

P - 25.007

Pos - 3805

23 OCT. 1963



289903

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud

de

PATENTE DE INVENCION

formulada el 11 de Julio de 1963, con el nº 289.903

en

E S P A Ñ A

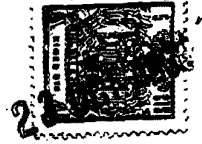
por VEINTE años

a nombre de **ASAHI KASEI KOGYO KABUSHIKI KAISHA**, entidad japonesa, establecida en 25-1, Dojimahamadori-1-chome, Kita-Ku, Osaka, Japón, por:

"METODO PARA LA RECUPERACION DE ACRILONITRILLO Y COMONOMEROS"

La presente invención se refiere a un método para la recuperación de acrilonitrilo monómero u otros compuestos etilénicamente no saturados presentes en la suspensión que contiene poliacrilonitrilo o el copolímero de acrilonitrilo y uno o más compuestos etilénicamente no saturados.

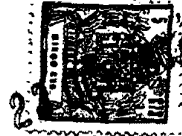
El propósito de la presente invención es producir polímeros acrílicos de excelente blancura y distribución de



pesos moleculares relativamente uniforme, con los que, llegado el caso, se harán fibras, bandas, cintas y películas, económicamente y con buenos rendimientos.

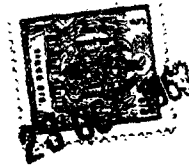
5 Generalmente, en la producción industrial, ya sea en un sistema de polimerización discontinuo, o en uno continuo, algo de monómero permanece en la suspensión de polímero. El rendimiento de la polimerización es generalmente bajo, especialmente en el caso de que se obtenga el polímero con excelente blancura y distribución de pesos moleculares relativamente uniforme, y es muy importante recuperar el monó-
10 mero que permanece en el sistema.

De acuerdo con el método normal de recuperación de acrilonitrilo monómero y el comonómero de un compuesto etilénicamente no saturado, la suspensión de polímero se filtra para separar el polímero, y el filtrado se somete a des-
15 tilación para recuperar acrilonitrilo y comonómero etilénicamente no saturado, que se rectifica a continuación para emplearlo de nuevo. En este método, sin embargo, era difícil recuperar el monómero y comonómero de su solución de concentraciones elevadas, debido a las pérdidas por evapo-
20 ración durante la filtración del polímero. Aún más, solía suceder que la concentración del monómero se hacía muy elevada en algunos lugares del evaporador y rectificador, tales como el condensador, el decantador, la tubería entre
25 el evaporador y el condensador, o dentro del rectificador, y el monómero tendía a polimerizar en tales lugares, lo que frecuentemente ocasionaba dificultades de funcionamiento por bloqueo del aparato. Es sabido que este fenómeno tiende a suceder especialmente cuando se emplea un compuesto tal como bisulfito sódico que, al ser calentado,
30



desprende fácilmente un material volátil y actúa como catalizador de la polimerización. En la producción de polímero acrílico, la suspensión y su filtrado tienden a formar espuma en el evaporador, lo que ocasiona dificultad de funcionamiento. Cuando la suspensión se somete directamente a la recuperación de monómero por calefacción en el evaporador, la calefacción acelerará la coloración del polímero. Además, uno de los más importantes defectos de los métodos hasta ahora conocidos para la recuperación de monómeros es que no pueden recuperarse el monómero etilénicamente no saturado, no volátil.

La característica de la presente invención reside en que la suspensión de polímero se introduce directamente en el evaporador de vacío para evaporar los monómeros, y se emplea un condensador del tipo de eyector de agua o de condensador de chorro, en el que el vapor de monómero entra en contacto directo con el medio de refrigeración, y que todo o una parte del filtrado de la suspensión de polímero, del que se habían recuperado ya los monómeros, se emplea como líquido de arrastre del eyector o del condensador de chorros para evacuar el evaporador, y el vapor de monómero se condensa y absorbe en el líquido de arrastre, volviéndose a emplear luego la solución en nuevas polimerizaciones. Se puede reducir la concentración de monómero en el líquido de arrastre añadiendo una parte del filtrado recién cargado. Se puede también añadir al líquido de arrastre solamente el agua recién cargada, y el filtrado se vuelve a emplear con el exceso del líquido de arrastre, pero en este método se tiende a aumentar la concentración de monómero en el líquido de arrastre.



