

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 640 927**

51 Int. Cl.:

B01J 4/00	(2006.01)
C08J 3/075	(2006.01)
C08F 2/01	(2006.01)
C08F 6/00	(2006.01)
B01J 19/00	(2006.01)
B01J 19/18	(2006.01)
B01J 2/20	(2006.01)
C08F 8/12	(2006.01)
C08K 3/26	(2006.01)
B01J 4/02	(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **12.09.2013 PCT/US2013/059377**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **20.03.2014 WO14043306**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **12.09.2013 E 13837334 (5)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **28.06.2017 EP 2895530**

54 Título: **Procedimiento para preparar polímeros solubles en agua sin geles insolubles y bajos niveles de monómeros residuales**

30 Prioridad:
12.09.2012 US 201213611026

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
07.11.2017

73 Titular/es:
**ECOLAB USA INC. (100.0%)
1 Ecolab Place
St. Paul, MN 55102, US**

72 Inventor/es:
**CRAMM, JEFFREY, R.;
SIDER, THEODORE P.;
PATEL, MAYUR;
HUANG, CHENG-SUNG y
SMITH, STEPHEN B.**

74 Agente/Representante:
ELZABURU, S.L.P

ES 2 640 927 T3

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

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para preparar polímeros solubles en agua sin geles insolubles y bajos niveles de monómeros residuales

Antecedentes de la invención

5 La presente invención se refiere a nuevos métodos para preparar polímeros secos solubles en agua. Los polímeros secos solubles en agua son polímeros que son típicamente higroscópicos y se almacenan en condiciones secas. Una ventaja clave de los polímeros secos es su peso, lo que los hace baratos de almacenar y transportar. Los polímeros secos se preparan comúnmente a partir de materiales de tipo caucho pegajosos conocidos como "geles húmedos". Los geles húmedos son polímeros extremadamente viscosos formados a partir de la polimerización de monómeros vinílicos en agua. Actualmente, la conversión de geles húmedos en polímeros secos es un proceso largo y que requiere mucha energía. Este proceso implica una etapa de secado en la que los geles húmedos se cortan en trozos suficientemente pequeños que permiten la rápida eliminación del agua por evaporación sin sobrecalentamiento. El polímero seco se muele a continuación a un tamaño que sea el más adecuado para una re-
10 disolución en agua a una velocidad deseada.

15 El funcionamiento continuo de los procesos de corte, secado y molienda es la manera más rentable de producir polímero seco. En una operación continua, se suministra continuamente un suministro constante de polímero en gel húmedo a la etapa de secado y resulta continuamente un suministro constante de polímero seco. Las etapas en seco continuos de corriente hacen uso de reacciones de polimerización continuas que son alimentadas con cinta en el paso de secado. Sin embargo, el mantenimiento del control de calidad en estas operaciones es difícil, debido a que el corto tiempo de permanencia de los monómeros en un reactor de polimerización en continuo hace difícil mantener un alto peso molecular y una solubilidad del 100% del polímero seco resultante. Además, demasiado monómero residual sin reaccionar a menudo continúa contaminando el producto. Como resultado, la industria también hace uso de procesamiento por lotes menos eficiente y una alimentación de geles húmedos para preservar la calidad fiable del polímero seco. Por lo tanto, sigue existiendo la necesidad de un método mejorado para producir
20 continuamente polímeros secos que no sacrifique propiedades de polímero de alta calidad.

El documento WO 2006/007974 describe un método para descargar polímero de un reactor de polimerización de funcionamiento continuo, en el que al menos un monómero se polimeriza para formar partículas de polímero, comprendiendo el método ajustar la velocidad de descarga de las partículas de polímero por medio de una válvula de pistón que tiene un elemento de pistón conectado a un actuador, siendo dicho actuador capaz de modular la
30 carrera del pistón dentro de dicha válvula de pistón.

El documento US 3 709 641 describe un método y un aparato para producir sustancias gelatinosas en forma de partículas, tales como polímeros gelatinosos y soluciones de estos materiales en las que se forma el gel, en una cámara de reacción equipada con un pistón accionado hidráulicamente y una cabeza de extrusión perforada y el producto gelatinoso se extrude a continuación en una corriente de fluido disolvente o no disolvente que fluye a una
35 velocidad relativamente alta en el exterior de la cabeza perforada. La sustancia gelatinosa se desplaza de la cámara de reacción introduciendo un fluido en la cámara de reacción por encima del pistón a una presión suficientemente elevada para desplazar la sustancia de la cámara a través de la cabeza de extrusión perforada. La presión hidráulica que acciona el pistón se ajusta para mantener el pistón en equilibrio de presión durante la operación de extrusión. Las fuerzas de gravedad que actúan sobre el pistón lo hacen descansar sobre la superficie superior de la masa gelatinosa y avanzar hacia abajo a través del reactor a medida que el gel es desplazado de la cámara. El método y aparato de esta invención son particularmente adecuados para la preparación de soluciones poliméricas acuosas útiles como agentes de inundación en la recuperación de petróleo por inundación de agua y están especialmente adaptados para la instalación en el sitio de un pozo de inyección de agua.

