

287182



287182

MEMORIA DESCRIPTIVA

DE

UNA PATENTE DE INTRODUCCION, POR DIEZ AÑOS, EN ESPAÑA,  
A FAVOR DE LA SOCIEDAD PRODUITS CHIMIQUES PEDHINEY SAINT-  
GOBAIN, DE NACIONALIDAD FRANCESA, RESIDENTE EN PARIS  
(FRANCIA) 63, rue des Villiers.

sobre:

"INSTALACION PARA LA FABRICACION POR POLIMERIZACION EN  
MASA DE TERMOPLASTICOS"



287182

La otra patente de introducción depositada en esta misma fecha por la Solicitante y de la que se desglosa la presente, tiene por objeto un procedimiento para la fabricación de termoplásticos constituidos por polímeros o copolímeros insolubles en el o los monómeros correspondientes, que consiste en efectuar la polimerización en masa de estos compuestos, asegurando la fluidificación de la totalidad de la masa en curso de polimerización. Esta patente prevé un dispositivo para la puesta en práctica de este procedimiento que está constituido por un autoclave horizontal giratorio en torno de su eje y que contiene bolitas, barras u otros cuerpos inertes del mismo género.

Dicho dispositivo consiste en un autoclave cilíndrico de acero inoxidable, que gira en torno de un eje horizontal. Este autoclave, de una capacidad aproximada de 140 litros, lleva un cuerpo cilíndrico o virola de 600 mm. de longitud y 500 mm. de diámetro interior, revestido por una camisa por la que puede circular agua para la regulación de la temperatura. La virola está cerrada a cada extremo por un fondo, empalmado a la virola por una media caña. La virola lleva en su centro un tapón, cuya superficie interna es tal que cuando es colocado, la superficie interna del autoclave no presenta ninguna discontinuidad. El tapón permite la carga y descarga del autoclave. Sobre los fondos se disponen los aparatos de control (termómetro, manómetro), visores, así como las válvulas que sirven para la introducción del monómero y el desprendimiento de gases.

La invención prevé además un dispositivo que permite evacuar el o los monómeros que quedan en el autoclave al término de la polimerización, consistiendo este dispositivo en un órgano de evacuación cuyo orificio se abre, en el interior del autoclave horizontal, a un nivel superior al del polvo de polímero.

Este órgano de evacuación puede en particular estar constituido por un tubo acodado fijo que desemboca en el interior del autoclave

287182



en la región superior de este último y que atraviesa uno de los fondos del autoclave según el eje de este último.

5 Conforme a otra variante de realización de la invención el órgano de evacuación está dispuesto de modo que pueda ser utilizado, no solamente para la evacuación del monómero que queda en el autoclave al término de la polimerización, sino también para la evacuación del propio polímero.

10 Según una forma de realización el órgano de evacuación está constituido por un tubo acodado móvil en torno del eje del autoclave, independientemente de la rotación de éste, para que su orificio pueda ser llevado al nivel del polímero.

15 La invención prevé igualmente medios que permitan hacer girar el tubo acodado en torno del eje del autoclave y colocarle y mantenerle en toda posición deseada prácticamente al nivel del polímero en el curso del vaciado del autoclave.

A continuación se citan, a título de ejemplo, varias formas de realización del autoclave, conforme a la presente invención en sus diversas variantes especificadas, con referencia a los dibujos adjuntos en los que:

20 Las Figs. 1 y 2 ilustran, a título de ejemplo, una forma de ejecución.

La Fig. 1 representa parcialmente en sección y parcialmente en elevación, un autoclave horizontal provisto del dispositivo de evacuación, y la Fig. 2 representa en sección este dispositivo de evacuación.

25 La Fig. 3 representa una sección parcial longitudinal del autoclave, conforme a una variante de realización, durante la fase de desprendimiento de gases, es decir la fase de vaciado del monómero.

La Fig. 4 representa una sección parcial longitudinal del autoclave de la Fig. 3 durante el período de vaciado del polímero.

30 La Fig. 5 representa parcialmente en sección y parcialmente en



1963

287182

elevación un detalle del tubo de vaciado y de su mecanismo de mando.

