

280171

280171



18 OCT. 1962

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud

de

PATENTE DE INVENCION

formulada el 21 de Agosto de 1962, con el No. 280.171

en

ESPAÑA

por VEINTE años

a nombre de PHILLIPS PETROLEUM COMPANY, entidad norteamericana, establecida en Bartlesville, Oklahoma, Estados Unidos de América, por:

"UN PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION CONTINUA DE POLIMEROS"

Este invento se refiere a un sistema de control de polimerización continua.

En la polimerización de monómeros insaturados para formar polímeros de alto peso molecular, se usan varios métodos de control. En uno de los sistemas, se hacen pruebas sobre el producto acabado, y esto proporciona la base para cambiar la receta o la relación de monómero, para obtener un producto que cumpla las normas deseadas. El presente in-

5

280171



vento se refiere a un sistema de control que da una medida continua del grado de polimerización y que utiliza esta medida para el control continuo de factores que influyen en el grado de polimerización.

5 Como es bien conocido en la técnica de la polimerización en emulsión, en la que se incluye el invento, la polimerización se inicia añadiendo un iniciador y se para la polimerización mediante la adición de un inactivador. En la producción de caucho sintético por copolimerización de butadieno y estireno, la operación normal consiste en añadir una cantidad específica de iniciador al comienzo de la polimerización y añadir una cantidad adicional de iniciador, generalmente designado con el nombre de activador, si la polimerización no transcurre a la velocidad adecuada. La mayoría de las polimerizaciones de este tipo se realizan a, aproximadamente, 60 por ciento de conversión de monómero. La polimerización se para en el punto conveniente mediante la adición de un agente inactivador. En general, por lo menos el reactor final es un tubo largo, adoptándose las medidas necesarias para añadir el inactivador en uno de una multiplicidad de puntos a lo largo de este tubo. Este tubo lleva la denominación de zona de desplazamiento. Otra variable es la temperatura de polimerización, duplicándose aproximadamente la velocidad de polimerización por cada 10°C de incremento en los límites útiles de -34° C a 65° C.

20 Es sabido también que la densidad del látex producido por polimerización en emulsión varía de acuerdo con el grado de polimerización. Más particularmente, en la producción de copolímeros cauchoides butadieno/estireno, la densidad del polímero es diferente de la del agua y la mezcla de mo-



280171

números.

A continuación se indican los objetos del invento.

Uno de estos objetos es proporcionar un sistema de control de polimerización continuo. Otro objeto es proporcionar un sistema de control de polimerización continuo en el que se determina la densidad de la mezcla de polimerización y en el que dicha determinación se usa para controlar factores que controlan la polimerización, tal como la temperatura y los ingredientes que inician y paran la polimerización. Otro objeto más del invento es proporcionar la medición continua de la conversión, con el fin de conseguir un funcionamiento mejorado del reactor, mayor producción y mejor calidad del producto.

Otros objetos de este invento se deducirán fácilmente por los expertos en esta técnica de la lectura de esta Memoria descriptiva que incluye un dibujo, que comprende.

La Figura 1: dibujo esquemático de una realización del invento;

La Figura 2: un sistema de control eléctrico para ajustar el funcionamiento de la válvula;

La Figura 3: un dibujo esquemático de modificación del sistema de la Figura 1;

La Figura 4: una curva que presenta la relación entre conversión por ciento y tiempo de reacción para un sistema de reacción particular;

La Figura 5: una curva que presenta la relación entre densidad de látex y conversión por ciento; y

La Figura 6: un dibujo esquemático que presenta con más detalle, una parte del sistema de control de la Figura 1.



280171

En términos generales, el invento se basa en un mejoramiento en un sistema de polimerización en emulsión, comprendiendo dicho mejoramiento mantener la conversión sustancialmente constante, determinando los cambios de densidad de la mezcla de polimerización, y controlando la temperatura de polimerización o el suministro de iniciador o de inactivador, o de ambos ingredientes, en proporción a los cambios de densidad de la mezcla de polimerización. El invento es aplicable a la polimerización en emulsión acuosa, donde la densidad del polímero producido es diferente de la del agua y diferente de la densidad de los monómeros. El campo más amplio de polimerización de tales monómeros es el de la producción de polímeros de dienos conjugados que contienen hasta 8 átomos de carbono, y el de la producción de copolímeros de estos dienos con monoolefinas copolimerizables. Entre los dienos adecuados figuran: 1,3-butadieno, isopreno, 2,3-dimetil-1,3-pentadieno y 1,3-octadieno. Entre los copolímeros específicos a que es aplicable el presente invento figuran los de estireno y butadieno, 2-metil-5-vinilpiridina y butadieno, y terpolímeros, tales como polímeros de 2-metil-3-vinilpiridina, acrilonitrilo y butadieno. Esta lista sugerirá a los expertos en esta técnica otros muchos monómeros a los que es aplicable el presente invento. Los polímeros particulares no son nuevos, siendo ya conocidos desde hace muchos años en esta especialidad. Análogamente, son adecuados varios sistemas de polimerización, y el presente invento no depende de ninguna receta de polimerización en emulsión particular, presentándose, en los ejemplos que aquí se dan, recetas diferentes. Para mayores detalles referentes a la poli-

