

402836



Int. Cl.: CO8F

memoria descriptiva

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I. P. C.
CLASE _____
SUBCLASE _____

CLASE DE REGISTRO

Una Patente de Invención, por veinte años en España.

NOMBRE Y NACIONALIDAD DEL SOLICITANTE

Shinetsu Chemical Company.
- sociedad japonesa -

RESIDENCIA Y DOMICILIO

Tokyo (JAPON)
6-1, Otemachi 2-Chome, Chiyoda-ku.

OBJETO

" Procedimiento para la polimerización de suspensión de un monómero de cloruro de vinilo o de una mezcla consistente principalmente en cloruro de vinilo ".

INVENTORES :

Shunichi Koyanagi }
Shigenobu Tajima } Todos ellos de nacionalidad
Toshihide Shimizu } - japonesa -
Yoshitaka Kiri. }

MC/.

402836 17



1.-

1

El presente invento se refiere a un procedimiento mejorado para polimerizar, por suspensión, cloruro de vinilo.

5

Un procedimiento para la polimerización de suspensión de cloruro de vinilo o una mezcla, consistente principalmente en cloruro de vinilo y por lo menos otro monómero

10

de vinilo, copolimerizable con el mismo, en una fase acuosa, en presencia de un catalizador soluble en aceite, usualmente causa deposición de incrustaciones de polímero sobre las paredes internas de un reactor de polimerización y sobre un agitador, dispuesto en el reactor, por lo que no sólo se reduce el rendimiento de productos polímeros o copolímeros, sino también la capacidad refrigeradora del reactor. También se deteriora la calidad de los productos por impurezas granulares, resultantes de las incrustaciones, que se mezclan en el producto. Además, se requiere trabajo y tiempo adicionales para la separación de las incrustaciones depositadas.

15

20

Con el fin de vencer estos inconvenientes se han hecho varias sugerencias en cuanto a la elección de agentes de suspensión o aditivos para ser usados en el sistema de polimerización y también para el control del pH del medio de polimerización. En efecto, todas ellas han demostrado ser bastante eficaces al reducir grandemente la deposición de incrustaciones sobre las paredes del reactor debajo del nivel de la fase líquida, peronninguna de ellas ha sido eficaz disminuyendo la cantidad de deposición de incrustaciones en la vecindad de la cara intermedia entre las fases gaseosa y líquida en el reactor, dejando el problema todavía sin resolver.

25

30

Además de este inconveniente, es usual que, cuando

402836

17 MAY 1972

- 2.-

1 se elabora polímero de cloruro de vinilo en una película u
hoja, es posible que tenga lugar la formación de ojos de pes-
cado en la película o en la hoja, debido a que están presen-
5 tes partículas muy pequeñas, en forma globular, no fundidas.
Este fenómeno ha sido considerado como inevitable.

Un objeto del invento es procurar un método para
polimerizar por suspensión cloruro de vinilo, cuyo método
está libre de los inconvenientes arriba descritos.

10 Otro objeto del presente invento consiste en procu-
rar un método para polimerizar por suspensión cloruro de vi-
nilo, por cuyo método se impide con éxito la deposición de
incrustaciones de polímero sobre las paredes del reactor en
la vecindad de la cara intermedia entre las fases gaseosa y
15 líquida.

Todavía otro objeto del invento, es procurar un mé-
todo mejorado para polimerizar por suspensión cloruro de vi-
nilo, por cuyo método se preparan polímeros de cloruro de vi-
nilo libres de la formación de ojos de pescado.

20 El procedimiento del presente invento se caracteri-
za por añadir al sistema de polimerización, por lo menos un
líquido seleccionado del grupo, consistente en, agua, una so-
lución acuosa de un agente dispersante, una solución acuosa
de álcali y una solución acuosa de un agente oxidante inorgá-
25 nico, en cantidades tales que el nivel en la cara intermedia
entre las fases gaseosa y líquida en el reactor, no resulte
más bajo al comienzo de la polimerización. Por este procedi-
miento característico no se deposita casi ninguna incrusta-
ción de polímero sobre las paredes del reactor y, sorprenden-
30

17 MAY 1972

1
5
10
15
20
25
30

temente, los polímeros o copolímeros de cloruro de vinilo producidos tienen muy pocos ojos de pescado.