La Fig. 6 representa una sección esquemática de una parte del prensa estopas destinado a asegurar la estanqueidad entre el tubo de vaciado y el autoclave, permitiendo sin embargo la rotación de uno con relación al otro

5

El autoclave horizontal representado sobre la Fig. 1 lleva un cuerpo cilíndrico de virola 1 rodeado por una camisa 2 por la que puede circular agua mantenida a temperatura conveniente. Este agua llega en 3 pasa por varias canalizaciones de empalme 5-5a y sale en 4 después de haber circulado por la camisa 2. La virola está cerrada a cada extremo por los fondos 6 y 7 empalmados a la virola por un hierro de ángulo.

10

8 designa una boca de hombre ligeramente cónica, que está cerrada durante la polimerización por un tapón 8a, cuya superficie interna es tal que cuando dicho tapón está colocado, la superficie interna del autoclave no presenta ninguna discontinuidad. La virola lleva además dos caminos de rodamiento 9 y 9' que reposan sobre poleas 9a y 9'a y una corona dentada 10 accionada por un piñón, montado sobre el eje de un reductor de velocidad 10a accionado por el motor 10b.

15

Sobre los fondos 6 y 7 son soldadas las toberas de llenado 11 y de evacuación de gas 12 del autoclave, con su válvula de cierre.

20

En fin, el fondo 7 está atravesado, según el eje del autoclave, por un tubo 13 de estanqueidad, que es obtenido por un prensa-estopas 15.

El tubo 13 que sirve para la evacuación del o los monómeros, comprende tres partes principales (Figs. 2): el eje tubular 13 con su prensa-estopas 15, el empalme tubular 16 unido al eje tubular por la brida 17 y el cartucho 18.

25

El cartucho está constituido por un cuerpo cilíndrico hueco 18a que lleva por un lado un alojamiento circular para recibir el pallete de estanqueidad 18b y por otro una rosca 18f que permite el montaje y el desmontaje del cartucho sobre el extremo roscado 19 del empalme tubular 16.

30



287182

El palletete de estanqueidad 18b es mantenido en su sitio mediante una arandela de apoyo 18c y un manguito roscado 18d que se rosca sobre el cuerpo 18a del cartucho.

5 El tubo de evacuación del monómero está exteriormente unido por un lado al circuito de condensación 20 y por otro lado a un conducto de nitrógeno comprimido 21 (Fig.1). Un manómetro 22 está igualmente unido al tubo de evacuación del monómero.

La instalación antes citada es utilizada en funcionamiento del modo siguiente:

10 Estando abierta la boca de hombre, se dispone en el autoclave un cierto número de bolitas como se indica más arriba y se coloca en su sitio el cartucho, provisto de su palletete de estanqueidad sobre el empalme tubular.

15 El tapón es seguidamente colocado y se introduce por la tobera 11 de llenado el cloruro de vinilo monómero líquido y el catalizador de polimerización. A medida del llenado, el aire es evacuado a través de la tobera 12 de evacuación de gas y la válvula correspondiente hacia el circuito de recuperación del monómero.

20 Para asegurar la purga completa de la atmósfera del autoclave, se vaporiza cierta cantidad de cloruro de vinilo que escapa por la tobera 12 de evacuación del gas arrastrando todo vestigio del aire que queda en el recinto del autoclave. Este es entonces puesto en rotación y la temperatura es llevada y mantenida a la temperatura conveniente por circulación de agua en la camisa 2.

25 Al quedar terminada la polimerización, lo que se manifiesta por una caída sensible de la presión interior y por la disminución de la exotermicidad de la reacción, se continua haciendo girar el autoclave, pero a velocidad reducida, manteniendo la misma temperatura. Se hace saltar el palletete de estanqueidad aplicando, a través del tubo de evacuación 13, una  
30 presión progresivamente creciente de nitrógeno que es leída sobre el mano-

237182



metro 22. Para una presión determinada, el pallete cede y el monómero restante escapa por el tubo 13 y se condensa en el circuito de condensación. Cuando todo el cloruro de vinilo monómero ha así escapado del autoclave, lo que pide un tiempo variable según el porcentaje de conversión elegido, se para el autoclave y se procede al vaciado del polímero.

