de un solo tornillo y de varios tornillos.
36. Dispositivo de conformidad con las reivindicaciones 33 a 35, **caracterizado por que** la unidad de extrusión comprende una extrusora de doble tornillo, una extrusora de anillo o una extrusora de rodillos planetarios.
37. Dispositivo de conformidad con las reivindicaciones 33 a 36, **caracterizado por que** la sección de acumulación (20) comprende elementos de amasado o de estrangulamiento, discos alveolares o placas de matriz.
38. Dispositivo de conformidad con las reivindicaciones 33 a 37, **caracterizado por que** la sección de salida (22) comprende un equipo de procesamiento de producto seleccionado del grupo que consiste en combinaciones de placas de matriz y cortadores; placas de matriz y medios de peletización bajo el agua; medios para la formación de gránulos, turbuladores y cuchillas fijas colocadas en el extremo de la placa de la extrusora.
39. Dispositivo de conformidad con las reivindicaciones 33 a 38, **caracterizado por que** la sección de salida (22) comprende medios de refrigeración.
40. Dispositivo de conformidad con las reivindicaciones 33 a 39, **caracterizado por que** está diseñado para permitir el funcionamiento con una velocidad de alimentación de 5 a 25.000 kilogramos por hora.
41. Dispositivo de conformidad con las reivindicaciones 33 a 40, **caracterizado por que** la unidad de extrusión está diseñada para permitir la adición de un agente de separación por arrastre.
42. Dispositivo de conformidad con las reivindicaciones 33 a 41, **caracterizado por que** la unidad de extrusión comprende uno o más alimentadores secundarios.
43. Dispositivo de conformidad con las reivindicaciones 33 a 42, **caracterizado por que** comprende más de una unidad de concentración, estando las unidades de concentración conectadas en serie.

44. Dispositivo de conformidad con las reivindicaciones 33 a 43, **caracterizado por que** la unidad de concentración, la unidad de recalentamiento o la unidad de extrusión están equipadas con uno o más dispositivos de regulación de la presión.
- 5 45. Dispositivo de conformidad con las reivindicaciones 33 a 44, **caracterizado por que** la unidad de extrusión comprende más de una sección de desgasificación de la extrusora, en donde el punto de alimentación (12) se encuentra 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 orificio de ventilación trasero (13) conectado a una línea de vapor (13.1) en dirección aguas arriba.
- 10 46. Dispositivo de conformidad con las reivindicaciones 33 a 45, **caracterizado por que** además comprende una o más unidades de pre-lavado, comprendiendo cada una que al menos un aparato de separación (26) en comunicación con una o más de las unidades de concentración.
- 15 47. Dispositivo de conformidad con la reivindicación 46, **caracterizado por que** el aparato de separación (26) comprende al menos un mezclador (30).
- 20 48. Dispositivo de conformidad con las reivindicaciones 46 o 47, **caracterizado por que** el aparato de separación (26) comprende al menos un aglutinador (39).
- 25 49. Dispositivo de conformidad con las reivindicaciones 46 a 48, **caracterizado por que** el aparato de separación (26) comprende al menos una pared de separación (34).
- 30 50. Dispositivo de conformidad con las reivindicaciones 46 a 49, **caracterizado por que** el aparato de separación (26) está diseñado para funcionar a presión.
- 35 51. Dispositivo de conformidad con las reivindicaciones 46 a 50, **caracterizado por que** el recipiente de desgasificación (4) tiene al menos un fondo con forma toro esférica.
52. Uso de un dispositivo de conformidad con las reivindicaciones 33 a 51 o cualquiera de sus componentes en un proceso de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 38.
53. Planta que comprende al menos un dispositivo de acuerdo con las reivindicaciones 33 a 51.