280171

18



merización en emulsión, puede verse "Synthetic Rubber", de Whitby, 1954, (John Wiley and Sons), capítulo 8, dedicado a la polimerización en emulsión.

5 El invento se describe específicamente en los dibujos a los que se hace referencia a continuación. La Figura 1 ilustra esquemáticamente el invento tal como se aplicaría a un sistema de polimerización usando una serie de reactores grandes, tal como los que se describen por Larson en Chemical Engineering Progress, Volumen 47, n.5, mayo, 10 1951, páginas 270-274. El sistema reactor 10 de la Figura 1 corresponde a la serie de reactores descritos por Larson. Los diferentes ingredientes se suministran al reactor 10 a través del conducto 11, incluyendo éstos el conducto de alimentación de monómero 12, conducto de suministro de 15 agua 13, un conducto 14 que suministra los otros ingredientes para la polimerización, y el conducto 16 provisto con la válvula 17 que suministra el iniciador. Desde el último reactor, la mezcla de polimerización se carga por el conducto 18 en un reactor de desplazamiento, comprendien- 20 do éste una zona alargada que tiene curvas 19, 21 y 22. El conducto 23 suministra la mezcla al aparato de recuperación de monómero y polímero (no representado). Como es lógico, la zona de desplazamiento puede ser un tubo largo o como se representa y puede comprender muchas más curvas 25 que las representadas. La tubería de suministro de inactivador está provista de los conductos 26, 27 y 28, que comunican con puntos separados dentro de la zona de desplazamiento. Los conductos 26, 27 y 28 están provistos de válvulas 29, 31 y 32, respectivamente.

30 En la forma operatoria que se venía practicando an-

280171



tes de ahora, el producto contenido en la línea 23 se en-
sayaba, para conocer la conversión, y el punto de introduc-
ción del agente inactivador se ajustaba a mano para añadir
inactivador en el punto adecuado de la zona de desplazamien-
to. El invento proporciona control automático continuo de
la adición de inactivador. Como es lógico, se dispone de
sistemas diferentes de control de la densidad. Uno de ellos,
particularmente adecuado, es el densímetro Ohmart. Estos
densímetros utilizan células Ohmart, que se encuentran en
el comercio, y que están descritas en "Industrial Applica-
tions of Ohmart Cells", por P.E. Ohmart y H.L. Cook, Jr. El
funcionamiento de estas células está descrito en Journal of
Applied Physics, vol.22, 1504-5(1951).

La figura 1 incluye un esquema de un sistema de este
tipo. Una parte, 18A, del conducto 18 se representa en sec-
ción aumentada. Cerca del mismo, hay colocado un tubo de
referencia 34. Entre estos tubos, hay colocada una célula
de fuente radiactiva 36. Células detectoras 37 y 38 están
colocadas adyacentes a los miembros 18A y 34, produciendo
éstas una corriente proporcional a la cantidad de radiación
transmitida a través del material conductor. La salida de
cada una de estas células está conectada con el amplifica-
dor 39. Las células detectoras están dispuestas generalmen-
te de modo que las corrientes producidas se oponen mutua-
mente y, por consiguiente, la salida del amplificador 39
es 0 cuando la densidad en 18A corresponde a la deseada,
es decir, igual a la de la célula de referencia 34. Por me-
dio del conmutador 41, la salida del amplificador A puede
alimentarse al controlador registrador 42. La salida del
controlador registrador 42 se conecta con la válvula 17



por medio de un conducto 43, operando esta válvula neumáticamente por medio de aire suministrado por el conducto 44.

5 Por medio del conmutador 46, puede alimentarse la salida del amplificador 39 en el controlador registrador 47. Por medio de la línea 48, el controlador registrador 47 abre individualmente una de las válvulas 29, 31 y 32.

