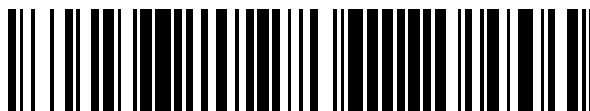


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 627 727**

51 Int. Cl.:

C08G 63/90 (2006.01)

C08L 63/08 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **02.05.2008** **PCT/EP2008/055408**

87 Fecha y número de publicación internacional: **13.11.2008** **WO08135523**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **02.05.2008** **E 08749980 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **22.03.2017** **EP 2147036**

54 Título: **Procedimiento y dispositivo para la purificación de un poliéster reabsorbible**

30 Prioridad:

04.05.2007 DE 102007020951

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

31.07.2017

73 Titular/es:

EVONIK RÖHM GMBH (100.0%)

Kirschenallee

64293 Darmstadt, DE

72 Inventor/es:

**ENDERLE, ANJA y
SCHMITT, MANFRED**

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 627 727 T3

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

DESCRIPCIÓN

Procedimiento y dispositivo para la purificación de un poliéster reabsorbible

- 5 La invención se refiere a un procedimiento para la purificación de un poliéster reabsorbible, en el que el polímero se disuelve en un primer disolvente y a continuación se pone la disolución de polímero en contacto estrecho con un segundo disolvente bajo la acción de altas fuerzas de cizallamiento en un campo de cizallamiento turbulento, representando el primer disolvente un "verdadero" disolvente y representando el segundo disolvente un no disolvente para el poliéster reabsorbible y siendo miscible de manera ilimitada con el primer disolvente.
- 10 Además, la invención también se refiere a un poliéster reabsorbible, que se purifica según el procedimiento, y a su uso.
- 15 Además, la invención se refiere a un dispositivo de purificación para la purificación de un poliéster reabsorbible, que como componentes principales contiene un recipiente de disolución, en el que se disuelve el polímero en un primer disolvente, un dispositivo de separación para la separación de una masa de polímero húmeda a partir de una suspensión de polímero y un secador para secar la masa de polímero, y en el que el tamiz de cizalladura de tambor presenta un dispositivo de succión, en particular con una boquilla de succión, por encima del cuerpo de tamiz cilíndrico rotatorio en una cubierta de carcasa superior.
- 20 El documento DE4218268A1 se refiere a un procedimiento de precipitación para la purificación de poliésteres reabsorbibles, en el que el polímero precipitado se separa mediante filtración o centrifugación.
- 25 El documento DE 19800591A1 se refiere a un procedimiento para el tratamiento de fluoropolímeros, en el que se utiliza una máquina de tamizado de tambor.
- El documento GB2164329A describe una composición para cemento hidráulico, que contiene un material fibroso. A este respecto, la suspensión de cemento acuosa puede deshidratarse (previamente) en un tamiz de tambor rotatorio.
- 30 Los poliésteres reabsorbibles en el sentido de la invención son homopolímeros o copolímeros a base de lactida (L-lactida, D-lactida, DL-lactida, meso-lactida), glicolida, epsilon-caprolactona, dioxanona, carbonato de trimetileno, delta-valerolactona, gamma-butirolactona y heterociclos polimerizables similares. Los polímeros pueden estar compuestos o bien por uno o bien también por varios componentes monoméricos diferentes así como dado el caso
- 35 contener componentes adicionales en la cadena de polímero, tal como por ejemplo unidades de etilenglicol.
- Según la invención se prefieren homopolímeros de D,L-lactida, copolímeros de D,L-lactida y glicolida en diferente composición así como copolímeros de bloque a partir de las unidades de poliéster mencionadas anteriormente y polietilenglicol.
- 40 Los poliésteres reabsorbibles son materias primas, que han encontrado un uso adicional para la producción de implantes quirúrgicos reabsorbibles así como también como excipiente galénico para la formulación de sistemas de liberación parenterales. Por ejemplo se utilizan poli(lactidas) y otros poliésteres reabsorbibles en implantes quirúrgicos para la fijación de fracturas óseas, en redes y membranas para la regeneración tisular controlada y en microcápsulas e implantes para inyección subcutánea o intramuscular, en particular para la liberación controlada de principios activos. Tras la implantación o inyección en el organismo, los poliésteres reabsorbibles se descomponen en una reacción hidrolítica lenta para dar oligómeros. Los productos finales de hidrólisis tales como ácido láctico o ácido glicólico se metabolizan para dar dióxido de carbono y agua.
- 45 La síntesis de poliésteres reabsorbibles se conoce por el estado de la técnica. Pueden producirse mediante policondensación a partir de ácidos hidroxicarboxílicos, tales como ácido láctico y/o ácido glicólico. Otra ruta de síntesis que se utiliza a menudo es la polimerización de apertura de anillo de los heterociclos correspondientes.
- Independientemente de la ruta de síntesis, los polímeros en bruto contienen siempre un determinado contenido en monómeros sin reaccionar, que a menudo tampoco en el caso de una optimización del procedimiento de síntesis correspondiente puede reducirse por debajo de un valor del 1 al 3%. El motivo para ello es que la polimerización de apertura de anillo representa una reacción de equilibrio y también en el caso de la policondensación de los poliésteres lineales está en equilibrio con los ácidos hidroxicarboxílicos correspondientes.
- 55 La presencia de monómeros en los polímeros es extremadamente problemática por los siguientes motivos:
- 60 a) Dado que los monómeros cíclicos son claramente más inestables con respecto a la descomposición hidrolítica que los poliésteres lineales, en el caso de penetración de humedad se descomponen más rápidamente que los poliésteres. Durante la descomposición hidrolítica se generan equivalentes de ácido, que a su vez catalizan la descomposición hidrolítica también de los poliésteres. La implantación de
- 65