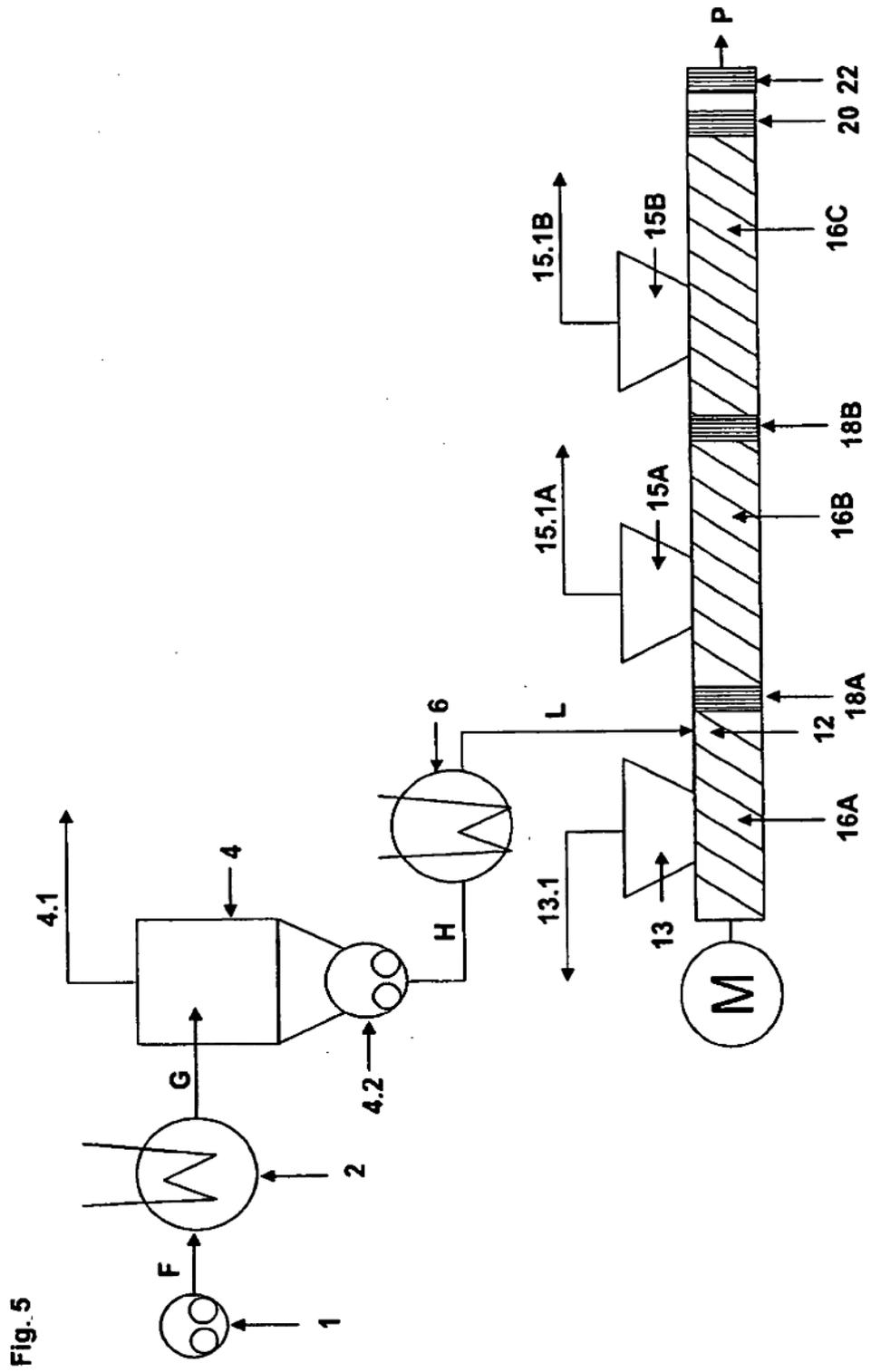


Fig. 6

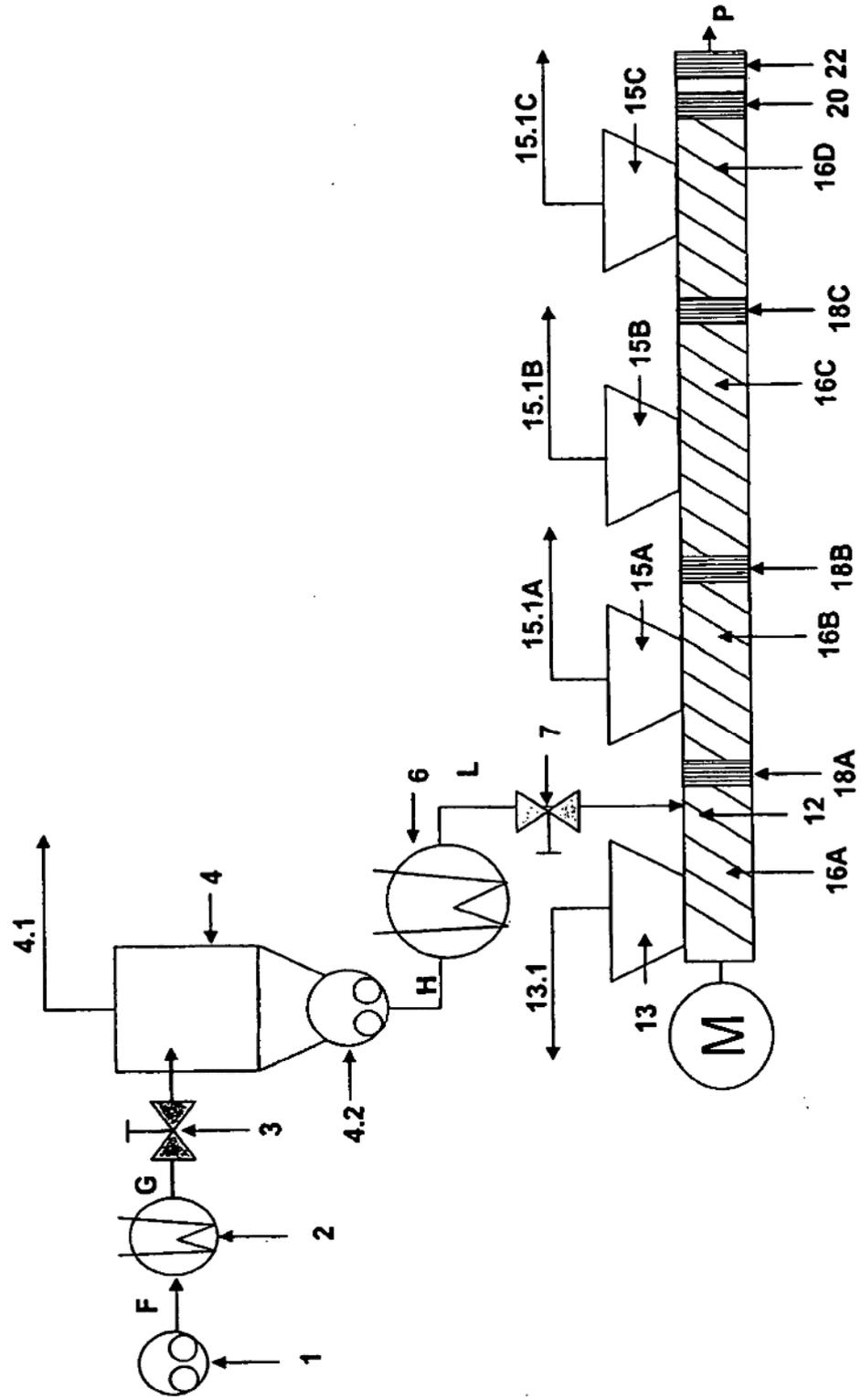