10 La figura 2 ilustra con detalle un tipo de sistema de control adecuado para uso en el controlador registrador 47. Se usan preferiblemente válvulas solenoides, accionadas eléctricamente, en el sistema de control de inactivador. En la figura 2, se usa un instrumento de tipo galvanómetro, suministrándose le fuerza desde una fuente
15 como, por ejemplo, un arrollamiento 53, o un motor que responda a la salida del amplificador 39. El brazo 52 entra en contacto con los segmentos en 54, 56 y 57 que, a su vez están conectados con las bobinas 58, 59 y 61 que actúan sobre las válvulas 29, 31 y 32, respectivamente. Las válvulas
20 29, 31 y 32 son del tipo de las que están abiertas cuando están excitadas. Así, pues, cuando la conversión, y por tanto la densidad de la emulsión, es elevada, la corriente procedente del amplificador A indica que hay que añadir inactivador a la curva de aguas arriba 19 y la corriente
25 fluye a través de la bobina 58 para abrir la válvula 29. Cuando disminuye la conversión, el brazo 52 se mueve para abrir una válvula, más aguas abajo, para permitir una conversión ligeramente mayor antes de añadir el inactivador. En cada momento no hay abierta más que una sola válvula.

30 En general, se consigna un control satisfactorio cuan-

280171



do el sistema se usa para regular la adición de iniciador
o la adición de inactivador. Sin embargo, en algunos casos,
los dos interruptores 41 y 46 están cerrados, y el control
se mantiene ajustando la cantidad de iniciador y el punto
5 de adición del inactivador.

Finalmente, haciendo referencia de nuevo a la Figura
1, se proporciona un sistema de control de temperatura.
Las vasijas en el sistema de reacción 10 y la zona de des-
plazamiento están provistas de un sistema de cambio térmi-
co. Se hace pasar al sistema reactor 10, un refrigerante,
10 suministrado por el conducto 66, a través del conducto 67,
que tiene la válvula 68, y a las camisas de cambio térmico
de la zona de desplazamiento, por el conducto 69, que tie-
ne la válvula 71. El conducto 72 es el conducto de efluen-
te refrigerante. Por medio del interruptor 73, la salida
15 del amplificador 39 puede alimentarse al controlador regis-
trador 74. La salida del controlador registrador 74 se conec-
ta a las válvulas 68 y 71 por medio de conductos 76 y 77 res-
pectivamente, funcionando estas válvulas neumáticamente me-
diante aire suministrado por el conducto 78. En la línea
20 76 está la válvula 79 y esta válvula, cuando está cerrada,
limita el control de temperatura al control de la zona de
desplazamiento.

El sistema de control de temperatura de cada reactor
25 se representa con más detalles en la figura 6, donde se
muestra un reactor 81 provisto de camisa de cambio térmi-
co 82. El refrigerante se suministra por el conducto 83,
que tiene la válvula 84, y se retira por el conducto 85.
El control de temperatura usual se proporciona mediante el
30 bulbo sensible 86 que opera en conexión con el controlador



280171

registrador de temperatura 87. La salida del controlador
 87 se conecta a la válvula 84 por medio de un conducto 91,
 funcionando esta válvula neumáticamente por medio de aire
 suministrado por el conducto 88. En esta figura, el con-
 ducto 89 corresponde al conducto 76 de la figura 1, y la
 salida procedente de los medios sensitivos de densidad sir-
 ve como control de extralimitación.

Usando el sistema de control de temperatura, los reac-
 tores de polimerización se ajustan para operar a una tempe-
 ratura predeterminada (generalmente 5°C para el llamado
 caucho "frío", y 50°C para el caucho "caliente"). Cuando
 se origina un cambio en otra variable, resulta un cambio
 en la conversión y, por tanto, en la densidad de la emul-
 sión. Dicho de modo más concreto, una conversión menor da-
 ría densidad de emulsión más baja y el aparato hace los
 ajustes para esto incrementando la temperatura del reactor
 hasta que se alcanza otra vez la conversión deseada. Gene-
 ralmente, la válvula 79 está cerrada y la temperatura se
 varía sólo en la zona de desplazamiento. Esto da un
 control más riguroso y disminuye la demora de tiempo en
 el sistema.

