

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 731 239**

51 Int. Cl.:

**B01D 1/20** (2006.01)  
**C08F 6/00** (2006.01)  
**C08C 2/06** (2006.01)  
**C08F 6/10** (2006.01)  
**C08F 6/14** (2006.01)  
**B01D 19/00** (2006.01)  
**B01D 45/14** (2006.01)  
**C08F 6/12** (2006.01)

12

## TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **24.03.2014 PCT/EP2014/055826**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **09.10.2014 WO14161735**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **24.03.2014 E 14712651 (0)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **15.05.2019 EP 2981559**

54 Título: **Procedimiento para la separación de un polímero de una solución o dispersión de polímero**

30 Prioridad:

**04.04.2013 DE 102013205990**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**14.11.2019**

73 Titular/es:

**FRAUNHOFER-GESELLSCHAFT ZUR  
FÖRDERUNG DER ANGEWANDTEN  
FORSCHUNG E.V. (100.0%)  
Hansastraße 27c  
80686 München, DE**

72 Inventor/es:

**WENDLER, ULRICH;  
VATER, MARCUS;  
GEHRHARDT, CARSTEN y  
HERZIG, FRANK**

74 Agente/Representante:

**VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro**

ES 2 731 239 T3

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

## DESCRIPCIÓN

Procedimiento para la separación de un polímero de una solución o dispersión de polímero

- 5 La presente invención se refiere a un procedimiento para la separación de un polímero de una solución o dispersión de polímero así como a un dispositivo o bien una instalación para la realización de este procedimiento.

10 Un procedimiento de preparación de polímeros importante a escala técnica es la polimerización en solución. Para obtener el polímero ha de separarse el disolvente. Es problemático a este respecto entre otras cosas que en el material polimérico quede aún disolvente orgánico. Dado que debido a determinaciones legales y requerimientos medioambientales más rigurosos se requiere con frecuencia un contenido residual muy bajo de sustancias orgánicas volátiles, existe una necesidad de procedimientos eficaces para la separación del polímero de una solución de polímero. Se pone especial énfasis a la compactidad de la estructura técnica de procedimiento así como a la realización del proceso que ahorra energía y es respetuosa con los recursos con evitación en gran parte de un daño del producto.

15 Se conoce realizar la separación del disolvente en la polimerización en solución de polímeros (tal como por ejemplo elastómeros) a través de coagulación/destilación. Tras una pulverización con vapor de agua se transfiere la mezcla obtenida a un recipiente agitado. Las partículas de polímero se encuentran en este recipiente dispersadas en agua líquida. Con calentamiento se transfiere el disolvente que queda aún desde las partículas de polímero a la fase acuosa líquida y desde allí llega al espacio gaseoso. Para expulsar el disolvente orgánico de manera suficiente de las partículas de polímero, es necesario un tiempo de permanencia más largo de esta suspensión de polímero acuosa en el recipiente agitado. La suspensión de polímero acuosa se transfiere habitualmente a al menos otro recipiente agitador. Allí se realiza de manera análoga al primer aparato (eventualmente con presión reducida) mediante energía calorífica otra separación por evaporación del disolvente de las partículas de polímero. Este procedimiento requiere relativamente mucho tiempo. El tiempo de permanencia de polímero promedio en una instalación de este tipo puede ascender por ejemplo a hasta 2 horas, lo que a su vez conduce a una alta carga térmica del polímero. Además deben realizarse tales instalaciones con frecuencia en ciertas dimensiones mínimas para garantizar un modo de funcionamiento estable. Por consiguiente, para un funcionamiento rentable es necesario un rendimiento mínimo, siendo difícil una adaptación de cantidad de productos (especiales) de bajo tonelaje.

20 Por tanto, un objetivo de la presente invención consiste en la facilitación de un procedimiento para la separación de un polímero de una solución de polímero, que pueda realizarse con ahorro de energía y de manera respetuosa con los recursos con evitación en gran parte de un daño del producto y permita una estructura técnica de procedimiento compacta. Otro objetivo de la presente invención consiste en la facilitación de un dispositivo o bien una instalación, con los que pueda realizarse a ser posible de manera eficaz este procedimiento.

25 Se soluciona este objetivo mediante un procedimiento para la separación de un polímero de una solución o dispersión de polímero, que comprende las siguientes etapas:

40 (i) una solución o dispersión de un polímero en un disolvente orgánico se pulveriza mediante la puesta en contacto con vapor de agua en un recipiente pulverizador, en el que una parte del disolvente orgánico se transfiere a la fase gaseosa, una parte del vapor de agua se condensa en forma de gotas y se obtienen partículas de polímero, en las que se encuentra aún disolvente orgánico,

45 (ii) la mezcla obtenida en el recipiente pulverizador se conduce posteriormente a un recipiente de desgasificación de polímero y fluye a través del recipiente de desgasificación de polímero, en el que el disolvente orgánico que se encuentra en las partículas de polímero se expulsa mediante el contacto térmico entre las partículas de polímero y el vapor de agua al menos parcialmente de las partículas de polímero y se transfiere a la fase gaseosa,

50 (iii) la mezcla que abandona el recipiente de desgasificación de polímero se conduce posteriormente a un separador de fases 1 y en el separador de fases 1 se separa el disolvente orgánico que se encuentra en la fase gaseosa y, siempre que aún esté presente, el vapor de agua, de las partículas de polímero y del vapor de agua condensado,

55 (iv) las partículas de polímero separadas y el vapor de agua condensado separado de la etapa (iii) se conducen posteriormente a un separador de fases 2 y en el separador de fases 2 se separan las partículas de polímero del vapor de agua condensado.