Fig. 7

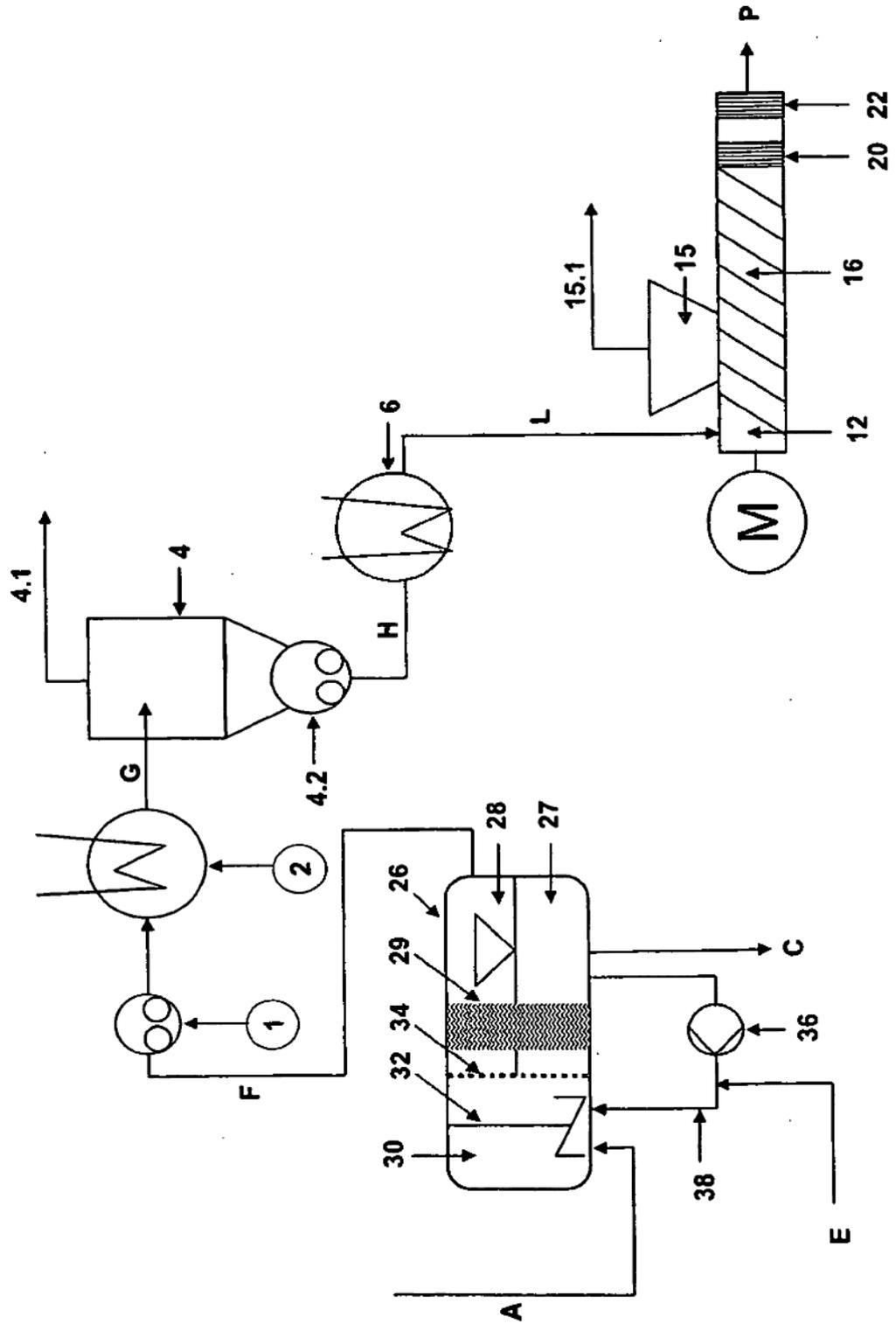


Fig. 8