45 El documento CA 929 309 se refiere a la división en partículas de sustancias gelatinosas, y se refiere más particularmente a un método y a un aparato para producir polímeros gelatinosos y soluciones poliméricas en forma de partículas.

Los documentos WO 2006/007974, US 3 709 641 y CA 929 309 no dicen nada sobre un bucle de flujo para regular el flujo de reactivos y una pluralidad de reactores de tipo pistón para llevar a cabo la reacción de polimerización.

Breve Sumario de la Invención

50 Al menos una realización está dirigida a un método de alimentación de polímero en gel húmedo a una etapa de secado de una operación de síntesis de polímero seco soluble en agua. El método comprende las etapas de: a) recibir reactivos de polimerización en un bucle de flujo, estando el bucle de flujo construido y dispuesto para regular el flujo de los reactivos de manera que pasen secuencialmente a uno de una pluralidad de pistones, b) polimerizar dichos reactivos de polimerización en polímeros de gel húmedo dentro de uno de la pluralidad de pistones, y c)
55 alimentar los polímeros en gel húmedo de los pistones a la etapa de secado. Cada pistón está construido y dispuesto para: recibir reactivos de polimerización, contener una reacción de polimerización y alimentar el polímero húmedo de acuerdo con una secuencia coordinada, sincronizada para efectuar la alimentación continua de gel

húmedo en la etapa de secado. Los reactivos de polimerización incluyen monómeros y al menos otra composición de materia.

5 El pistón puede comprender una cámara interior, una válvula de entrada sellable construida y dispuesta para recibir dos o más flujos de reactivos de polimerización y para depositar sustancialmente todos los reactivos de polimerización recibidos en la cámara interior, una válvula de salida sellable en comunicación fluidica con la cámara interior que pasa el fluido a una etapa de secado, y un émbolo capaz de presionar el contenido de la cámara interior a través de la válvula de salida. La válvula de entrada puede ser construida y dispuesta para pasar sustancialmente todo su contenido a la cámara interior cuando la válvula de entrada está sellada y puede ser construida y dispuesta para recibir dos corrientes de fluido que se mezclan inmediatamente antes de pasar a la cámara interior.

10 El émbolo puede comprender una cara que contacta con fluidos dentro de la cámara interior, teniendo la cara un diámetro que sustancialmente llena un área en sección transversal de la cámara interior y que está construida y dispuesta para empujar hacia fuera sustancialmente todo el fluido dentro de la cámara interna a través de la válvula de salida. El método puede comprender, además, un tanque de separación y comprende, además, la etapa de mezclar una solución de monómeros y al menos otro reactivo de polimerización dentro del tanque de separación, manteniendo la temperatura dentro del tanque de separación demasiado baja para que se produzca una reacción de polimerización y alimentando la mezcla en el pistón en un tiempo coordinado. El tanque de separación puede tener el mismo volumen que la porción de la cámara interna en la que tendrá lugar la polimerización. El método puede comprender, además, la etapa de purgar el oxígeno del tanque de separación antes de alimentar los reactivos de polimerización al pistón o de inhibir que se produzca cualquier polimerización hasta que el pistón se llene completamente. La inhibición puede producirse a través de una etapa seleccionada de la lista que consiste en: añadir un agente de aumento del tiempo de inducción a los reactivos de polimerización, evitando el contacto de un reactivo de polimerización dependiente de la reacción con otros reactivos de polimerización hasta que todos los reactivos de polimerización sean alimentados al pistón, y cualquier combinación de los mismos.

25 El método puede incluir un agente aumentador del tiempo de inducción añadido a los reactivos de polimerización que aumenta el tiempo de inducción al menos al tiempo (o posiblemente 5 minutos más que el) necesario para llenar completamente todos los reactivos de polimerización dentro de la cámara interna y sellar el pistón. El método puede comprender, además, la etapa de proporcionar una camisa térmica en contacto con al menos una parte de al menos un pistón, estando la camisa térmica construida y dispuesta para regular la temperatura de al menos una parte de dicho pistón. El interior del pistón en el que se produce la reacción de polimerización puede ser sustancialmente liso y estar recubierto con un material que inhiba la adherencia del polímero en gel húmedo al pistón.