poliésteres que contienen monómeros conllevaría por tanto una degradación claramente acelerada del material en el cuerpo.

- 5 b) Por el mismo motivo, la estabilidad en almacenamiento de los poliésteres que contienen monómeros y los implantes o las formulaciones farmacéuticas producidos a partir de los mismos está claramente empeorada.
- c) Igualmente empeora la estabilidad de poliésteres reabsorbibles en el caso de un procesamiento termoplástico, cuando están presentes contenidos residuales de monómeros.
- 10 d) El comportamiento de encapsulación de los polímeros no purificados es distinto al de poliésteres purificados, así como el comportamiento de liberación y el comportamiento de degradación. Los principios activos encapsulados, tales como péptidos, pueden verse dañados o destruirse por la cantidad mayor de ácido libre con respecto a los polímeros purificados.
- 15 e) En las reacciones de síntesis, el contenido en monómeros residuales en el polímero en bruto a menudo sólo puede controlarse con dificultad. Variabilidades en el contenido en monómeros residuales conducen entonces automáticamente también a variaciones entre lotes que no pueden tolerarse en cuanto a la velocidad de degradación, la estabilidad en almacenamiento y de procesamiento, de modo que no pueden obtenerse materiales de calidad reproducible sin una etapa de purificación posterior para el
- 20 empobrecimiento de los monómeros residuales.

También se conocen en el estado de la técnica procedimientos de purificación para la separación de monómeros residuales a partir de poliésteres reabsorbibles.

- 25 Los poliésteres parcialmente cristalinos pueden liberarse de monómeros mediante procedimientos de extracción. Para ello son adecuados disolventes que disuelven el monómero, pero no disuelven el polímero. Son adecuados, por ejemplo, disolventes orgánicos tales como n-hexano, ciclohexano, metanol, etanol, acetona o acetato de etilo. El documento EP 0456246 da a conocer por ejemplo un procedimiento de extracción para poliésteres reabsorbibles, que usa dióxido de carbono como disolvente.

30 Los poliésteres amorfos no pueden purificarse en general mediante procedimientos de extracción, dado que los disolventes que se tienen en cuenta o bien disuelven también el polímero o bien permiten que al menos se hinche. En el caso de usar dióxido de carbono supercrítico o licuado a presión, durante la descompresión se produce una fuerte espumación de la masa de polímero, lo que hace que tampoco pueda realizarse un procedimiento de este tipo. En el estado de la técnica se dan a conocer una serie de procedimientos de reprecipitación para la purificación de poliésteres amorfos. A este respecto, el polímero en bruto se disuelve en un disolvente adecuado. Mediante la adición de un gran exceso de un no disolvente, que sin embargo es miscible con el disolvente, se precipita el polímero. Por ejemplo se da a conocer la reprecipitación de una poli(L-lactida)-poli(etilenglicol)-poli(L-lactida) mediante disolución en cloroformo y precipitación en metanol o mezclas de metanol/cloroformo (J. Matsumoto *et al.*; 35 Int. J. of Pharm.; 185; 1999; 93-101). Los procedimientos de reprecipitación dados a conocer tienen la desventaja de que están asociados con un consumo inmenso de disolventes orgánicos y además la separación de fases sólida/líquida y por consiguiente el aislamiento del producto es extremadamente difícil. Esto se debe en particular también a que los poliésteres en el punto de contacto, en el que la disolución de polímero entra en contacto con el no disolvente, tienden a apelmazarse. Por tanto, un empleo a escala industrial es difícil.