60 En el contexto de la presente invención se entiende por "vapor de agua" agua en estado gaseoso.

65 El procedimiento de acuerdo con la invención puede usarse para una pluralidad de distintos polímeros y soluciones de polímero.

Por ejemplo, en el caso del polímero puede tratarse de un elastómero, un termoplástico o de una mezcla de estos

polímeros.

Como elastómeros a modo de ejemplo pueden mencionarse polibutadieno, copolímeros estadísticos de estireno y butadieno así como EP(D)M.

5

Como termoplásticos a modo de ejemplo pueden mencionarse poli(met)acrilatos tal como PMMA.

Los disolventes orgánicos adecuados para polímeros se conocen básicamente por el experto. Dependiendo del tipo de polímero puede tratarse de un disolvente polar o no polar o también de mezclas de estos disolventes. Como disolventes no polares a modo de ejemplo pueden mencionarse disolventes alifáticos o cicloalifáticos o mezclas de los mismos. Como disolventes polares a modo de ejemplo pueden mencionarse éteres o ésteres alquílicos de ácido acético (por ejemplo ésteres alquílicos de ácido acético de cadena larga). Habitualmente, en el caso de la solución de polímero usada en la etapa (i) se trata de la solución de polímero obtenida al final de una polimerización en solución, de la que debe separarse entonces el polímero con ayuda del procedimiento de acuerdo con la invención.

15

En el contexto de la presente invención puede contener la solución de polímero introducida en el recipiente pulverizador además del disolvente orgánico también agua. Es importante únicamente que el disolvente orgánico se encuentre en una cantidad para disolver o para dispersar el polímero al menos parcialmente.

20

La proporción en sólidos de la solución de polímero usada en la etapa (i) puede variarse en el contexto de la presente invención por un amplio intervalo y asciende por ejemplo a del 5-40 % en peso, más preferentemente del 10-30 % en peso o del 12-25 % en peso.

25

Tal como se ha mencionado anteriormente, en la etapa (i) del procedimiento de acuerdo con la invención se pulveriza la solución o dispersión de polímero mediante la puesta en contacto con vapor de agua. Una pulverización de este tipo usando vapor de agua así como elementos de dispositivo adecuados para ello se conocen básicamente por el experto.

30

Por ejemplo puede llevarse a contacto la solución de polímero con el vapor de agua en una boquilla de múltiples sustancias (tal como una boquilla de dos sustancias o de tres sustancias). Siempre que además de la solución de polímero y el vapor de agua deban introducirse otros componentes opcionales en el recipiente pulverizador, puede ser preferente una boquilla de tres sustancias. En el caso de un componente opcional de este tipo puede tratarse por ejemplo de agua de lavado, a la que pueden añadirse eventualmente aún otros aditivos.

35

El orificio a través del cual puede introducirse el vapor de agua en el recipiente pulverizador, puede presentar distintas formas. Por ejemplo, este orificio puede ser de forma circular u ovalado o como alternativa también en forma de ranura. En el contexto de la presente invención es posible que el vapor de agua se introduzca solo a través de un orificio o como alternativa a través de dos o más orificios en el recipiente pulverizador.

40

La introducción de la solución de polímero en el recipiente pulverizador puede realizarse a través de elementos de dispositivo habituales, conocidos por el experto. Por ejemplo puede introducirse la solución de polímero a través de perforaciones en la pared del recipiente pulverizador, preferentemente perforaciones cilíndricas y/o cónicas, en el recipiente pulverizador.

45

Dependiendo del tipo de polímero y de la concentración de polímero ha resultado conveniente un diámetro de perforación de 0,1 a 8 mm, más preferentemente de 0,5 a 6 mm o de 1,0 a 5,0 mm. Sin embargo, otros diámetros de perforación pueden usarse igualmente en el contexto de la presente invención.

50

En una forma de realización preferente se realiza la entrada de la solución de polímero en el recipiente pulverizador con un ángulo de 45-100 °, más preferentemente de 60-95 °, aún más preferentemente de 80-90 ° con respecto a la entrada del vapor de agua en el recipiente pulverizador. Mediante esta orientación relativa uno con respecto a otro puede realizarse una pulverización mejorada de la solución de polímero.

55

En principio, sin embargo, en el procedimiento de acuerdo con la invención pueden estar orientadas de manera paralela también la entrada de la solución de polímero y la entrada del vapor de agua en el recipiente pulverizador, siempre que esta puesta en contacto conduzca aún a una pulverización suficiente de la solución de polímero.

60

Mediante la puesta en contacto de la solución de polímero con el vapor de agua se consigue por un lado una pulverización de la solución de polímero y además tiene lugar una transferencia de energía térmica desde el vapor de agua caliente al disolvente orgánico. Esto provoca además que una parte del disolvente orgánico se transfiera a la fase gaseosa y una parte del vapor de agua condensa en forma de gotas. Además, debido a la transferencia del disolvente orgánico a la fase gaseosa se forman partículas de polímero. La transferencia de energía térmica desde el vapor de agua a la solución de polímero no es sin embargo aún suficiente para obtener ya en el recipiente pulverizador en la etapa (i) partículas de polímero con el contenido deseablemente bajo de disolvente orgánico (tal como se requiere por ejemplo de determinaciones legales). En las partículas de polímero obtenidas en el recipiente pulverizador se encuentra por tanto aún disolvente orgánico, que solo aún ha de separarse en una o varias etapas

65

conectadas posteriormente.