El dispositivo descrito, aplicado a un autoclave, cuyas características son citadas en el ejemplo 3 de la otra patente depositada en esta misma fecha por la Solicitante, permite, en las condiciones operatorias indicadas en este ejemplo, llevar la duración de la operación completa, (llenado, puesta en marcha, polimerización, desprendimiento de gases, vaciado del aparato), de polimerización a 20 ó 21 horas en lugar de 23 ó 24 horas (polimerización propiamente dicha 16 horas 30).

Además, el polímero no retiene jamás más del 3% de monómero contra el 13% de media en las operaciones de recuperación del monómero efectuadas parando el autoclave.

Sobre las Figs. 3 y 4 se vé el autoclave, conforme a la variante a que dichas figuras se refieren, que lleva un cuerpo cilíndrico de virola 10 rodeado por una camisa 20 por la que puede circular un fluido regulador de temperatura. Este fluido entra por 30 y pasa a la camisa por varias canalizaciones tales como 50 y 50a y vuelve a salir por 40 después de haber circulado por la camisa.

La virola está cerrada a cada extremo por los fondos 60 y 70. Sobre la virola se prevé una boca de hombre 80, ligeramente cónica, cerrada por un tapón 80a cuya superficie se confunde, cuando está colocado, con la forma general de la pared interna del autoclave. La virola lleva dos camisas de rodamiento 90-90' que reposan sobre poleas tales como 90a, así como una corona dentada 100 accionada por un piñón 100a, montado sobre el árbol de un reductor de velocidad 100b arrastrado por el motor 100c.

Sobre el fondo 60 se sueldan las toberas 110 y 120 respectivamente para la introducción del monómero en el autoclave e insuflación de



287182

aire. Otras toberas análogas, no representadas, son igualmente previstas para soportar un manómetro, un termómetro y una válvula tarada que giran con el aparato.

5 El fondo 70 lleva en particular una tobera de desprendimiento de gases de socorro 110', susceptible de ser empalmada por una tubería al circuito de evacuación de los monómeros de los que se hablará más adelante. Este fondo está, por otro lado, atravesado según el eje del autoclave por el tubo de vaciado 130 característico de la invención, siendo obtenida la estanqueidad por un prensa-estopas.

10 Sobre la Fig. 5, se ha representado más en detalle el tubo 130 que lleva una camisa de refrigeración 150 atravesada por un circuito de agua. Este tubo es guiado en su rotación en torno del eje del autoclave por un rodamiento de poleas cónicas 160. Para hacer girar el tubo 130 con relación al autoclave y llevar así el nivel del orificio de dicho tubo por encima o por debajo del nivel del polímero, se prevé una corona dentada  
15 170, solidaria del tubo, que engrana con un tornillo sin fin 180 que puede ser maniobrado por una manivela no representada.

La estanqueidad entre el tubo 130 y el fondo 70 del autoclave es asegurada por un prensa-estopa 140 visible sobre la Fig. 5, pero representado más detalladamente sobre la Fig. 6. Este prensa-estopa lleva un anillo de fondo 250 y un prensa 260 entre los que se encuentran comprimidas dos o tres trenzas de amianto ordinario 270-280 separadas por un anillo de bronce o acero 290, una linterna de engrase 300 y trenzas antifricción 310 del tipo conocido en el comercio con el nombre de "Beldam Latty Pilot Va-  
20 peur" (amianto revestido de caucho que engloba un tablero antifricción) separadas por anillos de bronce o acero 320.

El anillo de fondo 250 es ventajosamente achafianado como se ve en la Fig. 6 de modo que este anillo no apoye más que por una banda estre-  
25 cha contra el autoclave, esto para evitar al máximo la formación de costras de polímero entre el anillo y el tubo de evacuación 130.