30 La reacción de polimerización puede ser una polimerización simultánea de acrilamida y una hidrólisis de poli(acrilamida) y en la que los reactivos de polimerización comprenden, además, monómero de acrilamida y carbonato de potasio. La coordinación entre los pistones puede ser tal que, justo cuando un primer pistón ha alimentado completamente su polímero de gel húmedo en la etapa de secado, un segundo pistón acaba de completar su reacción de polimerización y comienza a alimentar sus polímeros en gel húmedo en la etapa de secado. Puede haber 2-6 (y/o 4) pistones.

Breve Descripción de los Dibujos

40 A continuación se describe una descripción detallada de la invención haciendo referencia específica a los dibujos en los que:

FIG. 1 es una ilustración del procedimiento de polimerización de la invención.

FIG. 2 ilustra una secuencia de sistema de reacción de cuatro pistones.

FIG. 3 ilustra una secuencia alternativa del sistema de reacción de cuatro pistones.

Descripción Detallada de la Invención

45 "**Iniciador**" significa una composición de materia que inicia una reacción de polimerización en los radicales libres tras la descomposición térmica o reacción con un segundo componente de un par redox.

"**Proceso por lotes**" significa un proceso químico en el que sólo se puede alimentar un número finito de reactivos en una operación de reacción durante un período de tiempo específico y que produce una cantidad finita de producto.

50 "**Proceso continuo**" significa un proceso químico en curso, que es capaz de continuar durante un período de tiempo ilimitado en el que los reactivos pueden alimentarse continuamente en una operación de reacción para producir continuamente producto. El proceso continuo y el proceso por lotes son mutuamente excluyentes.

"**Síntesis de polímeros secos**" significa la conversión de monómeros solubles en agua húmeda en polímeros secos de acuerdo con un procedimiento que incluye, pero no está limitado a al menos una acción realizada sobre el

polímero resultante de la lista de: corte, secado, enfriamiento, molienda, tamizado, envasado y cualquier combinación de los mismos.

"Polímero seco soluble en agua" significa polímeros que son higroscópicos y por lo tanto se almacenan mejor en condiciones secas.

- 5 A la vista de lo anterior, en el caso de que un término o expresión sólo pueda entenderse si es interpretado por un diccionario, si el término o la expresión es definido por la Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology, 5ª Edición, (2005), (Publicada por Wiley, John & Sons, Inc.) esta definición controlará cómo se definirá el término en las reivindicaciones.

10 Con referencia ahora a la FIG. 1, se muestra un aparato y un método para producir polímeros aniónicos secos. El aparato (1) comprende uno o más recipientes de almacenamiento de monómeros (2a-e) que están contruidos y dispuestos para alimentar el monómero a un tanque de separación (3). En al menos una realización, uno o más de los monómeros y/o uno o más o de cualesquiera otros reactivos necesarios (8a-b) (tales como catalizadores, iniciadores e inhibidores) se pueden alimentar en el tanque de separación (3) o en un tanque de separación (4) aguas arriba del tanque de separación (3) dentro del cual uno o más de los reactivos pueden cambiarse desde el
15 formato en el que fueron almacenados en un formato más adecuado para la reacción. Los componentes de reacción se alimentan a continuación en un bucle de flujo (5) que alimenta adecuadamente dos o más reactores de pistón (6). La reacción de polimerización se produce dentro de los reactores de pistón (6a-b) y se pasa a una etapa de secado (7) en donde el polímero húmedo resultante se seca.

20 En al menos una realización, la secuencia de iniciación y el método de carga se optimizan para la alimentación continua de polímeros en gel húmedo en una fase de secado (7). Primero se prepara una solución de monómero en un tanque grande de preparación (4) y se enfría a la temperatura de iniciación deseada. A continuación se proporciona un tanque de separación (3) que es de igual volumen que el interior del pistón (6). El depósito de separación (3) se llena con una solución de monómero enfriada. El nivel de oxígeno en el tanque de separación se reduce a continuación por debajo de 100 ppb purgando el tanque con un gas inerte (13) (tal como nitrógeno, helio
25 y/o argón). A continuación, se añaden varios aditivos al tanque de separación a partir de uno o más recipientes de almacenamiento de aditivos (8a-b) que incluyen pero no se limitan a: un agente quelante que compleja y desactiva inhibidores metálicos, un inhibidor de retardo de la polimerización, al menos un iniciador térmicamente activado, un componente oxidante de un sistema iniciador redox, y cualquier combinación de los mismos.