La presión y la temperatura del vapor de agua introducido en el recipiente pulverizador pueden variarse por un amplio intervalo. Igualmente puede variarse la relación en masa de vapor de agua y solución de polímero por un

5

Sin embargo es importante que el vapor de agua en la etapa (i) no condense completamente y por consiguiente en la siguiente etapa (ii) en el recipiente de desgasificación de polímero esté a disposición aún vapor de agua para una transferencia de energía térmica a las partículas de polímero.

10

En el caso del vapor de agua introducido en el recipiente pulverizador puede tratarse por ejemplo de vapor saturado o también de vapor de agua sobre calentado. El vapor de agua introducido en el recipiente pulverizador puede presentar por ejemplo una presión en el intervalo de 3 bar a 25 bar, más preferentemente de 10 bar a 20 bar o de 15 bar a 17 bar.

15

Una relación en masa adecuada de vapor de agua con respecto a solución de polímero en la etapa (i) se encuentra por ejemplo en el intervalo de 0,2 a 3, más preferentemente en el intervalo de 0,3 a 1,5, aún más preferentemente en el intervalo de 0,4 a 1,2.

20

El tamaño de las partículas de polímero formadas en el recipiente pulverizador puede ajustarse mediante variación adecuada de las condiciones de pulverización (por ejemplo geometrías de boquilla, disposición de boquilla, velocidades de vapor, agua de lavado adicional eventualmente con coadyuvantes, etc.). Esto lo conoce básicamente el experto.

25

En el contexto de la presente invención puede variarse el diámetro de las partículas de polímero formadas en el recipiente pulverizador por un amplio intervalo y se encuentra por ejemplo en el intervalo de 0,01-5 mm, más preferentemente de 0,5-3 mm o 1,0-1,5 mm. La determinación del diámetro de partícula promedio se realiza mediante procedimientos de evaluación por análisis de imagen, por ejemplo mediante evaluación óptica con un microscopio óptico con escalamiento. Para ello pueden separarse las partículas de polímero al abandonar el

30

recipiente pulverizador y pueden someterse a estudio bajo el microscopio de luz. El diámetro de una partícula de polímero resulta como la máxima extensión de la superficie de proyección de la partícula que puede distinguirse bajo el microscopio. Por medio de un número suficientemente grande de partículas de polímero se obtiene en promedio el diámetro de partícula promedio.

35

Los diámetros de partícula promedio que se encuentran por debajo o por encima de los intervalos preferentes anteriormente indicados pueden usarse también en el procedimiento de acuerdo con la invención. La separación por evaporación del disolvente orgánico que se encuentra aún en las partículas de polímero puede optimizarse sin embargo en la etapa (ii) cuando el diámetro promedio de las partículas formadas en el recipiente pulverizador se encuentra en los intervalos preferentes anteriormente indicados.

40

Mediante la pulverización en el recipiente pulverizador en la etapa (i) se obtienen una mezcla de tres fases, que contiene por tanto componentes sólidos, gaseosos y líquidos. Esta mezcla de tres fases comprende al menos vapor de agua, disolvente orgánico en forma de gas (es decir evaporado mediante la pulverización), vapor de agua condensado en forma de gotas y partículas de polímero sólidas, en las que se encuentra aún disolvente orgánico.

45

Tal como se ha expuesto anteriormente, en la etapa (ii) del procedimiento de acuerdo con la invención se conduce posteriormente la mezcla obtenida en el recipiente pulverizador a un recipiente de desgasificación de polímero y fluye a través del recipiente de desgasificación de polímero, en el que el disolvente orgánico que se encuentra en las partículas de polímero se expulsa mediante el contacto térmico entre las partículas de polímero y el vapor de agua al menos parcialmente de las partículas de polímero y se transfiere a la fase gaseosa.

50

Dado que la mezcla obtenida en el recipiente pulverizador en la etapa (i) contiene aún vapor de agua, está a disposición este vapor de agua en la etapa (ii) en el recipiente de desgasificación de polímero para una transferencia de energía térmica adicional a las partículas de polímero. En el contexto de la presente invención se determinó que mediante este contacto térmico directo entre partículas de polímero y vapor de agua en el recipiente de desgasificación de polímero puede separarse por evaporación de manera muy eficaz el disolvente orgánico que se encuentra aún en las partículas de polímero.

55

Para llegar a un contacto térmico entre las partículas de polímero y el vapor de agua, han de seleccionarse las condiciones de temperatura y presión en el recipiente de desgasificación de polímero preferentemente de modo que el vapor de agua condensado se encuentre en forma de gotas y no se combine para dar una fase líquida homogénea en la que estuvieran dispersas las partículas de polímero. El ajuste de tales condiciones es posible sin más para el experto considerando su conocimiento técnico general. A modo de ejemplo pueden mencionarse a modo de ejemplo en este contexto una temperatura en el intervalo de 100-140 °C o 100-130 °C y una presión en el intervalo de 1-4 bar abs. o 1-3 bar abs.