30 La linterna de engrase está como se observa, en comunicación



287182

con una bomba de engrase 330 que expide la grasa bajo una presión controlada por un resorte 340 cuya tensión puede ser regulada por una espiga roscada 350 y una tuerca 360,

5 La presión de la grasa es mantenida a un valor constantemente superior a la presión que reina en el interior del autoclave, de suerte que la grasa tenga tendencia a deslizarse a uno y otro lado de la linterna de engrase, tanto hacia el exterior como hacia el interior del autoclave, lo que se opone a toda fuga de monómero y mantiene las trenzas 270 y 280 permanentemente lubricadas convenientemente.

10 El extremo del tubo 130, exterior al autoclave, puede estar empalmado (fig. 3) por la canalización 130<sup>b</sup>, o bien a un circuito de condensación 200 del que se representa solo el cebado y que lleva esencialmente un condensador y una bomba de vacío, o bien a una fuente de nitrógeno 210. Por otro lado, gracias a la canalización 130<sup>a</sup>, el tubo 130 puede ser empalmado a un manómetro 220 y a juntas de explosión 230.

15 La Fig. 4 representa el autoclave durante la fase de vaciado del polímero. Se observa que durante esta fase el extremo del tubo 130, exterior al autoclave, se encuentra empalmado a una canalización de vacío neumático de la que solamente el cebado 240 ha sido representado y que comprende, en particular, un ciclón para la recuperación del polímero pulverulento.

20 El funcionamiento del aparato, según esta variante, es el siguiente:

25 Al principio de una operación, estando la boca de hombre abierta, se disponen en el autoclave un cierto número de bolitas, como se indica en la otra patente de esta misma fecha de la Solicitante. Se vuelve a colocar el tapón 80<sup>a</sup> de la boca de hombre y se empalma el tubo 130 sobre el circuito de condensación 200, estando el tubo 130 colocado como se representa en la Fig. 3, es decir desembocando en la región superior del autoclave. Por la tobera 110, se introduce el catalizador de polimerización,

30

287182



y luego se vuelve a cerrar esta tobera. Estando así cerrado el autoclave, se hace en él el vacío por el circuito 200 que comprende una bomba de vacío que expelle hacia el aire libre.

5. Se verifica la estanqueidad del autoclave, controlando el vacío. El o los monómeros líquidos son entonces introducidos por la tobera 110. Los vestigios de aire residuales son arrastrados por la corriente de vapor de monómero que nace por la vaporización y que se desliza hacia el circuito de condensación 200. Cuando se introduce en el autoclave la cantidad conveniente de monómero líquido, se cierra la tobera 110, así como la válvula correspondiente al circuito de condensación 200.

10. El autoclave es entonces puesto en rotación y la temperatura es llevada y mantenida a la temperatura conveniente durante toda la duración de la polimerización por circulación de agua en la camisa 20. La presión en el autoclave es controlada por el manómetro 220.

15. Cuando el porcentaje de transformación elegida es alcanzado, se procede al desprendimiento en gases del monómero no transformado. Para esto, se continúa haciendo girar el autoclave a velocidad reducida en principio, y luego a velocidad progresivamente creciente manteniendo la temperatura. Al mismo tiempo se abre poco a poco la válvula correspondiente al circuito de condensación 200, de suerte que el monómero residual escapa por el tubo 130 y es recuperado por enfriamiento en el circuito de condensación. Se acelera y termina la operación de desprendimiento de gases a su final creando una depresión en esta canalización 200 gracias a la bomba de vacío citada más arriba que impulsa esta vez hacia el condensador.

25. Cuando el monómero ha sido prácticamente eliminado (el polímero no retiene nunca más del 1 al 2%, se cierra la válvula correspondiente del circuito 200 y se rompe el vacío restante en el autoclave dejando volver a entrar el nitrógeno por la canalización 210 y se para el autoclave.