30 El contenido del tanque de separación (3) se alimenta continuamente a través de un bucle de flujo (5) que pasa por cada uno de los reactores de pistón (6) a un caudal específico. En el momento apropiado, el flujo se desvía al siguiente reactor de pistón en la secuencia. Mientras que la FIG. 1 ilustra que los reactores de pistón están uno al lado del otro, el posicionamiento de los reactores puede estar de acuerdo con cualquier configuración. De manera similar, mientras que el ejemplo anterior tenía el siguiente reactor de pistón siendo el inmediatamente al lado del primer reactor de pistón, la secuencia entre los reactores puede estar de acuerdo con cualquier orden de los
35 reactores de pistón. La FIG. 2 ilustra una posible secuencia de uso de pistón para un sistema de reacción de cuatro pistones. Además, pueden añadirse reactivos adicionales (14) en otras fases del procedimiento y pueden tener bucles de circulación propios.

40 Cuando el contenido del tanque de separación (3) ha llenado completamente la cámara (8) del reactor de pistón (6), una válvula especial (9), que está construida y dispuesta para empujar completamente todo el contenido de la válvula (9) en la cámara del reactor de pistón (8), se sella y se vacía. Esto evita cualquier polimerización del polímero dentro de la válvula (9). En al menos una realización, la válvula es una válvula reguladora de tipo pistón. Válvulas reguladoras de tipo pistón representativas incluyen, pero no se limitan a, válvulas M4 fabricadas por Keofitt a/s de Dinamarca y válvulas de muestreo tales como válvulas SV-500 por aquellas fabricadas por Strahman Valves Inc. Bethlehem, PA, y los descritos en las Patentes der EE.UU. 4.552.336, 5.246.204 y 3.058.431. En al menos una
45 realización, el propio tanque de separación está completamente vaciado, eliminando cualquier posibilidad de acumulación de polímero en el tanque o líneas de alimentación y está inmediatamente listo para repetir el proceso y llenar el siguiente pistón en la secuencia. El fondo del reactor también está especialmente dimensionado para tener el mismo diámetro que la cámara del pistón. De esta manera, el 100% del polímero en gel húmedo es expulsado de la cámara del pistón por el émbolo.

50 En al menos una realización, un suministro de gel húmedo se alimenta continuamente a una fase de secado (7) durante un tiempo ilimitado. Esta alimentación continua se realiza mediante la serie de pistones (6) dentro de cada uno de los cuales tiene lugar una reacción de polimerización. Cuando la polimerización se ha producido durante un periodo de tiempo suficiente en cualquier pistón, el polímero de gel es presionado fuera del pistón por un émbolo (10) a través de una válvula de salida (11) y hacia la fase de secado (7). Los reactivos para la polimerización son alimentados a cada pistón de acuerdo con una secuencia cronológica coordinada de manera que tan pronto como
55 un pistón haya completado la alimentación de su contenido, otro pistón comienza a alimentar su contenido y el pistón vacío se recarga apropiadamente. Esto permite que los pistones efectúen una alimentación continua de gel húmedo en una fase de secado. Debido a que tanto la recepción de reactivos de polimerización por el pistón como la transferencia de gel húmedo a la etapa de secado están coordinadas, este procedimiento puede ajustarse dentro

de un proceso continuo global para sintetizar polímero seco. En al menos una realización, al menos uno de los pistones es uno similar o igual al utilizado en un reactor F-40 producido por River City Enterprises.

5 Cada pistón (6) comprende una válvula de entrada (9), un émbolo (10) y una válvula de salida (11). En al menos una realización, la válvula de salida (11) es una válvula de compuerta de cuchillas. En al menos una realización, la
10 válvula de compuerta de cuchillas es al menos una de las descritas en las patentes de EE.UU. 2.883.148 y/o 4.798.365. En al menos una realización, la válvula de compuerta de cuchillas es una lumbrera de rombo tal como se produce por True Line. Los interiores de los pistones son reactores ideales para la polimerización en gel húmedo. Debido a que los polímeros en gel húmedo son extremadamente viscosos, no hay componentes internos dentro de los pistones. En al menos una realización, las polimerizaciones se llevan a cabo adiabáticamente y sustancialmente no se permite que escape calor del interior del pistón.

15 El polímero en gel húmedo puede descargarse a través de una válvula de compuerta de cuchillas de gran diámetro que forma un cierre estanco al líquido y al gas cuando está cerrado. La velocidad de descarga se controla aplicando presión al émbolo en el lado opuesto de un pistón que se desliza a lo largo de las paredes lisas del reactor. El émbolo se desplaza hasta todo el volumen entero de la cámara del pistón y lo vacía completamente. El diseño de la
20 válvula inferior tiene una abertura igual al diámetro interno del interior del pistón. Esto permite la descarga completa del gel húmedo de la cámara del pistón antes de añadir el siguiente lote de monómero. Como resultado, la cámara del pistón se puede rellenar una y otra vez sin necesidad de limpieza. Esto evita problemas asociados con la contaminación de geles húmedos recién formados con productos sobrantes y residuos de polimerizaciones anteriores.