La figura 3 ilustra una modificación del sistema de
 la Figura 1, aunque el sistema es sustancialmente el mismo.
 En esta figura el invento se representa aplicado a polime-
 rización continua en tubo. La polimerización en tubo es
 una polimerización en la que los monómeros se polimeri-
 zan en flujo sustancialmente continuo, sin mezclado a tra-
 vés de una zona de polimerización que es bastante larga
 con respecto al área de sección transversal. Un sistema
 de este tipo está descrito en la patente americana núme-



280171

ro 2.259.180 concedida el 14 de Octubre de 1941 a Schoenfeld
y col. En esta figura, el monómero se suministra por el con-
ducto 101, el agua por el conducto 102, otros ingredientes
de polimerización por el conducto 103, y el iniciador por el
5 conducto 104, a una zona de polimerización en tubo 106. Pa-
ra la polimerización en este sistema, se usan las recetas
de polimerización más rápidas y hay una longitud considera-
ble entre el comienzo y el fin de la zona de polimerización,
siendo la representación que se da en la Figura 3 un tanto
10 abreviada. Como se ve, el iniciador puede suministrarse al
comienzo de la zona de polimerización por medio del conduc-
to 107, controlándose este suministro por la válvula 108,
o en un punto corriente abajo en la zona de polimerización
por medio del conducto 109 provisto de la válvula 111. Se
15 suministra inactivador al final de la zona de polimeriza-
ción por medio del conducto 112 y los conductos 113, 114 y
116, estando provistos estos últimos conductos con válvu-
las 117, 118 y 119. El control de la polimerización se pro-
porciona por medios sensitivos de densidad 121, 122 y 123.
20 El medio sensitivo de densidad 121 se coloca a corta distan-
cia a lo largo de la zona de polimerización 106 y sirve pa-
ra medir el grado de polimerización poco después de que se
ha iniciado. El medio sensitivo de densidad 122 está situa-
do más corriente abajo y mide la densidad después de que la
25 polimerización está ya bien en marcha. El medio sensitivo
123 mide la densidad después de la zona de polimerización
e inmediatamente antes de tratamiento posterior de la mez-
cla de polimerización. El medio sensitivo de densidad 121
está conectado al controlador registrador 124 por la línea
30 126, que se extiende desde el controlador registrador 124.

180



280171

El conducto 127, que tiene la válvula que actúa a mano 133, se extiende al conducto 128, que, a su vez, está conectado con la válvula neumática 108. El conducto 136 se extiende desde el medio sensitivo de densidad 122 hasta el controlador registrador 137. Desde el controlador registrador 137, el conducto 131 se extiende a los conductos 129, que tiene la válvula 138 y el conducto 132, que tiene la válvula que actúa a mano, 139. El conducto 129 conecta con el conducto 128 y con el conducto 132, que está conectado a la válvula neumática 111. Los controladores registradores 124 y 137 están provistos con líneas de suministro de aire 141 y 142, respectivamente.

El medio sensitivo de densidad 123 está conectado por medio de la línea 151 al controlador registrador 152. El controlador registrador 152 opera conectado a las válvulas 117, 118 y 119, por medio de líneas 153, 154 y 155.

De la descripción de la Figura 3, se deduce que son posibles varios métodos operatorios. En primer lugar, pueden controlarse la cantidad y el punto de introducción del iniciador. Frecuentemente, la operación se realiza añadiendo la totalidad del iniciador al comienzo de la polimerización. Sin embargo, a veces conviene añadir una pequeña cantidad adicional después de que ha empezado la polimerización. El medio sensitivo de densidad 121 da una medida de la polimerización poco después de que ha empezado, y el medio sensitivo de densidad 122 da esta misma información en un punto posterior del proceso. Por el método representado, puede controlarse el control del iniciador por la determinación de 121 o 122. Si 121 ha de proporcionar la totalidad del control, la válvula 133 está abierta, la

280171 18 DC



válvula 138 está cerrada y la válvula 139 está cerrada. El controlador registrador 124 controla la cantidad total de iniciador. Si el controlador registrador 137 ha de servir como único control, la válvula 133 está cerrada, la válvula 139 está cerrada y la válvula 138 está abierta. Según otro modo operatorio, pueden usarse ambas mediciones de densidad. En este caso, la válvula 133 está abierta, la 138 está cerrada y la 139, abierta. En este método operatorio, el controlador registrador 124 controla la cantidad de la introducción de iniciador inicial, y el controlador 137 controla la carga de activador.

Además del control de iniciador, se proporciona también un sistema para controlar la adición de inactivador. Esto se hace usando el controlador registrador 152 que está conectado con el medio sensitivo 123. La operación de la adición de inactivador es igual que la que se ha descrito al tratar de la zona de desplazamiento de la Figura 1. El sistema de control de temperatura de la Figura 1 puede adaptarse también al sistema de polimerización de la Figura 3.