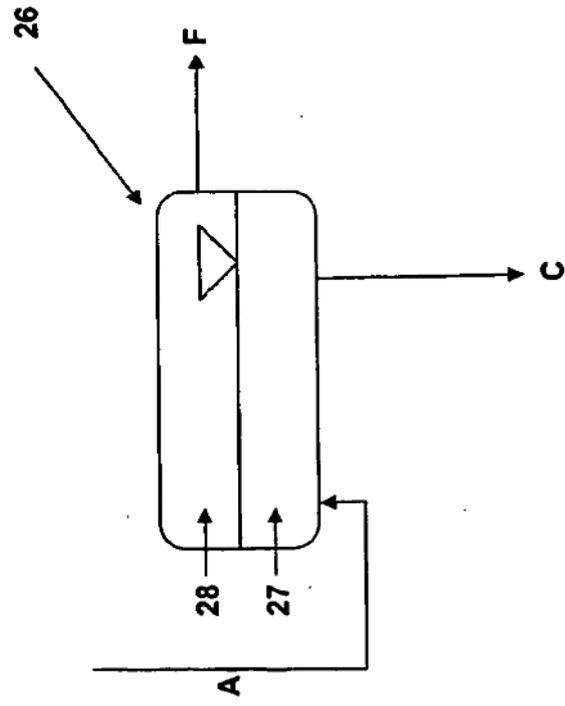
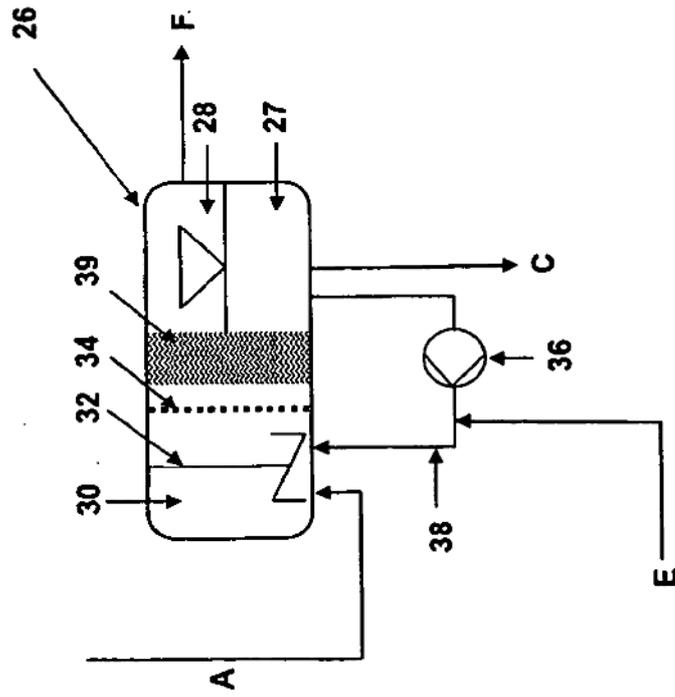