Para explicar mas detalladamente, cuando la polimerización de suspensión se conduce según un método convencional, el volumen del medio de polimerización disminuye gradualmente con el progreso de la polimerización. Por ejemplo, un medio de polimerización, consistente en 100 partes de monómero de cloruro de vinilo, 200 partes de agua, 0,1 parte de acetato de polivinilo parcialmente saponificado y 0,15 parte de peróxido de lauroilo al comienzo de la polimerización, se reducirá hasta alrededor de 85% en su volumen completo cuando se ha completado la polimerización. En otras palabras, el nivel de la cara intermedia entre la fase gaseosa y la fase líquida en el reactor resulta gradualmente menor según prosigue la polimerización, y el polímero o copolímero de cloruro de vinilo, depositado en las áreas expuestas de las paredes del reactor, sucesivamente resultará solidificado en incrustaciones. Sin embargo, por otra parte, de acuerdo con el procedimiento del invento se añade agua o las arriba mencionadas soluciones acuosas, al sistema de polimerización en tal extensión, que la cara intermedia entre las fases gaseosa y líquida en el reactor se mantiene siempre a un nivel no más bajo que aquél que había al comienzo, de modo que la cara intermedia apropiada está constantemente en contacto con la corriente en movimiento del medio de suspensión. Como resultado, esta parte de las paredes del reactor puede quedarse protegida de la deposición de incrustación, lo que se había considerado como un fenómeno inevitable.

402836

17 MAY 1972



- 4.-

1

Al poner en práctica el procedimiento del invento, el líquido, que debe añadirse dentro del reactor durante la reacción de polimerización, puede ser agua, preferentemente desionizada, o con más preferencia, una solución de dispersión, conteniendo el mismo agente de suspensión, que se ha cargado inicialmente en el sistema de polimerización, una solución acuosa de álcali, que es particularmente eficaz para evitar la deposición de incrustación, y/o una solución acuosa de un agente oxidante inorgánico.

5

10

Se citan como ejemplos de los álcalis, los hidróxidos u óxidos de metales de álcali, tales como hidróxido sódico, hidróxido de litio, hidróxido potásico y óxido de sodio; hidróxido u óxidos de metales alcalino térreos, tales como hidróxido de bario, hidróxido de calcio y óxido de calcio.

15

20

Se citan como agentes oxidantes inorgánicos el ácido permangánico o su sal, ácido crómico, ácido bicrómico o, sus sales; ácido nítrico, ácido nitroso, óxido nitroso, tetróxido de nitrógeno, sesquióxido de nitrógeno; nitratos, tales como nitrato de cobre, nitrato de plomo, nitrato de plata y nitrato de amonio; y óxidos tales como cerio, plata, cobre y plomo.

25

La adición de agua o de soluciones acuosas no está particularmente limitada en cantidades, en tanto que el nivel inicial de la cara intermedia entre las fases gaseosa y líquida en el reactor no descienda. Además, tal adición de agua o de soluciones acuosas puede hacerse preferentemente de modo continuo después de haberse iniciado la polimerización y hasta que el grado de conversión alcance por lo menos 50%. Además, el álcali y el óxido inorgánico en sus soluciones

30

402836

17 MAY 1972

- 5.-

1 acuosas individuales puede ser como máximo de 0,001 por 100
y 0,0001 por 100 de peso, respectivamente, basado en el peso
del monómero de cloruro de vinilo usado.

5 La arriba descrita adición, al sistema de polimeri-
zación, de agua o soluciones acuosas, puede conducirse de
cualquier manera adecuada, porque el líquido es introducido
en el reactor a presión a través de una bomba equipada al ex-
terior y, lo que es recomendable, rociado sobre las paredes
internas del reactor en la proximidad de la cara intermedia
10 entre el líquido y las fases gaseosas.

A este fin, se dispondrá un rociador adecuado, bien
sea como toberas del tipo de presión centrífuga o de cámara
de presión de evolución y tienen un amplio ángulo de rociado.
Como medios bombeadores para enviar líquidos dentro del reac-
15 tor, el mismo prevé preferentemente una presión más alta que
la presión en el interior del reactor por 2 a 20 kg./cm², va-
riable sin embargo, dependiendo de las gotas que deban produ-
cirse, así como del alcance de rociado, que se requiera.

20 Ahora, el procedimiento del invento se describirá
con mayor detalle haciendo referencia a los dibujos adjuntos,
en que:

25 La fig. 1 es una vista seccional vertical del apa-
rato de polimerización mostrando la disposición general de la
ejecución del invento.

La fig. 2 es una vista seccional, parcial, tomada
a lo largo de la línea A - A de la fig. 1.