45 El documento US-A-4 810 775 da a conocer un procedimiento de purificación para poliésteres reabsorbibles con una cristalinidad de hasta el 20%, en el que se disuelve el polímero en un disolvente, a continuación se pone en contacto estrecho la disolución de polímero con un agente de precipitación bajo la acción de altas fuerzas de cizallamiento en un campo de cizallamiento turbulento. El campo de cizallamiento turbulento se genera mediante un dispositivo, que 50 está compuesto por una tobera binaria y por un recipiente lleno de un agente de precipitación, en el que se adentra la tobera binaria, de modo que el polímero que precipita se fracciona en partículas muy pequeñas. Sin embargo no se muestra cómo debe realizarse un procedimiento de este tipo de manera económica a gran escala. La separación de fases de la suspensión de polímero que se produce durante la reprecipitación tiene lugar o bien en una centrífuga o bien mediante acumulación en depósitos de reserva, que debido a la elevada demanda de disolvente tienen que 55 presentar una dimensión grande también en el caso de tamaños de lote relativamente pequeños.

Por tanto, un objetivo de la invención es poner a disposición un procedimiento de purificación mejorado para la purificación de un poliéster reabsorbible, en particular de un poliéster amorfo, del tipo mencionado al principio, que permita obtener el poliéster reabsorbible con una calidad alta y reproducible también a escala industrial. Además es 60 un objetivo de la invención proporcionar un dispositivo correspondiente para el procedimiento según la invención.

El objetivo referente al procedimiento se soluciona según la invención porque a continuación se transporta la suspensión de polímero, que se ha producido mediante la adición del segundo disolvente, a o al interior de un cuerpo de tamiz cilíndrico rotatorio de un tamiz de cizalladura de tambor y a continuación se separa la masa de 65 polímero húmeda del cuerpo de tamiz y a continuación de esto se seca.

Con ello se proporciona un procedimiento de separación que trabaja de manera continua, que permite separar de manera económica la suspensión de polímero con una alta reproducibilidad en la fase sólida y líquida. Debido al modo de trabajo continuo pueden proporcionarse lotes con una calidad constante independientemente de la cantidad.

5 Desde el punto de vista de la técnica del procedimiento está previsto que como primer disolvente se use acetona, acetato de etilo, 1,4-dioxano, dimetilacetamida, tetrahidrofurano, tolueno, dimetilformamida, dimetilsulfóxido, hexafluoroisopropanol u otro hidrocarburo halogenado o una mezcla de los disolventes mencionados anteriormente. Por consiguiente, según el tipo de poliéster y la viscosidad inherente del poliéster en disolución se proporciona un
10 disolvente adecuado. Han resultado ser especialmente adecuados como primer disolvente acetona, cloroformo o diclorometano.

Preferiblemente, como segundo disolvente se usa etanol, metanol o agua o una mezcla de los disolventes mencionados anteriormente. Por tanto, pueden alcanzarse reacciones de precipitación especialmente eficaces,
15 según el primer disolvente usado, usándose en particular agua como segundo disolvente. El agua no es tóxica y no es explosiva, sino económica y especialmente respetuosa con el medio ambiente.

Según un perfeccionamiento, el poliéster reabsorbible disuelto en el primer disolvente se filtra y a continuación se mezcla a través de una tobera binaria con el segundo disolvente. A este respecto, bajo la acción de altas fuerzas de
20 cizallamiento en el campo de cizallamiento turbulento se produce un contacto estrecho, con lo que se consigue un mezclado óptimo. Un mezclado intenso alternativo también puede conseguirse cuando ambos medios se inyectan desde dos toberas separadas a un tubo de corriente y en el punto de contacto se genera un lecho fluidizado por medio de un agitador que gira rápidamente.

25 La separación de la masa de polímero húmeda se realiza ventajosamente de manera eficaz por medio de la gravedad y por medio de uno o varios carriles de transporte y/o álabes directores dispuestos en forma de espiral en el interior del cuerpo de tamiz cilíndrico rotatorio. De este modo se consigue un transporte forzado, que permite transportar la masa de polímero de manera continua por ejemplo a un depósito de reserva.