25 Un problema presente actualmente en las reacciones de polimerización es la contaminación debida a la temperatura no homogénea de los reactivos. Si se bombea monómero frío en un monómero caliente, parcialmente polimerizado, la interacción resulta en un polímero de mala calidad. Algunos ejemplos de esta mala calidad son los polímeros que tienen uno o más de: solubilidad en agua incompleta, peso molecular más bajo, monómero residual más alto, y cualquier combinación de los mismos. Una manera de abordar esto es asegurar que no comienza ninguna
30 polimerización hasta que la cámara del pistón esté completamente llena y sellada asegurando una temperatura uniforme constante. Esta invención incluye dos estrategias para asegurar que esto ocurra, la primera es colocar todos los reactivos menos un reactivo dependiente de la reacción en el separador y el bucle de flujo y añadir sólo el último inmediatamente antes de entrar en la cámara. El segundo es utilizar un inhibidor para retrasar el inicio de la polimerización hasta después de que la cámara se haya llenado y sellado completamente. En al menos una realización, el intervalo de tiempo de tiempo corto es un tiempo dentro del intervalo de 5 y 10 minutos.

35 En al menos una realización, el reactivo dependiente de la reacción que no se añade hasta que se hayan añadido todos los otros reactivos es un componente reductor de un iniciador redox. En su lugar, el componente reductor de un iniciador redox se bombea a través de un segundo bucle que también fluye más allá de cada pistón a un caudal específico. En el momento apropiado, el flujo que contiene el monómero y otros reactivos y el flujo que contiene el
40 componente reductor de un iniciador redox se dirigen simultáneamente a un pistón dado. Ambos flujos pasan a través de la válvula especial donde se mezclan en el camino a través de la pared del reactor.

45 En al menos una realización, se utiliza un inhibidor de retardo para retrasar el inicio de la polimerización durante un periodo de tiempo predeterminado después de la adición de componentes reductores del sistema iniciador redox. Para condiciones óptimas de polimerización, la cámara del pistón se llena completamente antes de que comience la polimerización. En al menos una realización, el inhibidor de retardo provoca un tiempo de inducción de 10-15 minutos mientras el mecanismo de alimentación alimenta y sella el pistón en 5-10 minutos.

50 En al menos una realización, el pistón está construido y dispuesto para tolerar temperaturas de reacción de más de 100°C y para contener productos gaseosos. En al menos una realización, el pistón comprende, además, una camisa térmica que enfría o calienta adecuadamente las paredes de la cámara del pistón. En al menos una realización, las paredes contienen una cámara llena de fluido frío o caliente que provoca este efecto de enfriamiento o calentamiento. Esta camisa puede utilizarse tanto para regular la temperatura superficial durante la polimerización como para enfriar rápidamente la cámara del pistón para aceptar rápidamente reactivos nuevos después de la síntesis y el paso de polímeros en gel húmedo calientes. En al menos una realización, las paredes de la cámara de pistón están al menos parcialmente recubiertas con una composición de materia que reduce la adhesión de polímeros en gel húmedo.

55 En al menos una realización, una cinta transportadora (12) está construida y dispuesta para deslizarse hacia abajo desde uno o más de los pistones, recibir el polímero extrudido y, de este modo, hacer pasar continuamente los polímeros a la fase de secado (7).

En al menos una realización, el polímero en gel húmedo producido en la cámara de pistón incluye, pero no se limita a floculantes de alto peso molecular, polímeros aniónicos, catiónicos y no iónicos. En al menos una realización, la reacción que se produce dentro de la cámara de pistón (o un reactor estándar) es una polimerización simultánea de acrilamida e hidrólisis de poli(acrilamida). En la técnica anterior, es común polimerizar poli(acrilamida) y luego hidrolizar posteriormente el polímero. Esto se debe a que los agentes hidrolizantes comunes son demasiado fuertes

(tales como NaOH) y reaccionan con los monómeros para formar contaminantes o provocan la cristalización de acrilamida a baja temperatura (tal como Na_2CO_3).

5 En al menos una realización, se añade carbonato de potasio al monómero de acrilamida que da como resultado la hidrólisis de poli(acrilamida) a medida que se forma. La acrilamida es más soluble en presencia de carbonato de potasio que el carbonato sódico, lo que permite aumentar la concentración de monómeros dentro de la cámara del pistón o reactor, lo que aumenta la hidrólisis. Sin embargo, debido a que el carbonato de potasio no es tan reactivo como NaOH, no provoca reacciones secundarias no deseadas con monómeros. En al menos una realización, una solución que es 15% en moles de carbonato de potasio produce 40% en moles de hidrólisis de poli(acrilamida). Esta
10 reacción de una etapa evita los costes de una segunda etapa de síntesis y evita la necesidad de usar ácido acrílico en la síntesis de geles húmedos aniónicos.