En la Figura 4, se reproduce una curva que muestra la relación entre el porcentaje de conversión y el tiempo en la producción de caucho sintético por la receta de polimerización siguiente a 5°C.

	<u>Partes en peso</u>
Butadieno	72,5
Estireno	27,5
Agua	21,5
Jabón potásico de ácido graso	5,7
Cloruro potásico	0,4



280171

Partes en peso

	Sal sódica de un ácido naftalenosulfónico condensado con formaldehido	0,2
	Sal tetrasódica de ácido etilenodiaminatetracético	0,055
5	Sulfato ferroso, heptahidrato	0,02
	Formaldehido-sulfoxilato sódico	0,05
	Hidroperóxido de p-mentano	0,06

La Figura 3 es una curva que muestra la relación entre la densidad de látex de butadieno estireno sin arrastrar a varios niveles de conversión. Las densidades que se dan en esta figura se determinaron a 25° C.

Los siguientes ejemplos ilustran con más detalle el invento, aunque, como puede comprenderse, las cifras, tiempos, etc., particulares, no deben considerarse indebidamente limitativos.

EJEMPLO I

Se produce un látex de caucho sintético en el aparato de la Figura 1, usando la receta de butadieno/estireno indicada arriba. Para el producto deseado, se determina que se necesita, aproximadamente, una conversión de 77 por ciento. Partiendo de esta conversión, puede verse por la Figura 4, que se necesita, aproximadamente, un tiempo de reacción de 6 horas, y que la densidad del producto será, aproximadamente, 0,956. El flujo a través de la cadena reactiva se ajusta para que proporcione este tiempo de residencia en el momento en que la mezcla de polimerización ha alcanzado la zona de desplazamiento. De acuerdo con esto, la densidad en la zona 18A del conducto 18 será algo menor que esta cifra. Se usa una referencia correspondiente en



280171

la zona 34, y el aparato se ajusta para añadir inactivador a través del conducto 27. Si la polimerización es más rápida, la densidad en la zona 18a aumentará y el controlador registrador 47 cerrará la válvula 31 en la línea 27 y abrirá la válvula 29 en el conducto 26. De este modo, el inactivador se añadirá más pronto y puede mantenerse constante la conversión final. De manera análoga, la adición del iniciador puede variarse en cantidad.

EJEMPLO II

Se prepara un copolímero cauchoide de butadieno/estireno por polimerización en emulsión usando el aparato representado en la Figura 3. Esta polimerización se realiza usando la siguiente receta:

	<u>Partes en peso</u>
Agua	300
1,3-butadieno	78
Estireno	22
Acido láurico	5,00
Acido resínico desproporcionado	16,00
KOH	1,50
KCl	0,30
Sal sódica de ácido arilsulfónico condensado	0,15
Sal tetrasódica de ácido etilenodiamina-tetracético	0,15
Na ₂ SiO ₃ activador	1,11
FeSO ₄ ·7H ₂ O	1,11
Hidroperóxido de fenilciclohexano (catalizador)	0,61
Mercaptano C ₁₂ -terc. (modificador)	0,05
Inactivador: dimetilditiocarbamato sódico	0,25

280171 18



En esta operación, todas las cifras a que se alude se refieren a cantidades por hora. Se suministran 530 kg. de butadieno y 172 kg. de estireno por el conducto 101. El agua, que alcanza 1735 kg., se suministra por el conducto 102. Por medio del conducto 103, se introducen 0,34 kg. de mercaptano, 10,2 kg. de hidróxido potásico, 2,04 kg. de cloruro potásico, 1,02 kg. de la sal sódica de ácido etilendiaminatetracético, 34 kg. de ácido láurico, 108 kg. de ácido resínico desproporcionado, y 1,02 kg. de la sal sódica de ácido arilsulfónico condensado. El iniciador comprende 7,54 kg. de silicato sódico, 7,54 kg. de sulfato ferroso, heptahidrato, 4,14 kg. de hidroperóxido de fenilciclohexano y 306 kg. de agua. La mezcla de iniciador se suministra a una distancia de 22,86 m. corriente abajo del punto en que se añade el resto de los materiales, siendo necesaria esta distancia para poder obtener la emulsificación completa de los monómeros antes de la adición del iniciador. La polimerización se realiza a 8,8°C. A esta temperatura, se obtiene una conversión de 80 por ciento en 13,8 minutos. La velocidad de flujo de masa del material después de la adición del iniciador es 2.894 kg. por hora y el peso específico es 0,92. Para mantener turbulencia adecuada, proporcionando así un elevado coeficiente de transferencia térmica, se usa una velocidad de, aproximadamente, 1,52 m. por segundo en la zona de reacción, siendo esta un tubo de tamaño nominal de 2,54 cm. La longitud de la zona de polimerización para 80 por ciento de conversión es 1.264 m.