60

65

- Las dimensiones y la geometría del recipiente de desgasificación de polímero pueden variarse por un amplio intervalo. Ha resultado conveniente por ejemplo un recipiente de desgasificación de polímero que es al menos por secciones, preferentemente por toda su longitud, en forma de tubo. Una longitud adecuada de un recipiente de desgasificación de polímero de este tipo, preferentemente recipiente de desgasificación de polímero en forma de tubo, asciende por ejemplo a de 0,5-30,0 m, más preferentemente a de 2,0-20,0 m o a de 4,0-10,0 m. Un diámetro adecuado se encuentra por ejemplo en el intervalo de 15-150 mm, más preferentemente de 25-100 mm o de 40-80 mm.
- Preferentemente se hace funcionar el recipiente de desgasificación de modo que la mezcla pulverizada de la etapa (i) fluya de manera continua a través del recipiente de desgasificación y a este respecto se expulse al menos parcialmente el disolvente orgánico que se encuentra en las partículas de polímero mediante contacto térmico con el vapor de agua y el vapor de agua condensado se encuentra en este flujo preferentemente en forma de gotas.
- Dado que el disolvente orgánico que aún queda en las partículas de polímero puede evaporarse de manera muy eficaz mediante contacto térmico con el vapor de agua, puede seleccionarse para el recipiente de desgasificación de polímero un tiempo de permanencia promedio relativamente bajo, lo que reduce a su vez la carga térmica de las partículas de polímero.
- Para permitir una transferencia a ser posible completa de la energía térmica del vapor de agua a las partículas de polímero, por otro lado se selecciona el tiempo de permanencia promedio en el recipiente de desgasificación de polímero preferentemente de manera suficientemente larga, de modo que la mezcla que abandona el recipiente de desgasificación de polímero presente un contenido en vapor de agua a ser posible bajo.
- Preferentemente, el tiempo de permanencia promedio en el recipiente de desgasificación de polímero asciende a de 0,1-10 segundos, más preferentemente a de 0,1-7 segundos o a de 0,1-4 segundos.
- En el contexto de la presente invención se usa el término "tiempo de permanencia promedio" en su significado familiar para el experto y resulta por tanto del cociente del volumen del recipiente de desgasificación de polímero con respecto al flujo de volumen que sale.
- Para el siguiente procesamiento posterior de las partículas de polímero puede ser ventajoso que su diámetro de partícula promedio aumente durante su estancia en el recipiente de desgasificación de polímero mediante aglomeración de partículas. Al abandonar el recipiente de desgasificación de polímero asciende el diámetro promedio de las partículas de polímero a preferentemente de 0,5-40 mm, más preferentemente a de 2 a 20 mm o a de 5-10 mm. Con respecto a la determinación del tamaño de partícula puede remitirse a las realizaciones anteriores, es decir la determinación del diámetro de partícula promedio se realiza mediante procedimientos de evaluación por análisis de imagen, por ejemplo mediante evaluación óptica con un microscopio óptico con escalamiento. Para ello pueden separarse partículas de polímero al abandonar el recipiente de desgasificación de polímero y pueden someterse a estudio con el microscopio óptico. Siempre que las partículas de polímero formadas en el recipiente pulverizador se aglomeren a continuación en el recipiente de desgasificación de polímero para dar partículas más grandes, estas partículas presentan con frecuencia una morfología "a modo de frambuesa". El tamaño de partícula de las partículas de polímero que abandonan el recipiente de desgasificación de polímero puede controlarse por el tiempo de permanencia en el reactor de desgasificación. Cuanto más largo sea el tiempo de permanencia promedio, más alta es la probabilidad de una aglomeración de partículas individuales con formación de partículas más grandes.
- Tal como se ha expuesto anteriormente, en la etapa (iii) del procedimiento de acuerdo con la invención se conduce posteriormente la mezcla que abandona el recipiente de desgasificación de polímero a un separador de fases 1 y en el separador de fases 1 se separa el disolvente orgánico que se encuentra en la fase gaseosa y, siempre que aún esté presente, el vapor de agua, de las partículas de polímero y del vapor de agua condensado.
- En el contexto de la presente invención, el separador de fases 1 es por tanto un recipiente o bien un dispositivo para la separación de los componentes en forma de gas de los componentes líquidos y sólidos.
- Los separadores de fases adecuados para la separación de una fase en forma de gas de una fase líquida y sólida básicamente los conoce el experto. A modo de ejemplo pueden mencionarse en este punto separadores de fases que trabajan por medio de separación por fuerza centrífuga (separador por fuerza centrífuga), por ejemplo un ciclón.
- El disolvente orgánico en forma de gas y, siempre que aún esté presente, el vapor de agua pueden abandonar el separador de fases 1 preferentemente a través de la cabeza, mientras que las partículas de polímero y el vapor de agua condensado abandonan el separador de fases preferentemente a través de una salida del fondo. Tal como se ha mencionado ya anteriormente, la mezcla alimentada al separador de fases 1 presenta un contenido en vapor de agua a ser posible bajo. En consecuencia se prefiere también que la fase en forma de gas separada en el separador de fases 1 presenta un contenido en vapor de agua a ser posible bajo.
- En el contexto de la presente invención puede ser preferente que el disolvente orgánico en forma de gas separado del separador de fases 1 se alimenta a un condensador. En este condensador se hace precipitar el disolvente

orgánico y puede alimentarse a un procesamiento de disolvente.

La presión en el separador de fases 1 puede variarse por un amplio intervalo y se encuentra por ejemplo en el intervalo de 0,1-10 bar abs, más preferentemente en el intervalo de 0,5-3 bar abs o 0,7-1,3 bar abs.

5 Dado que en la etapa (ii) del procedimiento de acuerdo con la invención ya ha tenido lugar una desgasificación muy eficaz de las partículas de polímero, ya no es necesario en las siguientes etapas ningún tratamiento térmico más largo (por ejemplo en un baño de agua agitado, caliente). Como consecuencia no es necesario en la etapa (iii) combinar la separación de fases aún con una etapa de tratamiento térmico para la desgasificación posterior de las partículas de polímero. En particular se prefiere que las partículas de polímero en la etapa (iii) no se dispersen en un baño de agua caliente (por ejemplo en un recipiente agitador) para la desgasificación posterior. Por tanto puede ser preferente que el separador de fases 1 no sea ningún recipiente agitador (por ejemplo ningún recipiente agitador accionado de manera continua).