REIVINDICACIONES

1. Un método para alimentar polímero en gel húmedo en una etapa de secado de una operación de síntesis de polímero seco soluble en agua, que comprende las etapas de:
- 5 recibir reactivos de polimerización en un bucle de flujo, estando el bucle de flujo construido y dispuesto para regular el flujo de los reactivos de tal manera que se hacen pasar secuencialmente a uno de una pluralidad de pistones,
- polimerizar esos reactivos de polimerización en polímeros en gel húmedo dentro de uno de la pluralidad de pistones, y
- alimentar los polímeros de gel húmedo de los pistones a la etapa de secado,
- 10 cada pistón está construido y dispuesto para:
- recibir reactivos de polimerización, contener una reacción de polimerización y alimentar polímero húmedo de acuerdo con una secuencia coordinada, sincronizada para efectuar la alimentación continua de gel húmedo en la etapa de secado,
- incluyendo los reactivos de polimerización monómeros y al menos otra composición de materia.
- 15 2. El método de la reivindicación 1, en el que el pistón comprende:
- una cámara interior,
- una válvula de entrada sellable construida y dispuesta para recibir dos o más flujos de reactivos de polimerización y para depositar sustancialmente todos los reactivos de polimerización recibidos en la cámara interior,
- 20 una válvula de salida sellable en comunicación fluidica con la cámara interior que hace pasar el fluido a una etapa de secado y
- un émbolo capaz de presionar el contenido de la cámara interior a través de la válvula de salida.
3. El método de la reivindicación 2, en el que la válvula de entrada está construida y dispuesta para hacer pasar sustancialmente todo su contenido a la cámara interior cuando la válvula de entrada está sellada o en el que la
- 25 válvula de entrada está construida y dispuesta para recibir dos corrientes de fluido que se mezclan inmediatamente antes de pasar a la cámara interior.
4. El método de la reivindicación 2, en el que el émbolo comprende una cara que entra en contacto con fluidos dentro de la cámara interior, teniendo la cara un diámetro que sustancialmente llena un área en sección transversal de la cámara interior y que está construida y dispuesta para empujar hacia fuera sustancialmente todo el fluido
- 30 dentro del interior a través de la válvula de salida.
5. El método de la reivindicación 1, que comprende, además, un tanque de separación, y que comprende, además, la etapa de mezclar una solución de monómeros y al menos otro reactivo de polimerización dentro del tanque de separación, manteniendo la temperatura dentro del tanque de separación demasiado baja para que se produzca una reacción de polimerización y la alimentación de esa mezcla en el pistón en un tiempo coordinado.
- 35 6. El método de la reivindicación 5, en el que el tanque de separación tiene el mismo volumen que la parte de la cámara interior en la que tendrá lugar la polimerización.
7. El método de la reivindicación 5, que comprende, además, las etapas de:
- a) proporcionar al menos un tanque de preparación en el que se mezclan monómeros y al menos otro reactivo de polimerización, y
- 40 b) dispensar al menos una parte de la mezcla de monómeros y al menos otro reactivo de polimerización en el tanque de separación de manera coordinada para facilitar la alimentación continua del pistón.
8. El método de la reivindicación 5, que comprende, además, la etapa de purgar oxígeno del tanque de separación antes de alimentar los reactivos de polimerización al pistón.
9. El método de la reivindicación 1, que comprende, además, la etapa de inhibir que se produzca cualquier
- 45 polimerización hasta que el pistón se llene completamente, preferiblemente en el que la inhibición se produce a través de una etapa seleccionada de la lista que consiste en: añadir un agente aumentador del tiempo de inducción a los reactivos de polimerización, evitar el contacto de un reactivo de polimerización dependiente de la reacción con otros reactivos de polimerización hasta que todos los reactivos de polimerización se hayan alimentado al pistón, y cualquier combinación de los mismos, más preferiblemente en el que se añade un agente aumentador del tiempo de

inducción a los reactivos de polimerización que aumenta el tiempo de inducción hasta al menos 5 minutos más de lo necesario para llenar completamente todos los reactivos de polimerización dentro de la cámara interna y sellar el pistón.