30 Para obtener un contenido en humedad residual o en disolvente residual reducido, se hace pasar convenientemente para secar la masa de polímero húmeda una corriente de nitrógeno o aire por la misma en un secador.

Según el procedimiento según la invención pueden purificarse de manera económica y con una calidad constante en particular poliésteres reabsorbibles, que presentan una estructura amorfa o parcialmente cristalina.
35

Los poliésteres reabsorbibles purificados de esta manera contienen preferiblemente una o varias unidades, derivadas de lactida (L-lactida, D-lactida, DL-lactida, meso-lactida), glicolida, carbonato de trimetileno, epsilon-caprolactona, gamma-butirolactona, dioxanona, delta-valerolactona y/o heterociclos polimerizables similares y/o
40 polietilenglicoles. Se prefiere especialmente un poliéster reabsorbible, que se compone de D,L-lactida o copolímeros de D,L-lactida y glicolida con cualquier composición o un copolímero de bloque de D,L-lactida, o D,L-lactida-co-glicolida con cualquier composición y polietilenglicol.

El contenido en monómeros residuales tras realizar la purificación según el procedimiento según la invención asciende a menos del 1%, en particular menos del 0,5%, pudiendo conseguirse un contenido en monómeros
45 residuales de menos del 0,1%.

Tras el secado, el contenido en disolvente y/o en humedad del poliéster reabsorbible asciende a menos del 2%, alcanzándose con ajustes favorables también valores inferiores al 1%, en particular también valores inferiores al 0,5%. En el caso de un secado especialmente intenso, el contenido en disolvente y/o en humedad del poliéster
50 reabsorbible asciende a < 0,1%.

Un uso especialmente preferido del poliéster reabsorbible prevé la producción de formulaciones farmacéuticas o implantes reabsorbibles.

55 El objetivo referente al dispositivo de purificación se alcanza según la invención porque el dispositivo de separación está construido como tamiz de cizalladura de tambor con un cuerpo de tamiz cilíndrico rotatorio.

Con este tipo de dispositivo de separación, tal como se utiliza por ejemplo ya en otros sectores para la deshidratación continua de altas cargas de sólidos, se ha mostrado sorprendentemente que con ello pueden
60 separarse suspensiones de polímero, que se han producido a partir de una reacción de precipitación, con calidad constante también en el caso de un caudal fluctuante de manera económica en una masa de polímero y en restos de disolvente.

Carriles de transporte y/o álabes directores en el interior del cuerpo de tamiz cilíndrico provocan junto con el movimiento giratorio del cuerpo de tamiz, que la masa de polímero pueda transportarse de manera continua a por
65 ejemplo un depósito de reserva.

En una forma de realización ventajosa, el tamiz de cizalladura de tambor presenta un dispositivo de succión, en particular con una boquilla de succión, por encima del cuerpo de tamiz cilíndrico rotatorio en una cubierta de carcasa superior. De este modo se produce una succión de vapores de disolvente, lo que resulta ventajoso en particular en el caso de la utilización de por ejemplo acetona, etanol o metanol, dado que mediante el dispositivo de succión puede reducirse la categoría de protección contra explosiones del edificio circundante.

En cuanto a un secado eficaz de la masa de polímero húmeda es especialmente adecuado un secador configurado como secador de lecho fluidizado, secador con circulación de aire o secador de tubo de corriente. En una forma de realización preferida, el secador presenta un segmento cónico y un segmento cilíndrico, consiguiéndose en el segmento cónico del secador debido al medio de secado que entra desde abajo, por ejemplo nitrógeno o aire, un torbellino intenso de la masa de polímero que debe secarse. Para reducir un apelmazamiento, está previsto un rallador para el polímero. Durante el secado puede extraerse del secador la masa de polímero que debe secarse y rallarse a través del rallador, tras lo cual se continúa con el secado.

Para impedir que el polímero llegue desde el secador a un sistema de alimentación, el secador presenta en el interior del segmento cilíndrico al menos un inserto de tamiz. Para captar el poliéster reabsorbible purificado, el secador comprende convenientemente una bolsa filtrante. Con un apoyo pivotante del secador en un soporte puede ladearse el secador, de modo que la bolsa filtrante con el polvo de polímero secado sujeta al secador en el lado de extremo pueda extraerse de manera sencilla. Por lo demás, la masa de polímero que debe secarse puede mezclarse más fácilmente durante el secado.