30. Se abre seguidamente la tobera 120 y se adapta el tubo de insuflación de aire filtrado 120a (Fig.4). Se separan del tubo 130 las canali-



287182

zaciones 130<sup>a</sup> y 130<sup>b</sup> y se fija en su lugar sobre el tubo 130 el cebo 240 de la canalización de vaciado neumático. Se efectúa el transporte neumático del polímero insuflando aire filtrado por 120<sup>a</sup>, siendo, en principio, dejado en reposo el autoclave, y luego se pone en rotación muy lenta del orden de 1 vuelta por minuto durante 1 ó 2 vueltas, esto para evitar la acumulación de cargas electrostáticas peligrosas. La velocidad de rotación del autoclave es seguidamente acelerada progresivamente. Al mismo tiempo, gracias a los dispositivos 170 y 180, el orificio del tubo 130 es bajado a medida de la evacuación del polímero, de modo que dicho orificio permanece sumergido por mitad en la fase pulverulenta de polímero. El polímero es expulsado del autoclave por la corriente de aire y se encuentra detenido y recuperado en el ciclón. El polímero pulverulento es así recuperado sin pérdida y sin peligro de contaminación por los polvos de la atmósfera. Este vaciado neumático del polímero tiene además la ventaja de extraer del producto pulverulento los últimos vestigios de monómero, de modo que el polímero es obtenido directamente en estado puro.

NOTA

En resumen, esta patente de introducción se contrae a las siguientes reivindicaciones:

1ª.- Una instalación para la fabricación por polimerización en masa de termoplásticos, caracterizada porque consta de un autoclave generalmente cilíndrico, horizontal, apto para girar en torno de su eje, recubierto por una camisa por la que puede circular un fluido regulador de temperatura y provisto de medios para cargar y descargar el autoclave, de aparatos de control, tales como el termómetro, manómetro y válvulas de introducción y evacuación de fluidos, medios para hacer girar el autoclave y cuerpos inertes, libres, tales como bolitas, barras y análogos para ser dispuestos en dicho autoclave.

2ª.- Una instalación, según la reivindicación 1ª, caracteri-

287,82



zada porque comprende un órgano de evacuación para un fluido cuyo orificio, eventualmente orificios de entrada, se abren exclusivamente en la parte del recinto del autoclave situada por encima del nivel del polvo de polímero fluidificado, gracias a lo cual la evacuación del, eventualmente de los monómeros, en particular a través del dispositivo de condensación, se efectúa manteniendo no obstante el autoclave en rotación.

3ª.- Una instalación, según la reivindicación 2ª, caracterizada porque el órgano de evacuación citado está constituido por un tubo acodado, fijo en rotación, y que pasa a través de uno de los fondos del autoclave, en particular según el eje de este último.

4ª.- Una instalación, según la reivindicación 2ª, caracterizada porque el extremo de dicho tubo de evacuación situado en el interior del autoclave está provisto de un pallete de estanqueidad.

5ª.- Una instalación, según la reivindicación 4ª, caracterizada porque dicho pallete de estanqueidad está montado sobre un cartucho que se fija sobre dicho extremo interno del tubo,

6ª.- Una instalación, según las reivindicaciones 2ª a 5ª, caracterizada porque el órgano, eventualmente el tubo, de evacuación soporta aparatos fijos de lectura y registro de la temperatura y nivel de las materias en el interior del autoclave.

7ª.- Una instalación, según las reivindicaciones 2ª a 6ª, caracterizada porque se hace saltar el citado pallete por la presión de un gas inerte comprimido en el momento preciso para efectuar la evacuación del, eventualmente de los monómeros.

8ª.- Una instalación, según las reivindicaciones 2ª a 7ª, caracterizada porque se utiliza dicho pallete de estanqueidad como dispositivo de seguridad para el autoclave en el caso de una sobrepresión anormal en el curso de la polimerización.

9ª.- Una instalación, según las anteriores reivindicaciones, caracterizada porque comprende un órgano de evacuación que asegura su-

287182



pesivamente la evacuación del, eventualmente de los monómeros que quedan en el autoclave al término de la polimerización y la evacuación del polímero formado.

5 10ª.- Una instalación, según la reivindicación 9ª, caracterizada porque dicho órgano de evacuación comprende un tubo accodado móvil en torno del eje del autoclave, independientemente de la rotación de éste para llevar su orificio por debajo del nivel del polímero.