30 La fig. 3 es una vista seccional parcialmente aumen-
tada, mostrando otra ejecución del invento.

402836



- 6.-

1 Haciendo referencia a las figuras 1 y 2, un reactor
2 1 tiene un agitador 2 y un rociador 3 en el interior. El ro-
3 ciador 3 comprende un tubo anular, fijado horizontalmente al-
4 rededor del árbol del agitador 2 en una posición por encima
5 del nivel de la fase de líquido teniendo una pluralidad de
6 toberas sobre su cara exterior. Agua o una solución acuosa
7 de álcali y/o un agente oxidante inorgánico se envía desde
8 un tanque 6 por medio de una bomba 5 dentro del tubo anular
9 del rociador 3, para ser rociada a través de las toberas 4
10 sobre las paredes internas del reactor 1, cerca de la cara
11 intermedia entre las fases gaseosa y líquida. La fig. 3 mues-
12 tra otra ejecución del medio rociador de las figuras 1 y 2,
13 en que el árbol 7 del agitador es hueco y un tubo 8 está co-
14 nectado al árbol hueco en un extremo, de modo que el agua o
15 la solución acuosa se hace pasar a través de una tobera 9 que
16 está equipada en el otro extremo. De acuerdo con la ejecución,
17 mostrada en la fig. 3, el tubo 8 y la tobera 9 giran cuando
18 entra en rotación el árbol 7 del agitador y están disponibles
19 chorros de más alta compresión dando por resultado similarmen-
20 te que se efectúe la prevención de la deposición de incrusta-
21 ciones, empleándose cantidad menor de líquidos en comparación
22 con las figuras 1 y 2.

23 El procedimiento del invento es generalmente aplica-
24 ble a la polimerización de suspensión de cloruro de vinilo,
25 en que pueden emplearse cualesquiera agentes de suspensión y
26 catalizadores de polimerización. Los agentes de suspensión
27 se pueden citar como ejemplo mediante acetato de polivinilo,
28 completamente saponificado, acetato de polivinilo parcialmente
29 saponificado, acetato de polivinilo parcialmente saponificado
30 con un agente emulsionante.



1 saponificado, un copolímero de acetato de vinilo con anhídri
do maléico, un copolímero de estireno con anhídrido maléico,
poliacrilato de sodio, gelatina, polivinil pirrolidona, almi-
5 dón y derivados de celulosa solubles en agua. Como cataliza
dor de polimerización pueden citarse por ejemplo, peróxidos
orgánicos, tales como lauroil peróxido, 2,4-diclorobenzoil
peróxido, diisopropil peróxidicarbomato y acetil ciclohexil,
sulfonil peróxido y compuestos azo, tales como α, α' -azobisiso
10 butironitrilo y α, α' -azobisdimetilvaleronitrilo.

15 Además, el procedimiento del invento es aplicable
no sólo a la homopolimerización de cloruro de vinilo, sino
también a la copolimerización de la mezcla de monómeros de
vinilo, conteniendo cloruro de vinilo como su principal com-
ponente. Se citan como ejemplos de monómeros copolimerizables
con cloruro de vinilo, varios ésteres de vinilo, éter de vi-
nilo, ácido acrílico, ácido metacrílico y sus ésteres, com-
puestos aromáticos de vinilo, haluro de vinilideno, haluros
de vinilo, exceptuando cloruro de vinilo, y olefina.

20 En lo que sigue se indicarán algunos ejemplos de
la práctica del invento. Se entiende, sin embargo, que los
ejemplos son ilustrativos y no deben considerarse como limi-
tando el alcance del invento.

Ejemplo 1.

25 Un reactor de acero inoxidable, teniendo una capa-
cidad de 23.000 litros y equipado con un agitador, teniendo
3 etapas de impulsores semejantes a paletas, cada uno con
1,200 mm. de diámetro, fijado uno sobre otro, se dejó al va-
cío, se llena con nitrógeno y después se carga con 7.000 kg.

402836



- 8.-

1 de monómero de cloruro de vinilo, 12.000 kg. de agua desionizada, 7 kg. de acetato de polivinilo parcialmente saponificado y 7 kg. de lauroil peróxido. Mientras se está agitando
5 con el agitador, funcionando a un régimen de 100 revoluciones por minuto, la mezcla fué polimerizada a 57° C. durante 16 horas, dando por resultado la producción de cloruro de polivinilo en un rendimiento de 91%.