De acuerdo con el método de la presente invención, se puede controlar la temperatura dentro del evaporador ajustando la presión, y puede prevenirse también la coloración del polímero. El vapor de acrilonitrilo y comonomero etilénicamente no saturado presente en la suspensión se absorben en el líquido de arrastre del eyector o en el medio de refrigeración del condensador de chorro, constituyendo una solución fría muy diluida del monómero. Por tanto, el aparato no se bloquea nunca con polímero, aunque se emplee bisulfito sódico como uno de los catalizadores de polimerización, y la solución de monómero se contamine con dióxido de azufre. Además, el dióxido de azufre, que constituye el componente activo para la acción catalítica del bisulfito sódico, puede recuperarse si se ajusta el pH de la suspensión a 4,0-1,5, antes de la destilación a vacío; si el pH se reduce a menos de 1,5 se resiente la blancura del polímero, y la estabilidad térmica del polímero en blancura disminuye si el pH es superior a 4,0. En el caso de que se emplee todo o una parte del filtrado como líquido de arrastre del eyector o como medio de refrigeración del condensador de chorro y, cuando se emplea una parte del filtrado se vuelva a emplear el resto del filtrado en nuevas polimerizaciones, se vuelven a emplear el compuesto etilénicamente no saturado no volátil, el monómero volátil sin recuperar, los catalizadores aún activos y el agua, y la velocidad global de recuperación de monómeros resulta ser muy elevada. Generalmente se emplea como medio de polimerización agua sometida a cambio de ión, y su recuperación hace que el procedimiento sea económicamente muy ventajoso. Después de la recuperación de los monómeros, el polímero se separa de la suspensión



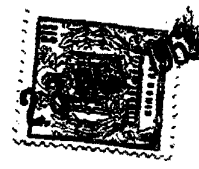
mediante un deshidratador, y las pérdidas en este procedimiento son muy pequeñas, debido a la muy baja concentración de monómero. La relación entre la temperatura de la suspensión en el evaporador y la blancura del polímero depende de los catalizadores empleados, pero, en general, son deseables las temperaturas menores de 65°C. En el caso de que se empleen catalizadores que tienden a colorear con facilidad el polímero, tales como persulfato amónico y ácido tioglicólico, son deseables las temperaturas menores de 50°C. La presión dentro del evaporador, que proporciona la temperatura deseada, debe determinarse de acuerdo con la cantidad de acrilonitrilo y comonómero etilénicamente no saturado presentes en la suspensión. La temperatura del líquido de arrastre del eyector o del medio de refrigeración del condensador de chorro se determina de acuerdo con el diseño del aparato, la presión dentro del evaporador, y la cantidad de monómeros que haya de recuperarse, pero son deseables las temperaturas menores de 30°C para prevenir la polimerización de los monómeros recuperados. Cuando es baja la concentración de monómero en el líquido de arrastre del eyector o en el medio de refrigeración del condensador de chorro, o el catalizador volátil no está presente en la suspensión de polímero, las temperaturas superiores a 30°C no son perjudiciales.