Fig. 9



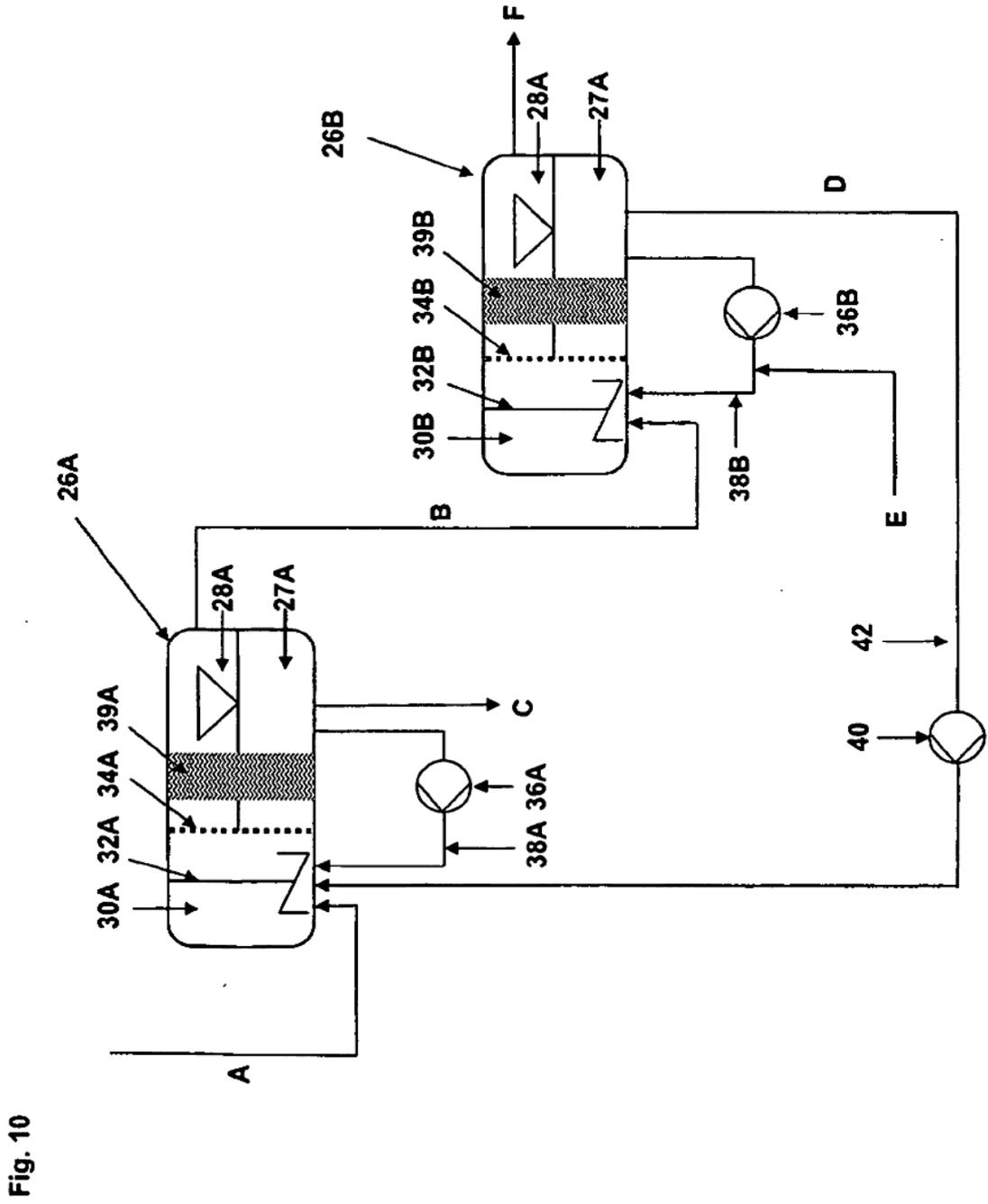