10 En este ejemplo se usó un pulverizador, como se ilustra en las figs. 1 y 2, provisto de ocho toberas centrifugas del tipo de presión, teniendo cada tobera un agujero de 0,5 mm. de diámetro. A través del periodo desde el comienzo de la polimerización hasta el tiempo, en que el grado de conversión alcanzó 60%, se envió agua o una solución acuosa, tal como se ha indicado en la siguiente tabla 1, al pulverizador por medio de una bomba, teniendo una presión de salida
15 de 20 kg./cm² y se pulverizó a través de las toberas sobre las paredes del reactor en la proximidad de la cara intermedia entre las fases gaseosa y líquida al régimen de 300 litros por hora. Los resultados se ilustran en la tabla 1.

20 Se observa que la cantidad de incrustaciones depositadas sobre las paredes del reactor alrededor de la cara intermedia entre las fases gaseosa y líquida y el número de ojos de pescado, formados en una hoja, hecha del polímero así preparado, fué mucho más reducido que en el caso del control, en que no se roció ninguna cantidad de agua ni de solución acuosa.

sigue la tabla 1

30

402836

5
MAY 1972

- 9.-

1

T A B L A 1.

5	Ensayo Nº	Cantidad rociada (litros)	Contenido en líquido rociado (% de peso)	Incrus- taciones deposi- tadas (g)	Distribución de tamaño de par- tículas (%)			Nº. de ojos de pesca- do (pie - zas) x
					60 ma- llas de paso	100 ma- llas de paso	200 ma- llas de paso	
	1	3,000	Agua	10	99,9	50.6	1.1	3
	2	3,000	80% saponificado polivinil acetato 0.05	10	99.8	51.3	1.3	4
10	3	3,00	NaOH 0.002%	5	99.7	50.1	1.6	2
	4	3,000	NaOH 0.002% + K ₂ Cr ₂ O ₇ 0.0002%	0	99.9	55.4	1.2	1
15	5	3,000	K ₂ Cr ₂ O ₇ 0.002%	7	99.8	51.2	1.1	2
	6	3,000	KMnO ₄ 0.002%	10	99.6	56.4	1.4	4
20	7	3,000	CeO ₂ 0.002%	12	99.9	55.7	1.2	1
	8	3,000	NaNO ₃ 0.002%	15	99.7	51.2	1.8	3
25	CONTROL							
	1	0	---	3,200	99.7	56.3	1.3	51

30

402836



- 10.-

1 NOTA.- El número de ojos de pescado fué contado de la mane
ra siguiente: Esto es aplicable a los ejemplos 2 y 4 que si-
5 guen. A 100 partes de peso de polímero de cloruro de vinilo
se añadieron 50 partes de peso de dioctil ftalato, 2 partes
de peso de dibutilestano maleato, 0,8 partes de peso de cetil
alcohol, 0,1 parte de peso de estearato de bario, 0,1 parte
de peso de estearato de cadmio, 0,5 parte de peso de óxido de
10 titanio y 0,05 parte de peso de carbono. La mezcla, después
de haber sido amasada a 150° C. durante 7 minutos, fué moldeada
en hojas. En una hoja simple de 10 centímetros cuadrados
de tamaño, se contó el número de ojos de pescado a simple
vista.

Ejemplo 2.

15 Un reactor de acero inoxidable teniendo una capaci-
dad de 1.000 litros, equipado con un pulverizador, como se
ilustra en la fig. 3, un agitador teniendo 3 escalones de im-
pulsos a modo de paletas, fijados uno sobre otro, y un ár-
bol hueco, fué sometido al vacío, relleno con hidrógeno y
20 después cargado con 250 kg. de monómero de cloruro de vinilo,
500 kg. de agua desionizada, 250 g. de acetato de polivinilo
parcialmente saponificado (80 mol%) y 50 g. de α, α' -azobis-
dimetilvaleronitrilo. Mientras se estaba agitando con el agi-
tador, funcionando a un régimen de 160 revoluciones por minu-
25 to, la mezcla fué polimerizada a 57° C durante 10 horas. A
través del periodo entre el comienzo de la polimerización y
el tiempo en que el grado de conversión alcanzó el 50%, se
roció agua o una solución acuosa, continuamente a un régimen
de 15 litros/hora por medio de una bomba, teniendo una presión

30

402836

17 MAY 1972



1

de salida de $13 \text{ kg/cm}^2 \text{ G}$, a través de una tobera centrífuga del tipo de presión teniendo un agujero de 0,5 mm. de diámetro, con el objeto de mantener el nivel de la cara intermedia entre las fases gaseosa y líquida no menor que aquel al comienzo de la polimerización. Los resultados se ilustran en la tabla 2.