A veces se insufla aire en el evaporador, y se devuelve al ciclo después de separarlo del líquido de arrastre del eyector. En el caso de emplear un condensador de chorro, se devuelve al ciclo el aire aspirado y exhalado por una bomba auxiliar tal como una bomba Nash. De esta forma se evita completamente que la suspensión forme es-



puna en el evaporador, y las pérdidas por evaporación del monómero son despreciables, puesto que el aire se devuelve al ciclo. En el caso de emplear bisulfito sódico como catalizador, su consumo por oxidación es casi despreciable, excepto en el período inicial de funcionamiento del aparato, puesto que el oxígeno del aire se reemplaza por nitrógeno durante la devolución del aire al ciclo. La cantidad de aire que debe insuflarse en el aparato se puede determinar por observación, pero generalmente es deseable un 0,1-10% del vapor que ha de evaporarse. Una de las dificultades del método anteriormente expuesto es la condensación parcial de monómero en la tubería, entre el evaporador y el eyector o el condensador de chorro. Si el monómero condensa en la tubería, su concentración es bastante elevada, y puede tener lugar una polimerización que tiene como resultado el bloqueo de la tubería. Esta dificultad se dominó calentando la tubería por encima de las temperaturas de condensación, mediante calefacción por vapor o eléctrica.

La presente invención se aclara mediante un ejemplo mostrado en la fig. 1. La solución de polímero del polimerizador (1) se destila al vacío en el evaporador (2) con ayuda del eyector de agua (3). El acrilonitrilo monómero de la suspensión se evapora, y se absorbe en el líquido de arrastre de eyector de agua, y a continuación el polímero se separa mediante el filtro (4). Todo o una parte del filtrado se envía al tanque intermedio (6) y se añade al líquido de arrastre del eyector de agua. El exceso de líquido de arrastre en el tanque intermedio (6) se envía al polimerizador y se vuelve a emplear. El líquido de arrastre del eyector de agua se bombea mediante la bomba (8) y se



refrigera hasta cierta temperatura mediante el cambiador de calor (7). Si es necesario, se puede emplear el tanque de la suspensión (9), tanque del filtrado (10), bomba de la suspensión (11), bomba del filtrado (12), y tanque del polímero (5). Cuando se insufla aire en el evaporador, se emplea la tubería (13), y el aire que se separa en la parte superior del tanque intermedio se devuelve al ciclo en el evaporador (2). Cuando se emplea un condensador de chorro (13), está situado en el sitio del eyector (3) de la fig. 1, tal como se muestra en la fig. 2, y el gas no condensable se aspira a través de la parte superior del condensador de chorro mediante una bomba (14). Una parte del agua que se ha de alimentar al polimerizador se emplea como agua de cierre en la bomba. El agua de la bomba se envía al tanque intermedio (16) a través del separador gas-líquido (15), y se emplea como medio de refrigeración del condensador de chorro, según se condensa en ella el monómero que no condensó en el condensador de chorro. El agua con que ha de alimentarse la bomba puede ser una parte del filtrado de la suspensión de polímero, o su mezcla con agua de nueva aportación. El polímero se separa mediante el filtro (19) después de que la suspensión del polimerizador (17) se somete a destilación a vacío en el evaporador (18) y el monómero evaporado se condensa y absorbe en el medio de refrigeración del condensador de chorro. Todo o una parte del filtrado se envía al tanque intermedio (16) y se emplea como medio de refrigeración del condensador de chorro. El exceso de medio de refrigeración se envía al polimerizador (17) desde el tanque intermedio, y se vuelve a emplear para nuevas polimerizaciones. El medio de refrigera-



23

ción del condensador de chorro se devuelve al ciclo mediante la bomba (20), y su temperatura se mantiene constante mediante el cambiador de calor (21). Como se ha explicado anteriormente, el tanque de la suspensión (22), el tanque del filtrado (23), la bomba de la suspensión (24), la bomba del filtrado (25) y el tanque de almacenamiento del polímero (26) pueden emplearse cuando sea necesario. Un eyector de agua es más conveniente que un condensador de chorro, porque es bomba y condensador a la vez, y no se necesita un ramal barométrico.