15 Por tanto se prefiere que el tiempo de permanencia promedio en el separador de fases 1 sea a ser posible bajo. Preferentemente, el tiempo de permanencia en el separador de fases 1 asciende a menos de 100 segundos, más preferentemente a menos de 20 segundos, aún más preferentemente a menos de 10 segundos o incluso menos de 5 segundos. Como límite inferior adecuado para el tiempo de permanencia promedio puede indicarse por ejemplo un valor de 0,5 segundos o 2 segundos.

20 Tal como se ha expuesto anteriormente, en la etapa (iv) del procedimiento de acuerdo con la invención se conducen posteriormente las partículas de polímero separadas y el vapor de agua condensado separado procedente de la etapa (iii) a un separador de fases 2 y en el separador de fases 2 se separan las partículas de polímero del vapor de agua condensado.

25 En el contexto de la presente invención es el separador de fases 2 por tanto un recipiente o bien un dispositivo para la separación de los componentes líquidos de los componentes sólidos.

30 El experto conoce básicamente separadores de fases adecuados para la separación de una fase sólida tal como por ejemplo partículas de polímero de una fase líquida (por ejemplo vapor de agua condensado).

35 Por ejemplo puede realizarse la separación, separándose las partículas de polímero a través de una unidad de recogida de polímero permeable al líquido (por ejemplo un tamiz) del líquido. Otra posibilidad o bien una posibilidad complementaria es la compresión de las partículas de polímero y una expulsión inducida por esto del vapor de agua condensado (es decir de la fase líquida).

40 En una forma de realización preferente comprende el separador de fases 2 una unidad de recogida de polímero (preferentemente un tamiz) y una unidad de compresión de polímero, que presenta una zona de compresión de múltiples árboles, preferentemente de dos árboles e inmediatamente a continuación de esto una zona de compresión de un solo árbol. En esta unidad de compresión de polímero con zonas de múltiples árboles y de un solo árbol se realiza la compresión del material de polímero. La carga de la unidad de compresión con las partículas de polímero se realiza preferentemente a través de la zona de múltiples árboles. Como árboles para la unidad de compresión de polímero pueden usarse por ejemplo árboles de tornillo sinfín.

45 En esta forma de realización preferente se depositan las partículas de polímero sobre la unidad de recogida de polímero (por ejemplo un tamiz) y entonces en primer lugar se alimentan a la zona de múltiples árboles, preferentemente de dos árboles de la unidad de compresión de polímero (por ejemplo por medio de una posición inclinada del tamiz). En el caso de la zona de múltiples árboles puede tratarse por ejemplo de una zona de compresión de dos o más árboles de tornillo sinfín. Estos árboles de tornillo sinfín pueden ser de igual marcha o de marcha opuesta. Como ejemplo puede mencionarse en este contexto una prensa extrusora de doble husillo.

50 El paso de la zona de múltiples árboles a la zona de un solo árbol se realiza preferentemente de manera que únicamente un árbol se extiende por toda la longitud de la unidad de compresión de polímero, mientras que el otro árbol o bien los otros árboles se extiende o bien se extienden solo por una zona parcial de la unidad de compresión de polímero.

55 Preferentemente comienzan todos los árboles en el extremo de la unidad de compresión de polímero, en el que se alimentan las partículas de polímero depositadas en la unidad de recogida (por ejemplo el tamiz). Solo uno de estos árboles se extiende hacia el otro extremo de la unidad de compresión de polímero. Se determinó que mediante la estructura de múltiples árboles en la zona de carga se optimiza la entrada del polímero en la unidad de compresión de polímero, mientras que la estructura de un solo árbol en la parte trasera de la unidad de compresión de polímero permite un mejor establecimiento de la presión y con ello una mejor compresión del material polimérico.

60 En la salida de la unidad de compresión de polímero puede estar colocada una unidad de corte para la generación de partículas de polímero de tamaño homogéneo, por ejemplo en el intervalo de 0,5-20 mm, más preferentemente de 1-10 mm o de 2-5 mm.

A continuación pueden secarse aún las partículas de polímero con un dispositivo de secado habitual hasta obtener la humedad residual deseada.

5 La fase líquida separada en el separador de fases 2 puede separarse por filtración con succión y bombearse a un tanque. En este caso pueden añadirse coadyuvantes a la fase líquida, que influyen en la formación de partículas en el recipiente pulverizador. Desde este tanque puede reconducirse la fase líquida eventualmente como agua de lavado o bien puede separarse del circuito proporcionalmente.

10 Además sirve el separador de fases 2 también para la obturación de la estructura técnica de procedimiento con respecto a la atmósfera.

También en el separador de fases 2 puede usarse un tiempo de permanencia promedio relativamente bajo. Preferentemente, el tiempo de permanencia promedio en el separador de fases 2 asciende a de 1 segundo a 100 segundos, más preferentemente de 5 segundos a 20 segundos.

15 Aunque en el contexto de la presente invención no está excluido que entre las etapas (i)-(iv) puedan estar previstas aún otras etapas de tratamiento, se prefiere que las etapas individuales (i)-(iv) se sucedan directamente.

20 En el procedimiento de acuerdo con la invención, la duración de permanencia corta del polímero en la estructura técnica de procedimiento y los tiempos de permanencia muy bajos unidos a esto desde la entrada en el espacio de pulverización hasta el abandono del segundo separador de fases conducen a una protección del producto, en particular en el caso de polímeros sensibles a la temperatura. La instalación puede configurarse de manera muy compacta, lo que conduce a un gran ahorro de sitio. El procedimiento funciona de manera muy estable también con bajos rendimientos, de manera que pueden realizarse dimensiones pequeñas. La instalación puede modificarse en su configuración de manera muy rápida y por consiguiente puede reajustarse sin gran pérdida de tiempo durante el cambio de producto. A esto se suma una clara reducción del gasto de limpieza.