Según una configuración adicional, al menos las partes que guían producto del tamiz de cizalladura de tambor y del secador están fabricadas de acero inoxidable, con lo que se garantiza una alta calidad de producto en cuanto a los requisitos farmacológicos.

Se entiende que las características mencionadas anteriormente y que aún se mencionarán a continuación no sólo pueden usarse en la combinación indicada en cada caso, sino también en otras combinaciones. El alcance de la invención sólo está definido por las reivindicaciones.

La invención se explicará a continuación más detalladamente mediante un ejemplo de realización haciendo referencia a los dibujos correspondientes. Muestran:

Fig. 1 una representación esquemática de un dispositivo de purificación para poliésteres reabsorbibles para realizar el procedimiento según la invención,

Fig. 2 una representación en despiece ordenado en perspectiva del tamiz de cizalladura de tambor según la Fig. 1 y

Fig. 3 una representación en perspectiva del secador según la Fig. 1.

Un dispositivo de purificación 1 comprende como componente principal para una primera etapa de procedimiento un recipiente de disolución 10, en el que se dispone previamente un producto en bruto de poliéster 11 que debe purificarse. Un tamaño típico para el recipiente de disolución 10 se encuentra en el intervalo de desde 50 hasta 1000 l y puede ascender en instalaciones mayores también a 2000 l o más. Mediante la adición de un primer disolvente 12 se disuelve en el recipiente de disolución 10 el producto en bruto de poliéster 11 con la ayuda de un agitador 13 y/o mediante la recirculación por bombeo constante de la disolución. Las impurezas en el producto en bruto de poliéster 11, por ejemplo en forma de pelusas, se eliminan por ejemplo mediante filtración. Han resultado ser primeros disolventes 12 preferidos por ejemplo los siguientes disolventes: acetona, acetato de etilo, 1,4-dioxano, dimetilacetamida, tetrahidrofurano, tolueno, dimetilformamida, dimetilsulfóxido, hexafluoroisopropanol u otro hidrocarburo halogenado o una mezcla de los disolventes mencionados anteriormente. Han resultado ser primeros disolventes 12 especialmente adecuados en el caso de los poliésteres reabsorbibles acetona, cloroformo o diclorometano.

Por medio de una bomba, por ejemplo de una bomba de membrana, se bombea la disolución de polímero a través de un filtro 30, que contiene un tamiz de malla fina, preferiblemente de acero inoxidable. En esta etapa se eliminan las impurezas insolubles. Las aberturas de malla típicas se encuentran en este caso en algunos μm , normalmente en el intervalo de desde 1 hasta 10 μm .

La disolución de polímero se mezcla a continuación de manera intensa a través de una tobera binaria 40 por medio de un segundo disolvente 41, que representa un no disolvente para el polímero, y la suspensión de polímero que se produce de ello se conduce a través de un dispositivo de transporte 60, en el caso más sencillo directamente o a través de un tubo de corriente o un conducto, pudiendo tener lugar el transporte por medio de la gravedad, bombas convencionales o mediante presurización por medio de un gas, al interior de un cuerpo de tamiz rotatorio 71 de un tamiz de cizalladura de tambor 70. Como segundo disolvente 41 se usa etanol, metanol o agua o una mezcla de los

disolventes mencionados anteriormente para la precipitación. Un segundo disolvente 41 especialmente preferido lo representa el agua debido a la inocuidad toxicológica y a la compatibilidad medioambiental.

En el interior del cuerpo de tamiz rotatorio 71 del tamiz de cizalladura de tambor 70 puede separarse la suspensión de polímero en la mezcla de disolventes y en la masa de polímero precipitada. Uno o varios carriles de guiado y/o álabes directores 72 dispuestos en forma de espiral en el interior del cuerpo de tamiz 71 someten la masa de polímero a un transporte forzado, de modo que la masa de polímero se transporta a una salida de sólidos 75. A este respecto, la mezcla de disolventes puede fluir hacia abajo a través de una salida de líquidos 73. Los vapores de disolvente pueden succionarse a través de un dispositivo de succión 74, por ejemplo una boquilla de succión, en una cubierta de carcasa 76 del tamiz de cizalladura de tambor 70 por encima del cuerpo de tamiz 71, lo que resulta ventajoso en cuanto a la categoría de protección contra explosiones del edificio circundante.