Para inactivar la reacción, se añaden a la mezcla de polimerización 85 kg. por hora de una solución acuosa al 2 por ciento en peso de dimetilditiocarbamato sódico.

280171

18 OCT



Como se desprende evidentemente de la Figura 3, el control de polimerización se proporciona por los controladores 124, 137 y 152. Normalmente, no es necesario añadir un activador y puede usarse 124 para controlar la reacción. Si, debido a algún cambio en el sistema, por ejemplo, un cambio en la pureza del monómero, cambia la velocidad de polimerización inicial, este cambio se acusa por el medio sensitivo 121, y el controlador registrador 124 ajusta la válvula 108 de acuerdo con ésto. De un modo análogo, la densidad del efluente se determina por el medio sensitivo 123, y el controlador registrador 152 ajusta el punto de adición del inactivador para mantener la conversión deseada de 80 por ciento. Normalmente, basta con usar el control del iniciador o del inactivador.

EJEMPLO III

Usando la receta del Ejemplo I, se realiza la polimerización manteniendo constante la adición de iniciador y de inactivador. El sistema se ajusta para que opere a 5°C. Como consecuencia de algún cambio, la conversión comienza a aumentar por encima del 60 por ciento deseado. Cuando este cambio es observado por el sistema de control, funciona el controlador 74 aumentando el flujo de refrigerante, y la temperatura desciende a unos 3,8°C para volver la conversión al nivel deseado. Al contrario, cuando la conversión desciende por debajo de lo conveniente, la temperatura aumenta rebajando el flujo refrigerante.

Es sabido que conviene una temperatura de polimerización uniforme para obtener un producto con propiedades uniformes. Sin embargo, se obtienen productos suficientemente

280171

18 OCT. 1951

uniformes por el método de este Ejemplo, empleando una variación de temperatura de 2,82C a cada lado del valor deseado.

5 Como pueden hacerse muchas realizaciones de este invento sin apartarse de su alcance, se sobreentenderá que toda la materia aquí explicada ha de considerarse como ilustrativa y no limitativa del invento.

10 N O T A

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

15 1.º - Un procedimiento para la producción continua de polímeros por polimerización de monómeros insaturados en emulsión acuosa en una zona de polimerización, caracterizado por mantener una conversión substancialmente constante determinando continuamente cambios en la densidad de
20 la mezcla de polimerización y controlando las variables del proceso en respuesta a dichos cambios de densidad.

2.º - Un procedimiento según el punto 1, caracterizado por determinar cambios de densidad del efluente de la zona de polimerización y variar la temperatura en al menos
25 una parte de dicha zona de polimerización en respuesta a dichos cambios de densidad.

3.º - Un procedimiento según el punto 1, en el cual la polimerización se inicia por la adición de un agente iniciador a la zona de polimerización, caracterizado por



280171

controlar la alimentación del iniciador en respuesta a los cambios de densidad del efluente de la zona de polimerización.

5 4a. - Un procedimiento según el punto 3, caracterizado porque la cantidad del iniciador suministrada es variada.

5a. - Un procedimiento según el punto 3, caracterizado porque se varía el punto de introducción del iniciador alimentado.

10 6a. - Un procedimiento según el punto 1, en el cual la polimerización se inicia por la adición de un agente iniciador y se detiene por la adición de un agente inactivador, caracterizado por controlar la alimentación del agente inactivador en proporción a los cambios de densidad de dicha mezcla de polimerización.

15 7a. - Un procedimiento según el punto 6, caracterizado por determinar cambios en la densidad de dicho efluente de la zona de polimerización a medida que es hecho pasar a una zona de desplazamiento y por variar el punto de adición de dicho agente inactivador a dicha zona de desplazamiento en respuesta a cambios de densidad de dicho efluente de la zona de polimerización.