25 De acuerdo con otro aspecto, la presente invención se refiere a un dispositivo o bien una instalación para la separación de un polímero de una solución o dispersión de polímero, que comprende

- 30
- (a) un recipiente pulverizador,
  - (b) un recipiente de desgasificación de polímero,
  - (c) un primer separador de fases para la separación de una fase gaseosa de una fase líquida y sólida,
  - (d) un segundo separador de fases para la separación de una fase líquida de una fase sólida.
- 35

En cuanto al recipiente pulverizador puede remitirse a las realizaciones anteriores.

40 El recipiente pulverizador presenta uno o varios elementos de dispositivo para la puesta en contacto de una solución de polímero con vapor de agua. Tales elementos de dispositivo los conoce básicamente el experto. Por ejemplo puede usarse para ello una boquilla de múltiples sustancias (por ejemplo boquilla de dos sustancias o de tres sustancias).

45 El orificio a través del cual puede introducirse el vapor de agua en el recipiente pulverizador, puede presentar distintas formas. Por ejemplo, este orificio puede ser de forma circular u ovalado o como alternativa también en forma de ranura. En el contexto de la presente invención es posible que el vapor de agua se introduzca solo a través de un orificio o como alternativa a través de dos o más orificios en el recipiente pulverizador. Para la introducción de la solución de polímero en el recipiente pulverizador pueden colocarse perforaciones en la pared del recipiente pulverizador, preferentemente perforaciones cilíndricas y/o cónicas. Un diámetro de perforación de 0,1 a 8 mm, más preferentemente de 0,5 a 6 mm o de 1,0 a 5,0 mm ha resultado conveniente. Otros diámetros de perforación pueden usarse igualmente sin embargo en el contexto de la presente invención.

50 En una forma de realización preferente, los elementos de dispositivo para la introducción de la solución de polímero y del vapor de agua están dispuestos de modo que la entrada de la solución de polímero en el recipiente pulverizador se realice con un ángulo de 45-100 °, más preferentemente 60-95 °, aún más preferentemente de 80-90 ° con respecto a la entrada del vapor de agua en el recipiente pulverizador.

En cuanto al recipiente de desgasificación de polímero puede remitirse a las realizaciones realizadas anteriormente.

60 Las dimensiones y la geometría del recipiente de desgasificación de polímero pueden variarse por un amplio intervalo. Ha resultado conveniente por ejemplo un recipiente de desgasificación de polímero en forma de tubo. Una longitud adecuada de un recipiente de desgasificación de polímero en forma de tubo de este tipo asciende por ejemplo a de 0,5-30,0 m, más preferentemente a de 2,0-20,0 m o a de 4,0-10,0 m. Un diámetro adecuado se encuentra por ejemplo en el intervalo de 15-150 mm, más preferentemente de 25-100 mm o de 40-80 mm.

65 En cuanto al primer separador de fases (es decir separador de fases 1) para la separación de una fase gaseosa de una fase líquida y sólida puede remitirse a las realizaciones realizadas anteriormente.

Los separadores de fases adecuados para la separación de una fase gaseosa de una fase líquida y sólida los conoce básicamente el experto. A modo de ejemplo pueden mencionarse en este punto separadores de fases que trabajan por medio de separación por fuerza centrífuga (separador por fuerza centrífuga), por ejemplo un ciclón.

5 Preferentemente, el primer separador de fases está configurado de modo que los componentes en forma de gas puedan abandonar el separador de fases a través de la cabeza y las fases líquidas o bien fases sólidas puedan abandonar el separador de fases a través de una salida del fondo. Tal como se ha mencionado anteriormente, el dispositivo comprende un segundo separador de fases (es decir separador de fases 2) para la separación de una fase líquida de una fase sólida. En cuanto a las propiedades preferentes de este separador de fases 2 puede  
10 remitirse igualmente a las realizaciones realizadas anteriormente.

Preferentemente contiene el segundo separador de fases una unidad de compresión de polímero, que presenta una zona de compresión de múltiples árboles, preferentemente de dos árboles e inmediatamente a continuación de esto una zona de compresión de un solo árbol.  
15

En una forma de realización preferente, el separador de fases 2 comprende una unidad de recogida de polímero (preferentemente un tamiz) y una unidad de compresión de polímero que presenta una zona de compresión de múltiples árboles, preferentemente de dos árboles e inmediatamente a continuación de esto una zona de compresión de un solo árbol. En esta unidad de compresión de polímero con zonas de múltiples árboles y de un solo árbol se realiza la compresión del material polimérico. La unidad de recogida de polímero y la unidad de compresión de polímero están dispuestas preferentemente una con respecto a la otra de modo que la carga de la unidad de compresión con el polímero se realice en la zona de múltiples árboles y el polímero abandone la unidad transportadora a través de la zona de un solo árbol. Como árboles pueden usarse por ejemplo árboles de tornillo sinfín.  
20

En la unidad de compresión de polímero se prefiere que únicamente un árbol se extienda por toda la longitud de la unidad de compresión de polímero, mientras que el otro árbol o bien los otros árboles se extiende o bien se extienden solo por una zona parcial de la unidad de compresión de polímero. Preferentemente comienzan todos los árboles en el extremo de la unidad de compresión de polímero, en el que se alimenta el polímero. Solo uno de estos árboles se extiende hasta el otro extremo de la unidad de compresión de polímero.  
25