La presente invención se puede aplicar a la recuperación de acrilonitrilo y uno o más compuestos etilénicamente no saturados. Los compuestos etilénicamente no saturados incluyen: estireno, *o*-metil-estireno y sus derivados sustituidos en el anillo (*p*-metil-estireno, *o*-etil-estireno, *p*-cloro-estireno, *p*-nitro-estireno, *p*-metil-*o*-metil-estireno, etc.), ácido acrílico, ácido metacrílico, sus ésteres alcohólicos (acrilato de metilo, acrilato de etilo, acrilato de propilo, acrilato de butilo, metacrilato de metilo, metacrilato de etilo, metacrilato de propilo, metacrilato de butilo, etc.), ésteres arílicos y ésteres aralcohólicos (acrilato de fenilo, acrilato de *o*-naftilo, metacrilato de fenilo, metacrilato de *β*-naftilo, acrilato de bencilo, etc.), acrilamida, metacrilamida, y sus derivados *N*-sustituidos (*N*-metilacrilamida, *N*-etilacrilamida, *N*-butilacrilamida, *N*-metil-metacrilamida, *N*-etil-metacrilamida, *N*-propil-metacrilamida, *N,N*-dimetilacrilamida, *N,N*-di-etil-acrilamida, *N,N*-di-etil-metacrilamida, *N,N*-metil-etil-metacrilamida, etc.), metacrilonitrilo, etacrilonitrilo, y sus homólogos, cetonas no saturadas tales como metil-vinil-cetona, compuestos vinílicos tales como

289903



5 cloruro de vinilo, acetato de vinilo, acetato de clorovinilo, propionato de vinilo, butirato de vinilo, estearato de vinilo, etc.; cloruro de vinilideno, cianuro de vinilideno, acroleína, ácido itacónico, ácido maleico, ácido fumárico; 5 ésteres monoalcohólicos, ésteres dialcohólicos, ésteres monocarílicos, ésteres diarílicos, ésteres monoaralcohólicos, ésteres diaralcohólicos, monoamidas, diamidas, mono-N-alcoholamida, di-N-alcoholamida, y monoamidas y monoésteres de los 10 ácidos itacónico, maleico y fumárico (itaconato de metilo, itaconato de dimetilo, maleato de dietilo, fumarato de dipropílico, itacoamida, di-N-metil-itacoamida, etc.), vinil etil éter, alcohol alílico, alcohol metilílico; compuestos vinílicos que contienen grupos de ácido sulfónico (ácido vinylsulfónico, ácido metalil-sulfónico, ácido p-estirén-sulfónico, etc.), α -sulfoacrilonitrilo, acrilato de sulfoalcoholo, 15 metacrilato de sulfoalcoholo, acrilato de sulfoarilo, metacrilato de sulfoarilo; y compuestos vinílicos que contienen átomos de nitrógeno básico, (2-metil-5-vinil-piridina, 4-vinil-piridina, metacrilato de N,N-dietil-aminoetilo, vinylimidazol, etc.) 20

La notable eficiencia de la recuperación objeto de la presente invención se explica con más detalle en los siguientes ejemplos, en los que todos los tantos por ciento y cantidades están basados en peso, y η_{sp}/C se midió en 25 dimetilformamida a 35°C con una concentración de polímero de 0,2 g/100 c.c. η_{sp} representa viscosidad específica, y C concentración de polímero en g/100 c.c.

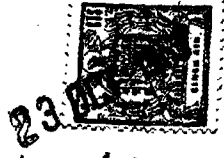
Ejemplo 1

30 A 170 partes de agua cuyo pH se había ajustado a 3,0



con ácido sulfúrico se añadieron 30 partes de acrilonitrilo, 7,5% de persulfato amónico y 0,35% de ácido tioglicólico, tomando como base el peso de acrilonitrilo en cada caso. Para su polimerización, se calentó la mezola a 45°C durante 4 horas. Se obtuvieron 21 partes de polímero, o sea un 70% de la cantidad teórica. El polímero era suficientemente blanco, y tenía una relación \sqrt{sp}/C de 1,45. Su capacidad de conformado o moldeo era buena.