- 5 10. El método de la reivindicación 1, que comprende además la etapa de proporcionar una camisa térmica en contacto con al menos una porción de al menos un pistón, estando la camisa térmica construida y dispuesta para regular la temperatura de al menos una porción de dicho pistón, que comprende, además, preferiblemente la etapa de mantener la temperatura dentro del pistón a un nivel demasiado bajo para que comience la polimerización hasta que se hayan recibido todos los reactivos de polimerización y se haya sellado el pistón.
- 10 11. El método de la reivindicación 1, en el que el pistón está construido y dispuesto para tolerar una reacción de polimerización adiabática superior a 100°C.
12. El método de la reivindicación 1, en el que el interior del pistón en el que tiene lugar la reacción de polimerización es sustancialmente liso y está recubierto con un material que inhibe la adherencia del polímero en gel húmedo al pistón.
- 15 13. El método de la reivindicación 1, en el que los reactivos de polimerización comprenden, además, un elemento seleccionado de la lista que consiste en: un agente quelante, un inhibidor de retardo de la polimerización, un iniciador térmicamente activado, un componente oxidante de un sistema iniciador redox, un agente reductor de un sistema iniciador redox, y cualquier combinación de los mismos.
- 20 14. El método de la reivindicación 1, en el que la reacción de polimerización es una polimerización simultánea de acrilamida y una hidrólisis de poli(acrilamida) y en la que los reactivos de polimerización comprenden, además, monómero de acrilamida y carbonato de potasio.
15. El método de la reivindicación 1, en el que la coordinación entre los pistones es tal que, justo cuando un primer pistón ha alimentado completamente su polímero en gel húmedo en la etapa de secado, un segundo pistón acaba de completar su reacción de polimerización y empieza a alimentar sus polímeros en gel húmedo a la etapa de secado, preferiblemente en el que la coordinación está entre cuatro pistones.