En la salida o en la proximidad de la salida de la unidad de compresión de polímero puede estar colocada una unidad de corte para la generación de partículas de polímero de tamaño homogéneo, por ejemplo en el intervalo de 0,5-20 mm, más preferentemente de 1-10 mm o 2-5 mm.  
30

Los componentes (a) - (d) están dispuestos preferentemente uno con respecto a otro de modo que en la realización de un procedimiento de separación pueda recorrer un polímero estos componentes en el orden (a) → (b) → (c) → (d).  
35

40 Por medio de los siguientes ejemplos se explica en detalle la presente invención.

### Ejemplos

#### Ejemplo 1:

45 Se mezclan 100 kg/h de solución de un disolvente alifático y un elastómero termoplástico disuelto en el mismo con un contenido en sólidos del 12,5 % en peso en una boquilla de dos sustancias con vapor de agua sobrecalentado de aprox. 16 bar. La relación en masa de vapor de agua con respecto a solución de polímero asciende a aprox. 0,86. Durante esta pulverización en el recipiente pulverizador se evapora el disolvente, mientras que el vapor de agua condensa. Sin embargo, la condensación del vapor de agua es incompleta. Se obtiene en el recipiente pulverizador una mezcla de tres fases, que comprende disolvente orgánico en forma de gas evaporado, vapor de agua, vapor de agua condensado en forma de gotas y partículas de polímero. En las partículas de polímero se encuentra aún disolvente orgánico.  
50

55 La mezcla de tres fases procedente del recipiente pulverizador se conduce por un reactor tubular de 8 m de longitud y 55,1 mm de dimensionamiento. Este reactor tubular actúa para las partículas de polímero como recipiente de desgasificación. Mientras que la mezcla fluye a través del recipiente de desgasificación en forma de tubo, las partículas de polímero se encuentran en contacto térmico con el vapor de agua aún existente, de manera que se separa por evaporación el disolvente orgánico que se encuentra aún en estas partículas de polímero y se transfiere a la fase gaseosa. El tiempo de permanencia promedio en el recipiente de desgasificación de polímero en forma de tubo asciende a aprox. 0,2 segundos.  
60

A continuación se separan en un ciclón, que actúa como separador de fases 1, el disolvente en forma de gas y el vapor de agua en exceso con presiones de 0,95 bar abs. El disolvente orgánico separado se hace precipitar en un condensador adecuado a temperaturas de agua fría entre 6 y 10 °C. Las partículas de polímero y el vapor de agua condensando se separan a través de una salida del fondo y se alimentan a un segundo separador de fases.  
65

En el segundo separador de fases se recogen las partículas de polímero sobre un tamiz y se alimentan al extremo de dos árboles de la unidad de compresión de polímero. Solo uno de estos árboles se extiende por toda la longitud de la unidad de compresión de polímero, de modo que el material polimérico tras abandonar la zona de compresión de dos árboles llega a una zona de compresión de un solo árbol y a través de ésta abandona la unidad de compresión de polímero. Al abandonar la unidad de compresión de polímero se corta el polímero mediante una unidad de corte en partículas de polímero de tamaño homogéneo de 5 mm. El separador de fases sirve para la separación de la fase líquida del polímero, para la reconducción del condensado de vapor en el circuito de procesamiento así como para la obturación técnica de presión del sistema.

10 **Ejemplo 2:**

Se mezclan 200 kg/h de solución de caucho de un disolvente cicloalifático con un contenido en sólidos del 15 % en una boquilla de tres sustancias con vapor de agua sobrecalentado con una presión de aprox. 16 bar así como con agua de lavado acondicionada con una temperatura de aprox. 85 °C. La relación en masa de vapor de agua con respecto a solución de polímero asciende a 1,15, la relación de flujo de masa de agua de lavado con respecto a la solución de caucho asciende a 3,50. Durante esta pulverización en el recipiente pulverizador se evapora el disolvente, mientras que el vapor de agua condensa. Sin embargo, la condensación del vapor de agua es incompleta. Se obtiene en el recipiente pulverizador una mezcla de tres fases, que comprende disolvente orgánico en forma de gas evaporado, vapor de agua, vapor de agua condensado en forma de gotas y partículas de polímero. En las partículas de polímero se encuentra aún disolvente orgánico.

El sistema de tres fases se conduce por un reactor tubular de 4,0 m de longitud y de 44,3 mm de dimensionamiento. Este reactor tubular actúa para las partículas de polímero como recipiente de desgasificación. Mientras que la mezcla fluye a través del recipiente de desgasificación en forma de tubo, las partículas de polímero se encuentran en contacto térmico con el vapor de agua aún existente, de manera que se separa por evaporación el disolvente orgánico que se encuentra aún en estas partículas de polímero y se transfiere a la fase gaseosa. El tiempo de permanencia promedio en el recipiente de desgasificación de polímero en forma de tubo asciende a aprox. 0,1 segundos.

A continuación se separan en un ciclón, que actúa como separador de fases 1, el disolvente en forma de gas y el vapor de agua en exceso del agua de lavado, del vapor de agua condensado y las partículas de polímero con una presión de 0,85 bar abs. El disolvente orgánico separado se hace precipitar en un condensador adecuado a temperaturas de agua fría entre 6 y 10 °C. Las partículas de polímero y el vapor de agua condensando se separan a través de una salida del fondo y se alimentan a un segundo separador de fases.