La suspensión de polímero obtenida anteriormente se envió al tanque (9) de la fig. 1, que a continuación se alimenta al evaporador (2) en forma continua, para recuperar acrilonitrilo. Las condiciones se controlaron en tal forma que la presión en el evaporador era de 50 mm.Hg (absolutos), la temperatura de salida de la suspensión de polímero aproximadamente 35°C, y la temperatura del líquido de arrastre del eyector de agua 15°C. La suspensión de polímero del evaporador se deshidrató hasta un contenido en agua de aproximadamente 180%, y todo el filtrado se envió al tanque intermedio (6). En el líquido de arrastre del eyector de agua se encontraron 7,7 partes de acrilonitrilo, 126 partes de agua, y el 65% del persulfato amónico originalmente empleado. Este líquido de arrastre se empleó en la polimerización siguiente sin ninguna dificultad, y el polímero obtenido no tenía nada de particular comparado con el obtenido en la polimerización en la que no se empleó líquido de arrastre recuperado. El gas no condensable separado en la parte superior del tanque intermedio se insufló en el evaporador, en una relación de aproximadamente el 1% de la cantidad de evaporación. No hubo formación de espuma en el evaporador, ni bloqueo del aparato. El rendimiento global en polímero



fué del 91,4%, y se recuperó un 65% de persulfato amónico y 74% de agua. La relación de recuperación de acrilonitrilo fué 85,5%.

Ejemplo 2

5

A 80 partes de agua cuyo pH se había ajustado a 2,0, se añadieron 20 partes de acrilonitrilo, 0,9 partes de acrilato de sulfopropilo, 0,06 partes de α, α' -azobisisobutironitrilo, y 0,08 partes de ácido tioglicólico. La mezcla se calentó a 55°C durante 10 horas para su polimerización, y el polímero obtenido de la suspensión pesó 18,5 partes, lo que representa un 88,5% de la cantidad teórica. La blancura y la capacidad de conformado del polímero eran suficientemente buenas.

10

15

La suspensión de polímero obtenida anteriormente se alimentó en forma continua al evaporador (18), de la forma que se muestra en la fig. 2, para recuperar acrilonitrilo. La presión en el evaporador se mantuvo a 150 mm Hg (absolutos), la temperatura de la suspensión a la salida del evaporador a aproximadamente 58°C, y la temperatura del líquido de arrastre del condensador de chorro a 30-35°C. La suspensión se deshidrató hasta un contenido en agua de aproximadamente 167% después de la evaporación, y todo el filtrado se envió al tanque intermedio (16). En el líquido de arrastre del condensador de chorro se hallaron 2,17 partes de acrilonitrilo, 0,036 partes de acrilato de sulfopropilo, y 49,15 partes de agua. Este filtrado se empleó de nuevo en la polimerización siguiente, y el polímero obtenido no mostró nada de particular comparado con el obtenido en la polimerización en la que no se empleó agua devuelta al

20

25

30



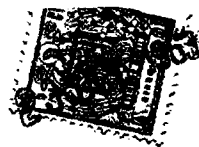
ciclo. Se alimentó a la bomba, para su cierre, una parte de agua de nueva aportación añadida al polimerizador, y el extracto se llevó al tanque intermedio (16). El rendimiento global en polímero fué 99,0%, y se recuperaron aproximadamente 60% de agua y acrilato de sulfopropilo. La relación de recuperación de acrilonitrilo fué 92,5%. La relación de aire insuflado en el evaporador fué aproximadamente un 0,5% de la cantidad de evaporación. No se observó ni formación de espuma en el evaporador, ni bloqueo del aparato.

Ejemplo 3

Agua	900 partes
Acrilonitrilo	95 "
Acrilato de metilo	5 "
Bisulfito sódico	3 "
Disulfonato de potasio hidroxilamina	0,8 "
Acido sulfúrico	0,2 "

Los compuestos anteriores se alimentaron de forma continua, en las proporciones anteriores, al polimerizador mantenido a 55°C, de forma que el tiempo de retención fué de 4 horas. La suspensión de polímero, 1004 partes, descargada del polimerizador, se filtró, lavó con agua y secó. El polímero blanco obtenido pesó 82 partes, o sea 82% de la cantidad teórica. La relación $\sqrt{sp/C}$ del polímero fué 2,00 y el pH de la suspensión fué 2,5.