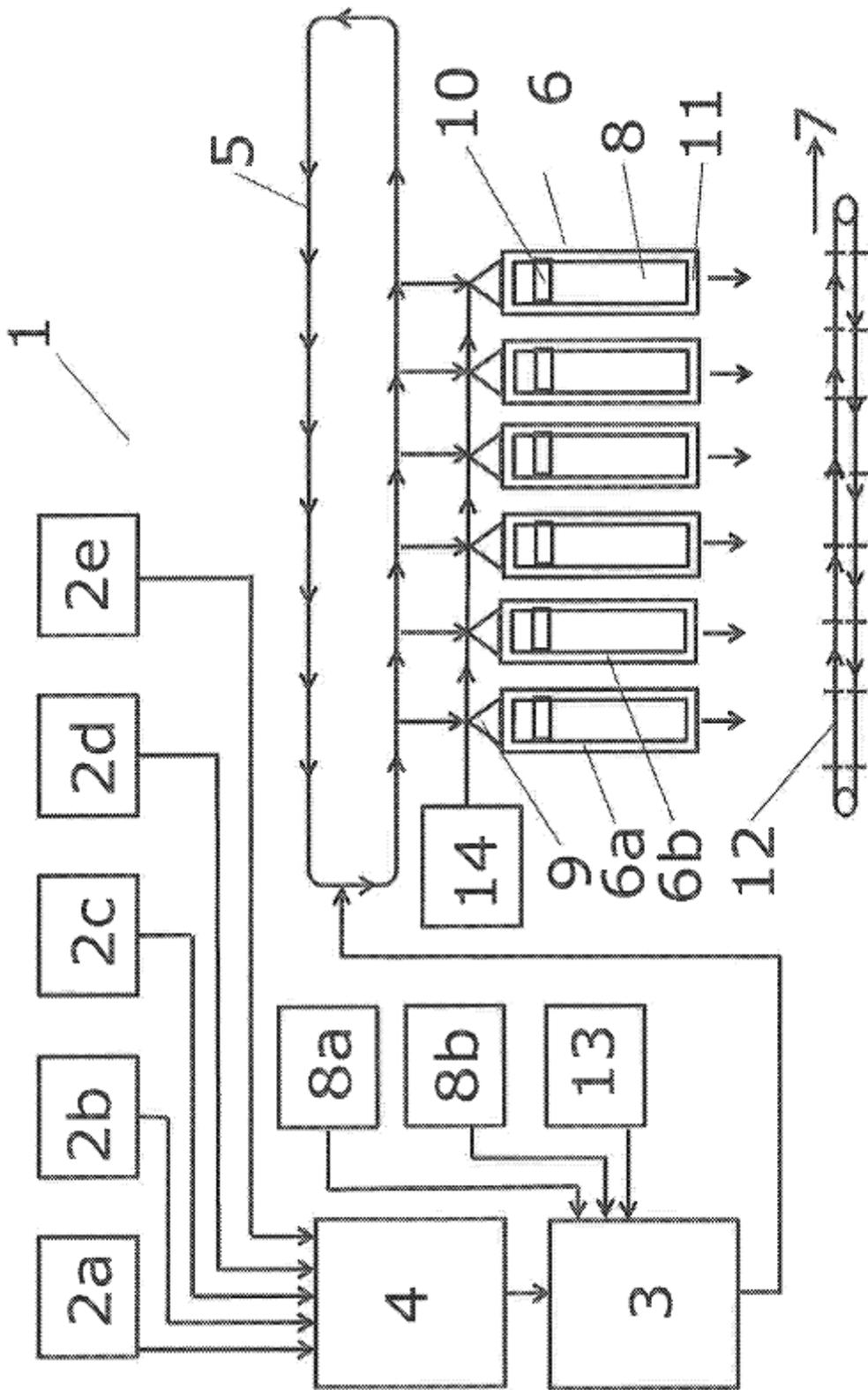


Figura 1

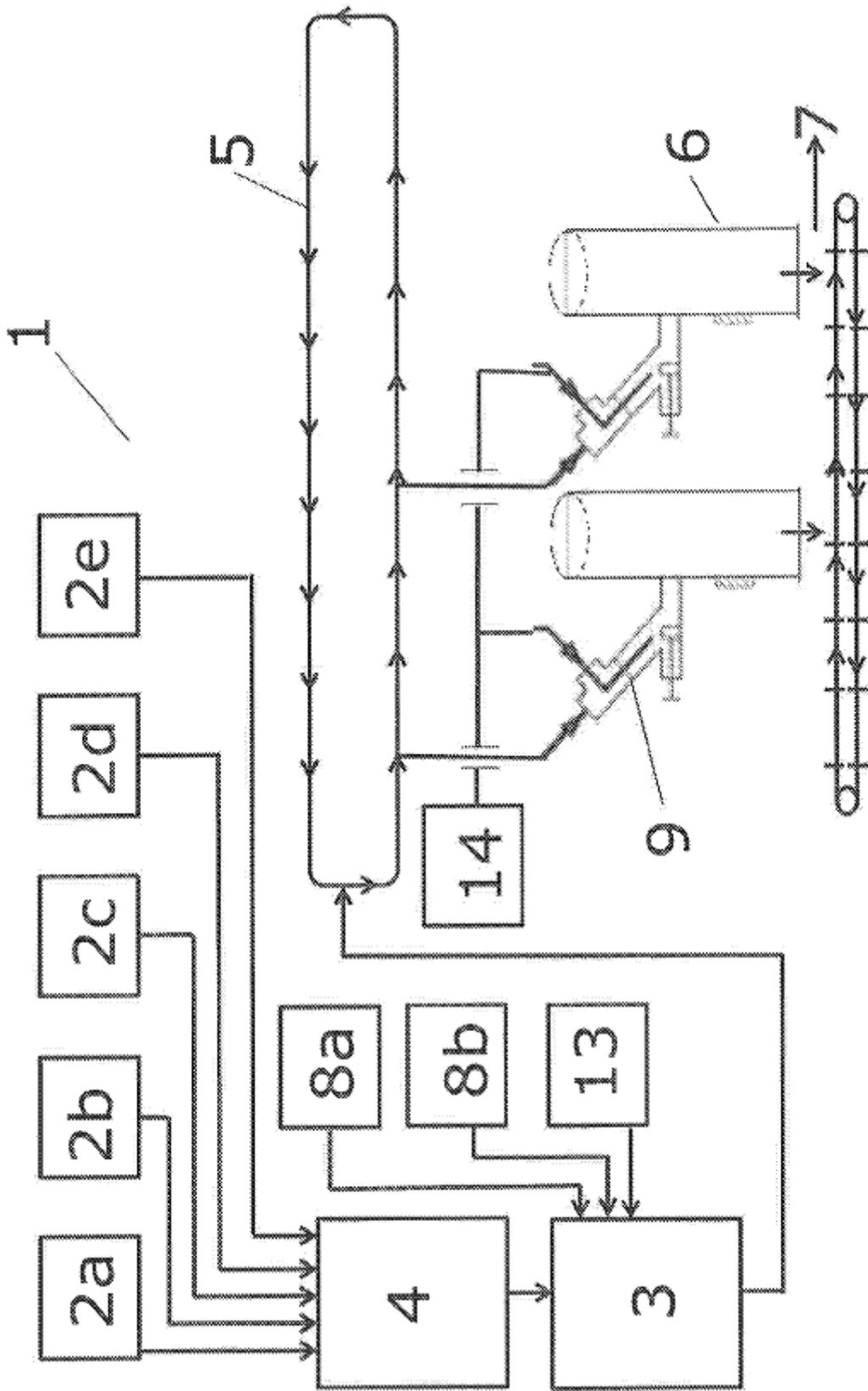


Figura 3