Fig. 10

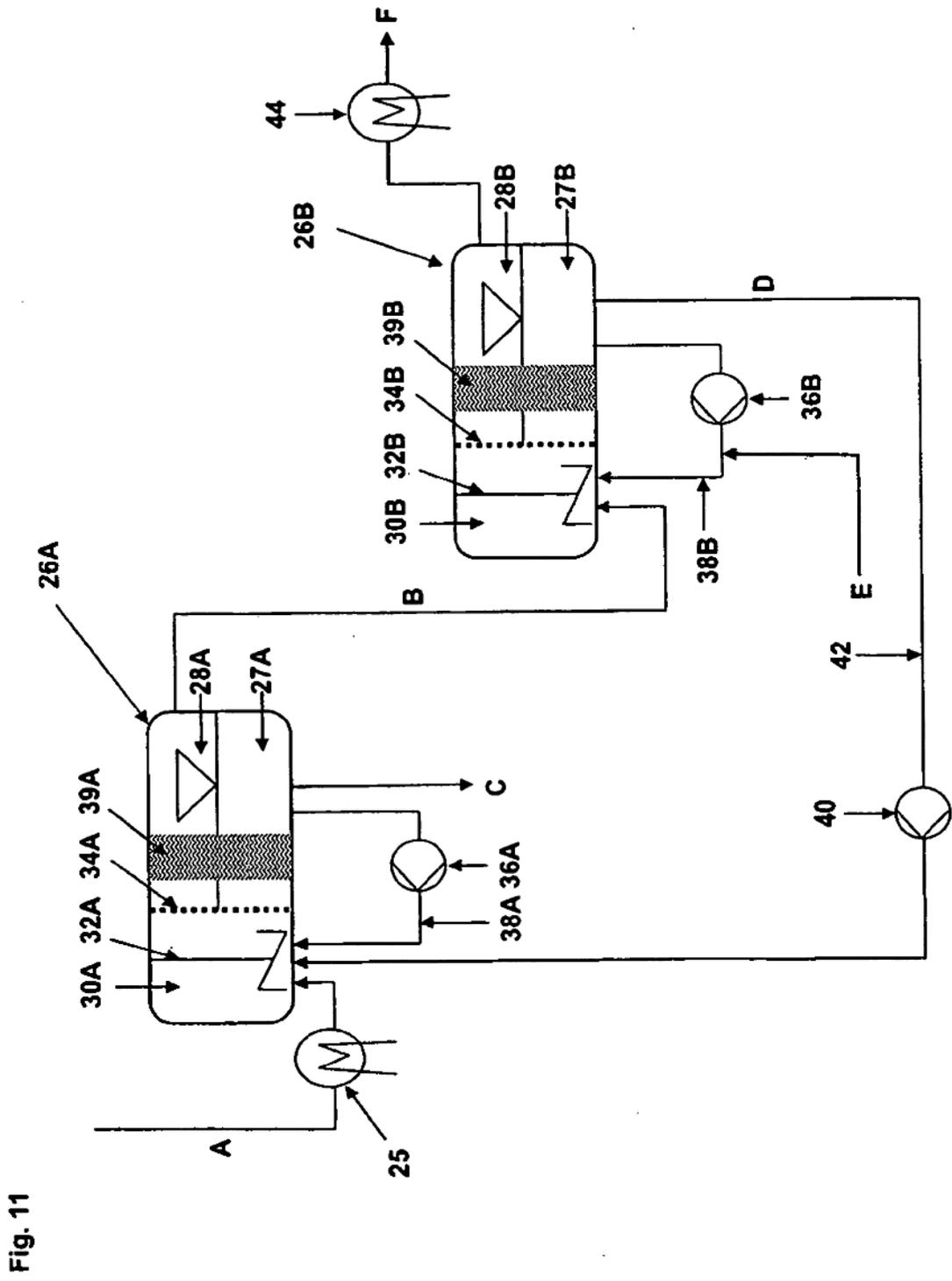


Fig. 11