La suspensión obtenida anteriormente, 1004 partes, se alimentó de forma continua al evaporador (2) para recuperar acrilonitrilo y acrilato de metilo, como se muestra en la fig. 1. La presión en el evaporador se mantuvo a 50 mm Hg (absolutos), la temperatura de la suspensión a la salida del



evaporador a aproximadamente 36-37°C, la temperatura del líquido de arrastre del eyector de agua a aproximadamente 20°C.

La relación de aire insuflado en el evaporador fué aproximadamente 1,5% de la cantidad de evaporación. La tubería entre el evaporador y el eyector de agua se calentó con vapor, para evitar condensación parcial. Los resultados del análisis de la solución acuosa del tanque intermedio (6) por 1004 partes de suspensión fueron los siguientes:

5

10

Agua	736	partes
Acrilonitrilo	16,8	"
Acrilato de metilo	0,9	"
Bisulfonato de potasio hidroxilamina	0,16	"
Bisulfito sódico	0,5	"
Acido sulfúrico	0,16	"

15

La solución acuosa anterior se devolvió al ciclo en el polimerizador, de forma continua, desde el tanque intermedio (6), y en la polimerización siguiente se obtuvo una suspensión de polímero que contenía polímero de la misma relación

20

de η_{sp}/C y blancura. Por tanto, las cantidades de compuestos que se añadieron otra vez al polimerizador para obtener 1004 partes de suspensión de polímero fueron las siguientes:

25

Agua	164	partes
Acrilonitrilo	78,2	"
Acrilato de metilo	4,1	"
Bisulfito sódico	2,5	"
Bisulfonato de potasio hidroxilamina	0,64	"
Acido sulfúrico	0,04	"

30

El rendimiento global en polímero fué del 99,6%, la relación de recuperación de acrilonitrilo y acrilato de metilo fué 98,3%, y las de ácido hidroxilaminsulfónico, bisul-



fito sódico, ácido sulfúrico y agua fueron aproximadamente 20%, 17%, 80%, y 82%, respectivamente. No se observó ni formación de espuma en el evaporador, ni bloqueo del aparato.

Ejemplo 4

5

Las condiciones de polimerización y la recuperación se dispusieron como sigue, en igual forma que las del ejemplo 3.

10

Temperatura de polimerización	62°C
Tiempo de retención	6,7 horas
Presión en el evaporador	70 mm Hg(abs.)
Temperatura de la suspensión a la salida del evaporador	45-43°C
Temperatura del líquido de arrastre del eyector de agua	20°C
Cantidad de agua insuflada en el evaporador	1,3% de la cantidad de evaporación

15

20

Como resultado, la cantidad de carga inicial (A) y de carga aditiva (B) al polimerizador, y la cantidad de recuperación (C) fueron las siguientes:

25

	A	B	C
	(todo en partes)		
Agua	900	244	656
Acilonitrilo	91,5	82,7	8,8
Metacrilato de metilo	8,0	7,2	0,8
Sulfonato de sodio metalilo	0,5	0,45	0,05
Bisulfite sódico	2,3	1,6	0,7
Disulfonato de potasio hidroxilamina	0,9	0,7	0,2
Acido sulfúrico	0,2	0,04	0,16

30



La cantidad de polímero correspondiente a λ fué 90 partes, o sea un rendimiento del 90%. El pH de la suspensión fué 2,5, y la relación \sqrt{sp}/C del polímero fué 1,45.

El rendimiento global de la polimerización fué 99,6%, y la relación de recuperación de acrilonitrilo, metacrilato de metilo, sulfonato de sodio metalilo, disulfonato de potasio hidroxilamina, bisulfito sódico, ácido sulfúrico y agua fueron, respectivamente, 96,5% aproximadamente 10%, 20%, 30%, 80%, y 77%. No se observó ni formación de espuma en el evaporador ni bloqueo del aparato.