La masa de polímero aún húmeda acumulada en la salida de sólidos 75 se transporta con un dispositivo de transporte de sólidos 80 o bien directamente a un secador 90 o a un recipiente de captación. Un llenado por lotes del secador 90 desde el recipiente de captación es posible además de la alimentación continua. El secador 90 presenta un segmento cónico 95 y un segmento cilíndrico 96. En el interior del segmento cilíndrico 96 está previsto al menos un inserto de tamiz 94. El medio de secado 91, por ejemplo nitrógeno o aire, se introduce desde abajo lateralmente en el segmento cónico 95 del secador 90, de modo que se consigue un torbellino intenso en el interior del secador 90. El secador 90 presenta una bolsa filtrante 92 para captar el poliéster reabsorbible purificado y secado.

En la realización del tamiz de cizalladura de tambor 70 según la figura 2 puede reconocerse en el interior el cuerpo de tamiz rotatorio 71, en el que puede introducirse la suspensión de polímero a través de un canal en forma de U. El cuerpo de tamiz 71 está colocado ligeramente en oblicuo. Uno o varios carriles de guiado y/o álabes directores 72 dispuestos en forma de espiral en el interior del cuerpo de tamiz 71 provocan el transporte forzado de la masa de polímero hacia la salida de sólidos 75. Los vapores de disolvente se succionan a través del dispositivo de succión 74 en la cubierta de carcasa 76 del tamiz de cizalladura de tambor 70 por encima del cuerpo de tamiz 71. El cuerpo de tamiz 71 está cerrado en el lado posterior, para evitar la contaminación del interior del tamiz con la abrasión de la unidad de accionamiento. El lado posterior puede abrirse con fines de limpieza.

El secador 90 según la figura 3 dispuesto en un soporte móvil 97 puede ladearse por medio de un apoyo pivotante 93. No se representa la bolsa filtrante 92. Por lo demás, al menos las partes que guían producto del tamiz de cizalladura de tambor 70 y del secador 90 están fabricadas de acero inoxidable.

A continuación se describe el procedimiento según la invención:

El producto en bruto de poliéster 11 se disuelve con la cantidad de acetona calculada anteriormente como primer disolvente 12. El producto en bruto de poliéster 11 se pesa y se dispone previamente en el recipiente de disolución 10. La cantidad de acetona calculada se añade y el producto en bruto se disuelve mediante recirculación por bombeo en el plazo de aproximadamente 24 - 72 horas. La razón de mezclado depende de las sustancias de partida usadas (monómeros o heterociclos) y de la viscosidad inherente del producto en bruto y asciende por ejemplo en el caso de un copolímero de D,L-lactida y glicolida; 50:50 en % en moles; viscosidad inherente de 0,5 dl/g medida como disolución al 0,1% en cloroformo; la disolución para la precipitación corresponde al 8% en peso de polímero en acetona.

La disolución de polímero se desplaza por medio de la bomba 20 a través de un filtro 30 de acero inoxidable con una abertura de malla de 5 µm y un caudalímetro a la tobera binaria 40. El caudal depende del tipo del producto en bruto utilizado y asciende por regla general a hasta 20 l/h. Este dato se refiere a un caudalímetro que está ajustado a una densidad de acetona. Mediante las diferentes densidades de las disoluciones de polímero que deben precipitarse no es posible una medición exacta del caudal (excepción caudalímetro másico). En la tobera binaria 40 se introduce a través de una tobera la disolución de polímero en un chorro de agua a un caudal de aproximadamente 700 - 1000 l/h, precipitando el producto en bruto disuelto inmediatamente en forma de flóculos o fibras.

La suspensión, compuesta por agua, flóculos de producto, monómero y acetona, se conduce a través de un conducto al tamiz de cizalladura de tambor 70. A este respecto, la suspensión se guía a la zona posterior del tamiz de cizalladura de tambor 70. Mediante el movimiento giratorio se forma allí en primer lugar por la mezcla de agua/acetona que sale, que contiene los monómeros que deben separarse, una capa de producto. Si ésta es suficientemente pesada, se desprende de la pared y forma un ovillo de producto (sistema de bola de nieve). Mediante los álabes directores 72 que discurren en oblicuo hacia delante y el movimiento giratorio se desplazan estos ovillos de producto lentamente hacia la salida de sólidos 75 del cuerpo de tamiz 71. La separación de la mezcla de agua/acetona tiene lugar por un lado por medio de la gravedad y por otro lado por barras perfiladas de tamiz en forma de cuña y el efecto Coandă que se produce por ello.

El sólido se conduce por medio del dispositivo de transporte de sólidos 80 al secador 90 o al recipiente de captación. En el secador 90 configurado como secador de tubo de corriente se seca la masa de polímero húmeda haciendo pasar por la misma una corriente de aire o nitrógeno.