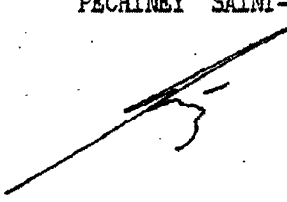
10 11ª.- Una instalación, según las reivindicaciones 9ª y 10ª, caracterizada porque, en el curso de la evacuación del, eventualmente de los monómeros, dicho tubo está unido al circuito de condensación y, durante la evacuación del polímero, está empalmado a una canalización de vaciado automático.

15 12ª.- Una instalación, según las reivindicaciones 9ª a 11ª, caracterizada porque dicho tubo es solidario de una rueda dentada accionada por un tornillo sin-fin que lleva su orificio a cualquier posición en el interior del autoclave, y en particular mantener el orificio inmerso por mitad en la fase pulverulenta del polímero a medida de la evacuación de éste.

20 13ª.- "UNA INSTALACION PARA LA FABRICACION POR POLIMERIZACION EN MASA DE TERMOPLASTICOS", según queda descrita y reivindicada en la precedente memoria y nota reivindicatoria, que constan de 12 páginas mecanografiadas y dibujos adjuntos.

Madrid, 18 ABR. 1963

PRODUITS CHIMIQUES  
PECHINEY SAINT-GOBAIN



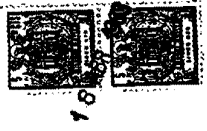


Fig.1.

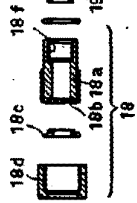
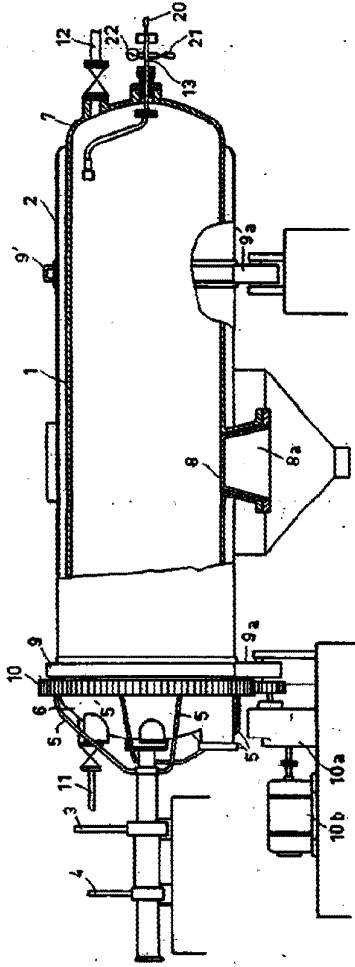


Fig.2.

287182

18 ABR. 1963

PRODIGES CHARENTAIS  
FEDERIST SAINT-GOBAIN

Escala variable



287182

Fig.3.

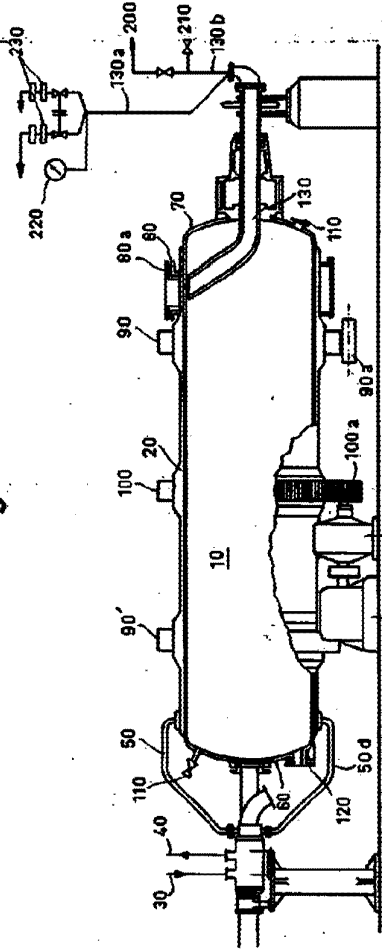
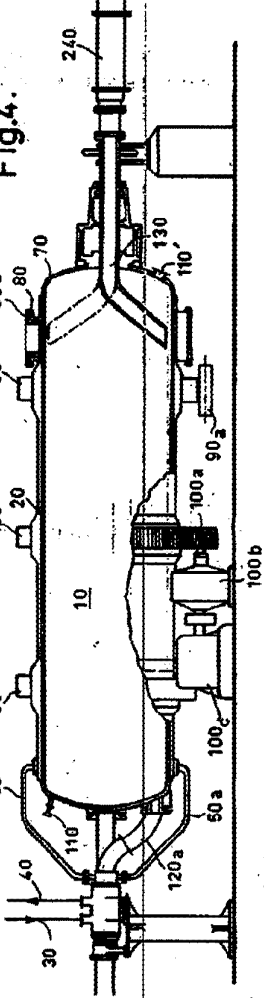