Esta solicitud, que corresponde a la presentada en Japón el 11 de Julio de 1962, bajo el nº 28.518/62, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

NOTA

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:

1ª. - Método para la recuperación de acrilonitrilo y comonomeros, caracterizado porque la suspensión de polímero, obtenida por polimerizar acrilonitrilo solamente o copolimerizar acrilonitrilo y compuestos etilénicamente no saturados copolimerizables con él en un medio acuoso, es alimentada a un evaporador de vacío para evaporar el acrilonitrilo y los compuestos etilénicamente no saturados, usando un condensador del tipo en que el vapor de monómero directamente entra en contacto con el medio de re-



frigeración, y todo o parte del filtrado de la suspensión de polímero, de la que se han separado ya los monómeros volátiles y el polímero, se usa como medio refrigerador, que es reciclado con el exceso de filtrado después de absorber los vapores de acrilonitrilo y compuestos etilénicamente no saturados.

5

2ª. - Un método para la recuperación de acrilonitrilo de acuerdo con el punto 1, caracterizado por usar como condensador un eyector de agua.

10

3ª. - Un método para la recuperación de acrilonitrilo de acuerdo con el punto 1, caracterizado por usar como condensador un condensador de chorro.

15

4ª. - Un método para la recuperación de acrilonitrilo de acuerdo con los puntos 1 y 3, caracterizado por usar una bomba para aspirar el gas no condensable y alimentar el agua de cierre de la bomba al medio de refrigeración del condensador.

20

5ª. - Un método para la recuperación de acrilonitrilo de acuerdo con los puntos 1, 3 y 4 caracterizado por usar el filtrado mencionado en el punto 1 como parte o toda el agua de cierre de la bomba.

25

6ª. - Un método para la recuperación de acrilonitrilo de acuerdo con el punto 1, caracterizado por disminuir la concentración de monómero alimentando al medio refrigerante del condensador una parte del agua que debe ser cargada aditivamente al polimerizador.

30

7ª. - Un método para la recuperación de acrilonitrilo de acuerdo con el punto 1, caracterizado por aspirar aire en el evaporador en una relación de 1 a 10 g. por 1 Kg. de evaporación y en reciclarlo después de separación en el



condensador.

5 8a. - Un método para la recuperación de acrilonitrilo de acuerdo con el punto 1, caracterizado por impedir por calentamiento la condensación parcial de monómero en la tubería entre el evaporador y el condensador.

10 9a. - Un método para la recuperación de acrilonitrilo de acuerdo con el punto 1, caracterizado por recuperar dióxido de azufre, que es la parte esencial del bisulfito sódico usado como catalizador, manteniendo el pH de la suspensión de polímero que entra en el evaporador dentro del margen de 4,0 a 1,5.

15 10a. - Un método para la recuperación de acrilonitrilo de acuerdo con el punto 1, caracterizado por disminuir la concentración de monómero mediante la adición de una parte del agua, que es alimentada aditivamente, al líquido de refrigeración juntamente con el filtrado.

20 11a. - Un método para la recuperación de acrilonitrilo de acuerdo con el punto 1, caracterizado por reciclar el filtrado alimentándolo al polimerizador con el exceso del líquido de refrigeración, y alimentar al tanque intermedio, en vez del filtrado, toda o parte del agua que debe ser cargada aditivamente al polimerizador.

25 12a. - Método para la recuperación de acrilonitrilo y comonomeros.

25 Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en los dibujos que se acompañan y con los



fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de dieciocho hojas escritas por una sola cara.

Madrid,

23 OCT. 1963

P. A.

Alberto de Elizaburu
Por Poder

A handwritten signature in dark ink, appearing to be "A. de Elizaburu", is written over the typed name and title.