REIVINDICACIONES

- 1.- Procedimiento para la purificación de un poliéster reabsorbible, en el que el polímero se disuelve en un primer disolvente (12) y a continuación se pone en contacto estrecho la disolución de polímero con un segundo disolvente (41) bajo la acción de altas fuerzas de cizallamiento en un campo de cizallamiento turbulento, en el que el primer disolvente (12) representa un "verdadero" disolvente y el segundo disolvente (41) representa un no disolvente para el poliéster reabsorbible y es miscible de manera ilimitada con el primer disolvente (12), caracterizado porque a continuación se transporta la suspensión de polímero, que se ha producido mediante la adición del segundo disolvente (41), a o al interior de un cuerpo de tamiz cilíndrico rotatorio (71) de un tamiz de cizalladura de tambor (70) y a continuación se separa la masa de polímero húmeda del cuerpo de tamiz (71) y a continuación de esto se seca.
- 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque como primer disolvente (12) se usa acetona, acetato de etilo, 1,4-dioxano, dimetilacetamida, tetrahidrofurano, tolueno, dimetilformamida, dimetilsulfóxido, hexafluoroisopropanol u otro hidrocarburo halogenado o una mezcla de los disolventes mencionados anteriormente.
- 3.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 ó 2, caracterizado porque como primer disolvente (12) se usa acetona, cloroformo o diclorometano.
- 4.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque como segundo disolvente (41) se usa etanol, metanol o agua o una mezcla de los disolventes mencionados anteriormente.
- 5.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque el poliéster reabsorbible disuelto en el primer disolvente (12) se filtra y a continuación se mezcla a través de una tobera binaria (40) con el segundo disolvente (41).
- 6.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque la separación de la masa de polímero húmeda se realiza por medio de la gravedad y por medio de uno o varios carriles de transporte y/o álabes directores (72) dispuestos en forma de espiral en el interior del cuerpo de tamiz cilíndrico rotatorio (71).
- 7.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque para secar la masa de polímero húmeda se hace pasar por la misma una corriente de nitrógeno o aire en un secador (90).
- 8.- Dispositivo de purificación para la purificación de un poliéster reabsorbible, que contiene como componentes principales un recipiente de disolución (10), en el que se disuelve el polímero en un primer disolvente (12), un dispositivo de separación para la separación de una masa de polímero húmeda a partir de una suspensión de polímero y un secador (90) para secar la masa de polímero, caracterizado porque el dispositivo de separación está construido como tamiz de cizalladura de tambor (70) con un cuerpo de tamiz cilíndrico rotatorio (71) y porque el tamiz de cizalladura de tambor (70) presenta un dispositivo de succión (74), en particular con una boquilla de succión, por encima del cuerpo de tamiz cilíndrico rotatorio (71) en una cubierta de carcasa superior (76).
- 9.- Dispositivo de purificación según la reivindicación 8, caracterizado porque el cuerpo de tamiz cilíndrico (71) presenta en su interior carriles de transporte y/o álabes directores (72).
- 10.- Dispositivo de purificación según una de las reivindicaciones 8 a 9, caracterizado porque el secador (90) es un secador de lecho fluidizado, un secador por circulación de aire o un secador de tubo de corriente.
- 11.- Dispositivo de purificación según una de las reivindicaciones 8 a 10, caracterizado porque el secador (90) presenta un segmento cónico (95) y un segmento cilíndrico (96).
- 12.- Dispositivo de purificación según una de las reivindicaciones 8 a 11, caracterizado porque el secador (90) comprende en el interior del segmento cilíndrico (96) al menos un inserto de tamiz (94).
- 13.- Dispositivo de purificación según una de las reivindicaciones 8 a 12, caracterizado porque el secador (90) presenta una bolsa filtrante (92) para captar el poliéster reabsorbible purificado.
- 14.- Dispositivo de purificación según una de las reivindicaciones 8 a 13, caracterizado porque el secador (90) está dotado de un apoyo pivotante (93).
- 15.- Dispositivo de purificación según una de las reivindicaciones 8 a 14, caracterizado porque al menos las partes que guían producto del tamiz de cizalladura de tambor (70) y del secador (90) están fabricadas de acero inoxidable.