Fig.4.



Escala variable

10 ABR 1963

PRODUITS CHIMIQUES  
FOSCHINET SAINT-GOBAIN

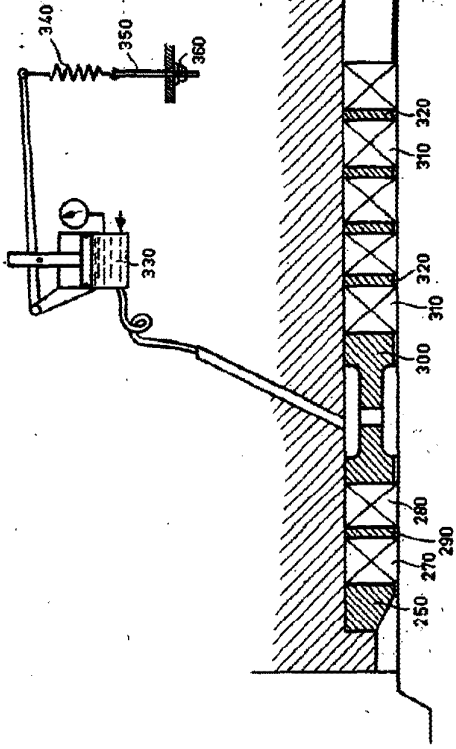


Fig. 6.

287182

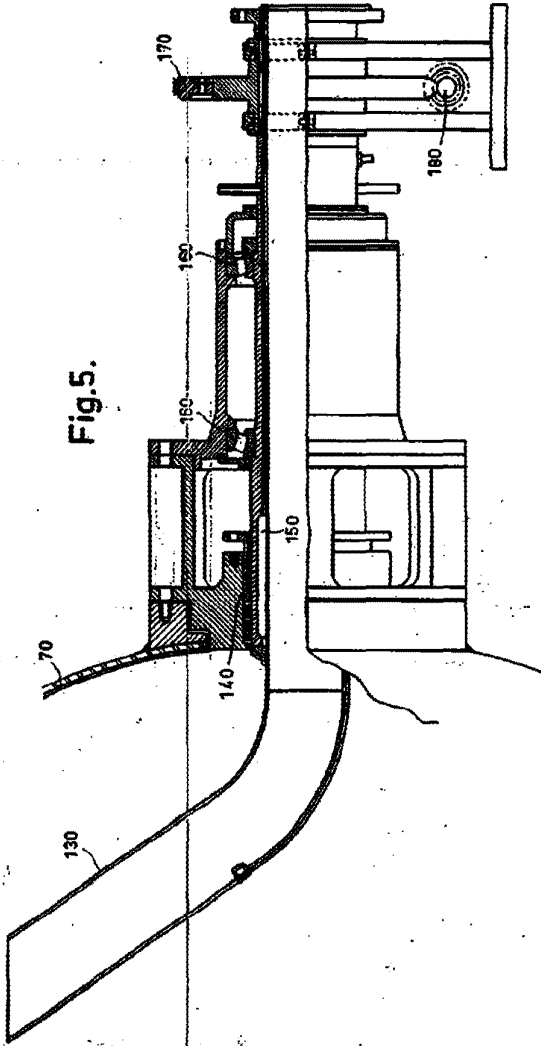


Fig. 5.

18 ABR. 1968

PROUNIT'S UHREINER  
PATENTEN- & VERLEH-GESELLSCHAFT