20

25 8a. - Un procedimiento según cualquiera de los puntos anteriores, caracterizado porque los cambios de densidad del efluente de la zona de polimerización son determinados sometiéndolo a radiación desde una fuente de energía radioactiva y midiendo los cambios de energía radioactiva absorbida por dicho efluente de la zona de polimerización, correspondiendo dichos cambios de energía radioactiva absorbida a los cambios de densidad de dicho efluente de la zona de polimerización, y correspondiendo dichos cambios de den-

30



280171

sidad a cambios en el grado de conversi3n de dichos mon3me-
ros insaturados.

9a. - Un procedimiento para la producci3n continua
de pol3meros.

5 Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede,
representado en el dibujo que se acompa1a y con los fines
que se han especificado.

Esta Memoria consta de diecinueve hojas escritas a
m1quina por una sola cara.

Madrid, 18 OCT. 1962
P. A.
Alberto de Elzaburu
[Handwritten signature]

280171

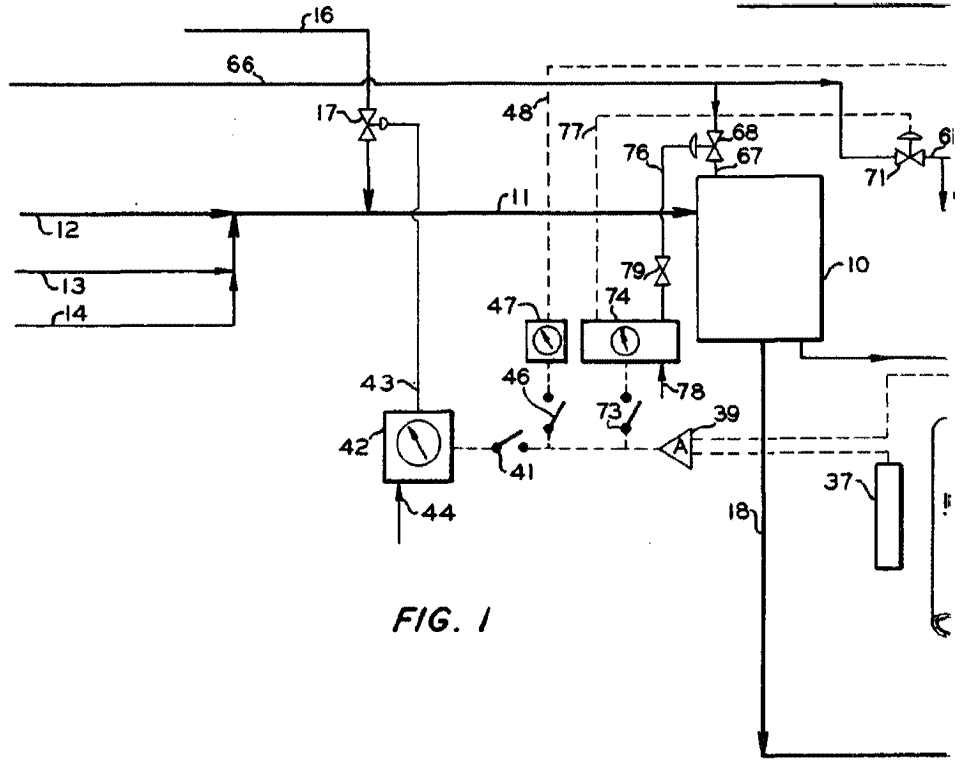


FIG. 1

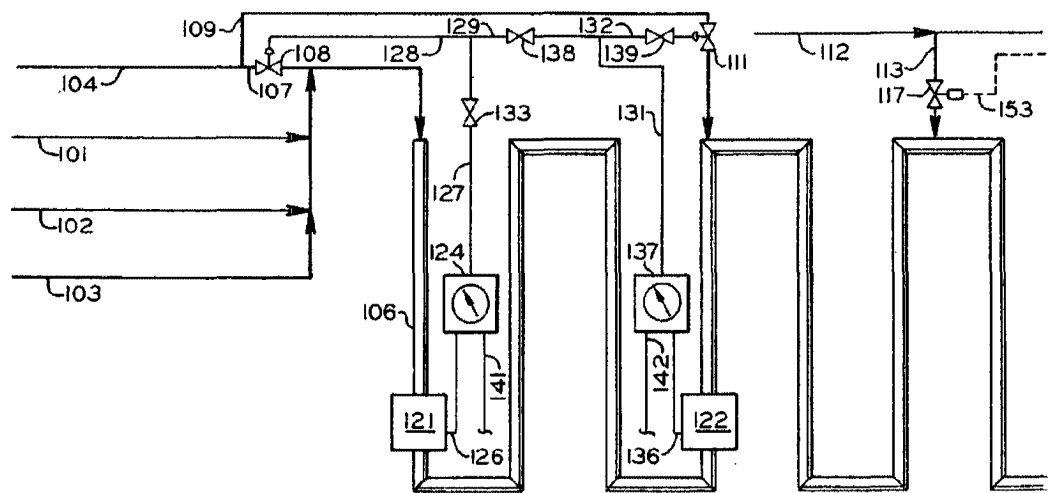


FIG. 3

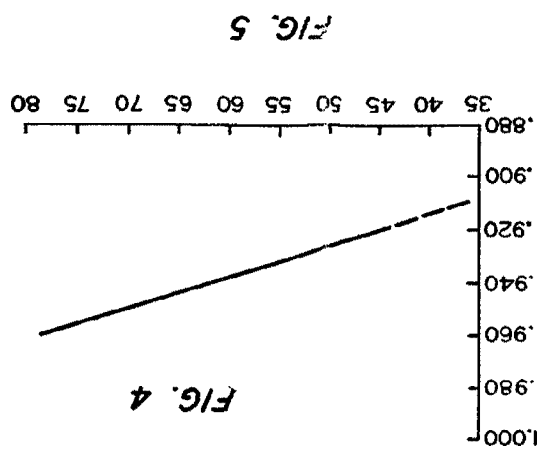


FIG. 5

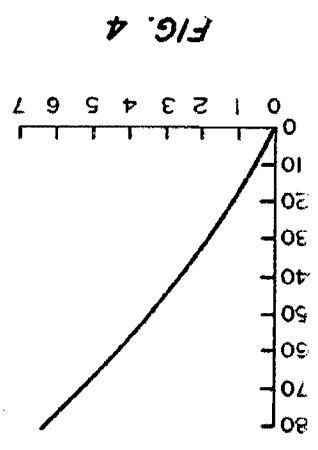


FIG. 4

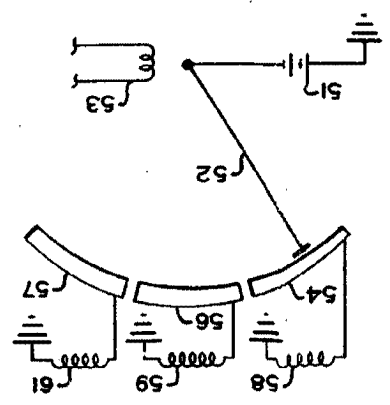


FIG. 2

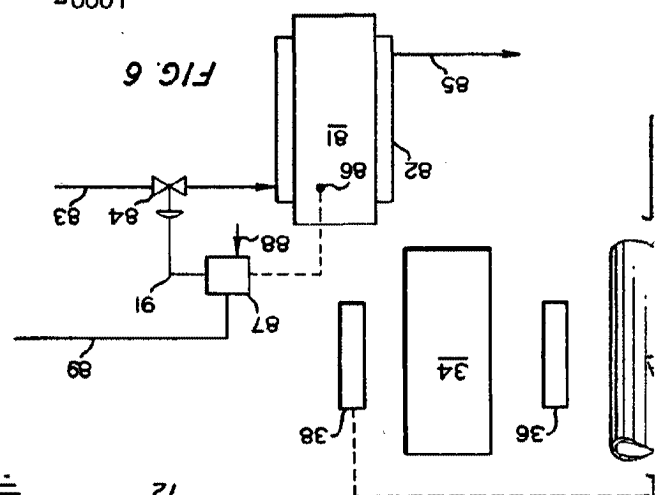
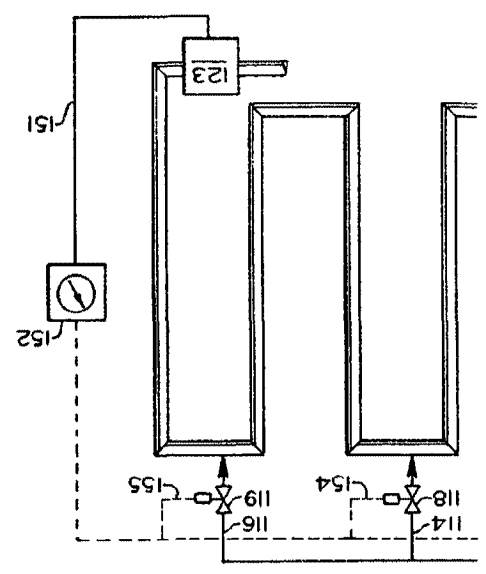


FIG. 6