Figura 1: Representación esquemática de un dispositivo de purificación para poliésteres reabsorbibles para realizar el procedimiento según la invención

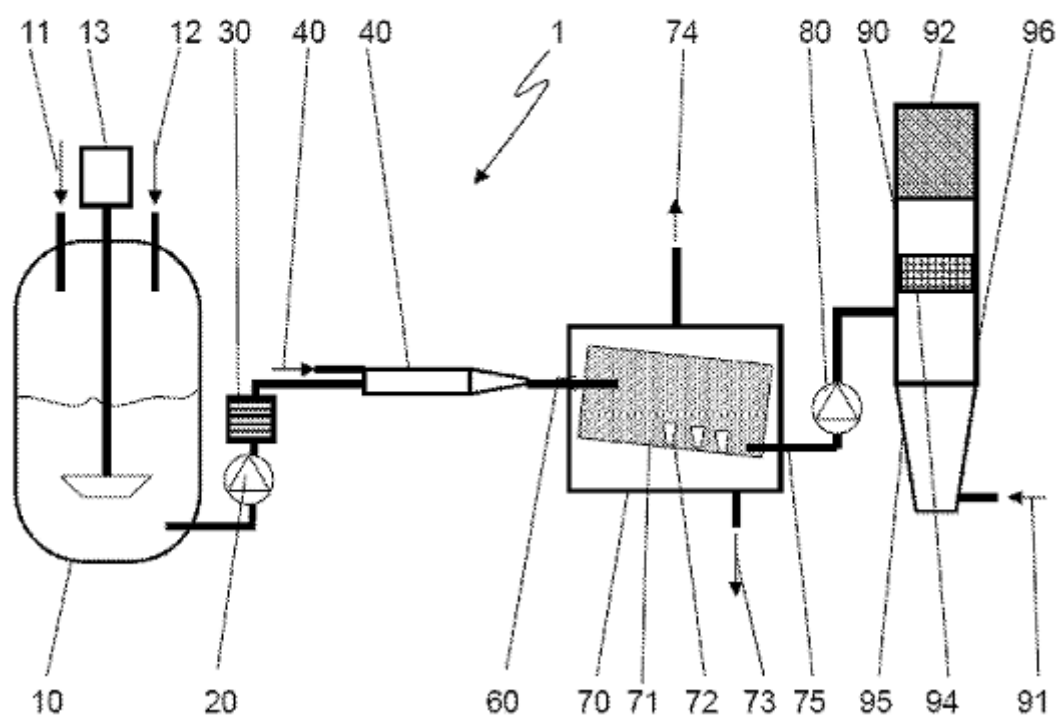


Figura 2: Representación en despiece ordenado en perspectiva del tamiz de cizalladura de tambor según la figura 1

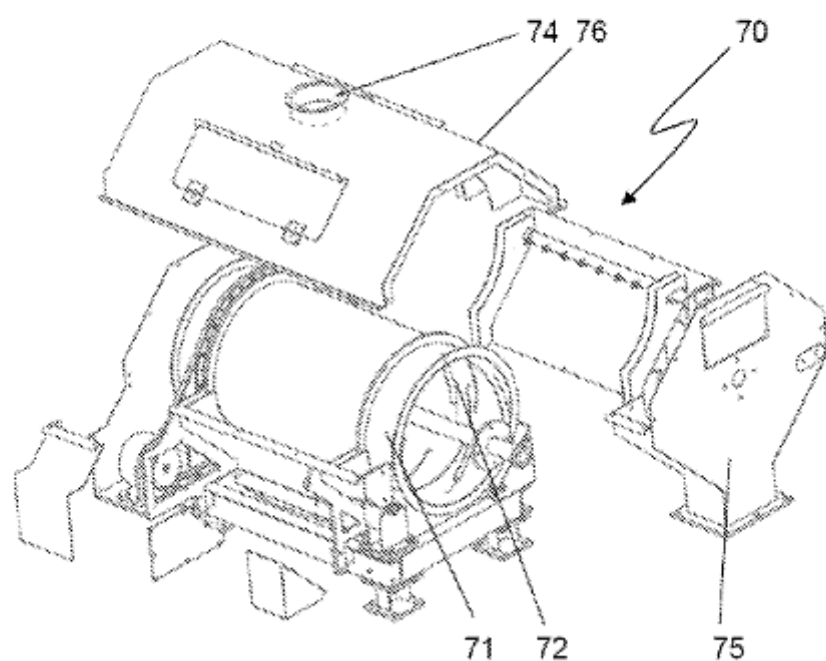


Figura 3: Representación en perspectiva del secador según la figura 1.