En el segundo separador de fases se recogen las partículas de polímero sobre un tamiz y se alimentan al extremo de dos árboles de la unidad de compresión de polímero. Solo uno de estos árboles se extiende por toda la longitud de la unidad de compresión de polímero, de modo que el material polimérico tras abandonar la zona de compresión de dos árboles llega a una zona de compresión de un solo árbol y a través de ésta abandona la unidad de compresión de polímero. Al abandonar la unidad de compresión de polímero se corta el polímero mediante una unidad de corte en partículas de polímero de tamaño homogéneo de 3 mm. El separador de fases sirve para la separación de la fase líquida del polímero, para la reconducción del condensado de vapor y del agua del lavado al circuito de procesamiento para la optimización energética y ecológica así como para la obturación técnica de presión del sistema.

## REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para la separación de un polímero de una solución o dispersión de polímero, que comprende las siguientes etapas:
- 5 (i) una solución o dispersión de un polímero en un disolvente orgánico se pulveriza mediante la puesta en contacto con vapor de agua en un recipiente pulverizador, en el que una parte del disolvente orgánico se transfiere a la fase gaseosa, una parte del vapor de agua se condensa en forma de gotas y se obtienen partículas de polímero, en las que se encuentra aún disolvente orgánico,
- 10 (ii) la mezcla obtenida en el recipiente pulverizador se conduce posteriormente a un recipiente de desgasificación de polímero y fluye a través del recipiente de desgasificación de polímero, en el que el disolvente orgánico que se encuentra en las partículas de polímero se expulsa mediante el contacto térmico entre las partículas de polímero y el vapor de agua al menos parcialmente de las partículas de polímero y se transfiere a la fase gaseosa,
- 15 (iii) la mezcla que abandona el recipiente de desgasificación de polímero se conduce posteriormente a un separador de fases 1 y en el separador de fases 1 se separa el disolvente orgánico que se encuentra en la fase gaseosa y, siempre que aún esté presente, el vapor de agua de las partículas de polímero y del vapor de agua condensado,
- 20 (iv) las partículas de polímero separadas y el vapor de agua condensado separado de la etapa (iii) se conducen posteriormente a un separador de fases 2 y en el separador de fases 2 se separan las partículas de polímero del vapor de agua condensado.
2. El procedimiento según la reivindicación 1, en el que la solución de polímero se lleva a contacto con el vapor de agua en una boquilla de múltiples sustancias.
- 25 3. El procedimiento según la reivindicación 1 o 2, en el que la entrada de la solución de polímero en el recipiente pulverizador se realiza con un ángulo de 45-100 ° con respecto a la entrada del vapor de agua en el recipiente pulverizador.
- 30 4. El procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, en el que el vapor de agua introducido en el recipiente pulverizador presenta una presión en el intervalo de 3-25 bar; y/o la relación en masa de vapor de agua con respecto a solución de polímero en la etapa (i) se encuentra en el intervalo de 0,2-3.
- 35 5. El procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, en el que el diámetro promedio de las partículas de polímero formadas en el recipiente pulverizador se encuentra en el intervalo de 0,01-5 mm.
- 40 6. El procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, en el que el recipiente de desgasificación de polímero es al menos por secciones en forma de tubo; y/o la mezcla pulverizada de la etapa (i) fluye de manera continua a través del recipiente de desgasificación de polímero y el vapor de agua condensado se encuentra en el flujo en forma de gotas.
7. El procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, en el que el tiempo de permanencia promedio en el recipiente de desgasificación de polímero asciende a de 0,1-10 segundos.
- 45 8. El procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, en el que la separación del disolvente orgánico que se encuentra en la fase gaseosa y, siempre que aún esté presente, del vapor de agua de las partículas de polímero y del vapor de agua condensado se realiza en el separador de fases 1 por medio de separación por fuerza centrífuga.
- 50 9. El procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, en el que el tiempo de permanencia promedio en el separador de fases 1 asciende a menos de 100 segundos.
- 55 10. El procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, en el que en la etapa (iv) se realiza la separación de las partículas de polímero del vapor de agua condensado, comprimiéndose las partículas de polímero; y/o en el que el separador de fases 2 comprende una unidad de recogida de polímero y una unidad de compresión de polímero, que contiene una zona de compresión de múltiples árboles y una zona de compresión de un solo árbol.
- 60 11. Una instalación para la separación de un polímero de una solución o dispersión de polímero, que comprende
- (a) un recipiente pulverizador,
- (b) un recipiente de desgasificación de polímero,
- (c) un primer separador de fases para la separación de una fase en forma de gas de una fase líquida y sólida,
- (d) un segundo separador de fases para la separación de una fase líquida de una fase sólida.

12. La instalación según la reivindicación 11, en la que el recipiente pulverizador contiene elementos de dispositivo para la introducción de la solución de polímero y del vapor de agua y estos elementos de dispositivo están dispuestos de modo que la entrada de la solución de polímero en el recipiente pulverizador se realiza con un ángulo de 45-100 ° con respecto a la entrada del vapor de agua en el recipiente pulverizador.
- 5
13. La instalación según la reivindicación 11 o 12, en la que el recipiente de desgasificación de polímero es al menos por secciones en forma de tubo.
- 10
14. La instalación según una de las reivindicaciones 11-13, en la que el primer separador de fases (c) es un separador de fases por fuerza centrífuga.
- 15
15. La instalación según una de las reivindicaciones 11-14, en la que el segundo separador de fases (d) contiene una unidad de compresión de polímero, que presenta una zona de compresión de múltiples árboles y una zona de compresión de un solo árbol.
- 15
16. La instalación según la reivindicación 15, en la que el segundo separador de fases (d) contiene una unidad de recogida de polímero y la unidad de recogida de polímero y la unidad de compresión de polímero están dispuestas una con respecto a otra de modo que la carga de la unidad de compresión de polímero con un polímero puede realizarse en la zona de compresión de múltiples árboles.