289903

DG/

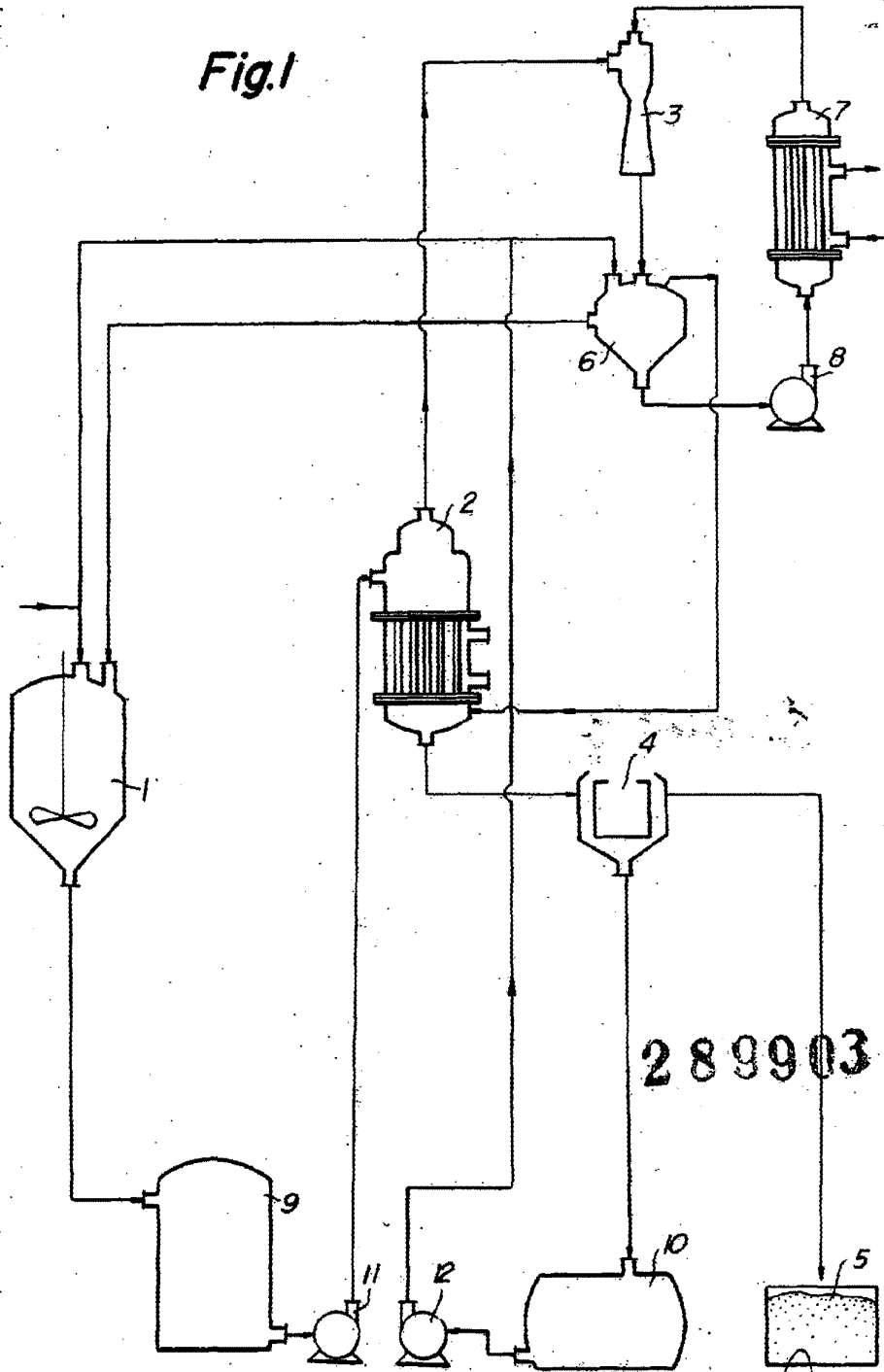
A large, stylized handwritten signature or mark is located at the bottom left of the page.

165007



230

Fig.1



289903

Alberto de Ezequiel
Ed. Esp.