5

(sigue la tabla 2 -----

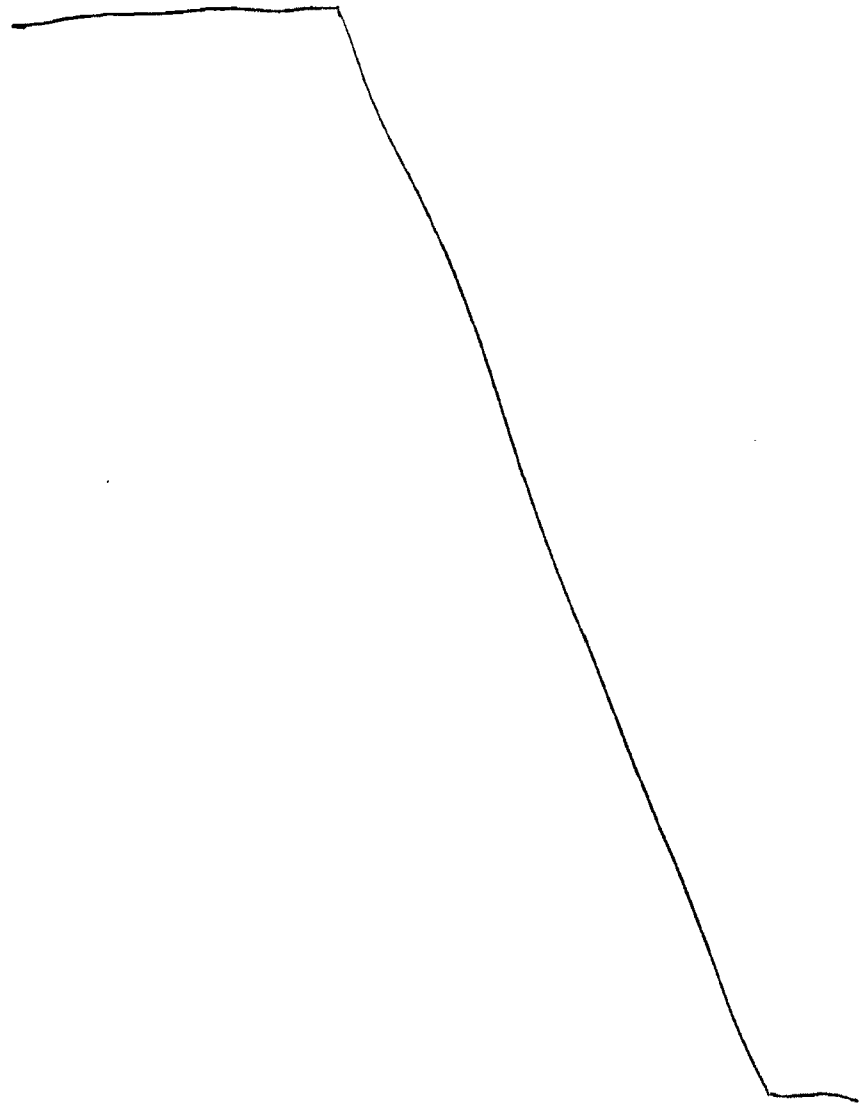
10

15

20

25

30



402836

17 MAY 1972

- 12.-

T A B L A 2

Ensayo Nº	Cantidad rociada (litros)	Contenido en líquido rociado (g)	Incrus- taciones deposi- tadas (g)	Distribución de tamaño de par- tículas (%)			Nº de ojos de pesca- do (pie- zas) x
				60 ma- llas de paso	100 ma- llas de paso	200 ma- llas de paso	
9	75	Agua	8	99.9	45.1	1.2	5
10	75	90% saponificado polivinil acetato 25	7.5	99.9	50.3	1.7	4
11	75	NaOH 25	1.5	99.7	41.3	0.9	1
12	75	NaOH 25 + K ₂ Cr ₂ O ₇ 25	0	99.8	40.2	0.6	0
CONTROL Nº. 2	0	--	780	99.9	48.2	1.4	83

25

30

402836

17 MAY 1972

- 13.-

1

Ejemplo 3.

5

10

En un reactor de acero inoxidable, teniendo una capacidad de 1.000 litros, equipado con un agitador, teniendo impulsores semejantes a paletas de 600 mm. de diámetro, se colocaron 235 kg. de cloruro de vinilo, 15 kg. de acetato de vinilo, 500 kg. de agua pura, 250 kg. de acetato de polivinilo parcialmente saponificado (80 mol %) y 50 g de α, α' -azobisdimetilvaleronitrilo. Mientras se agitaba mediante el agitador a un régimen de 160 revoluciones por minuto, la mezcla fué polimerizada a 60° C. durante 10 horas.

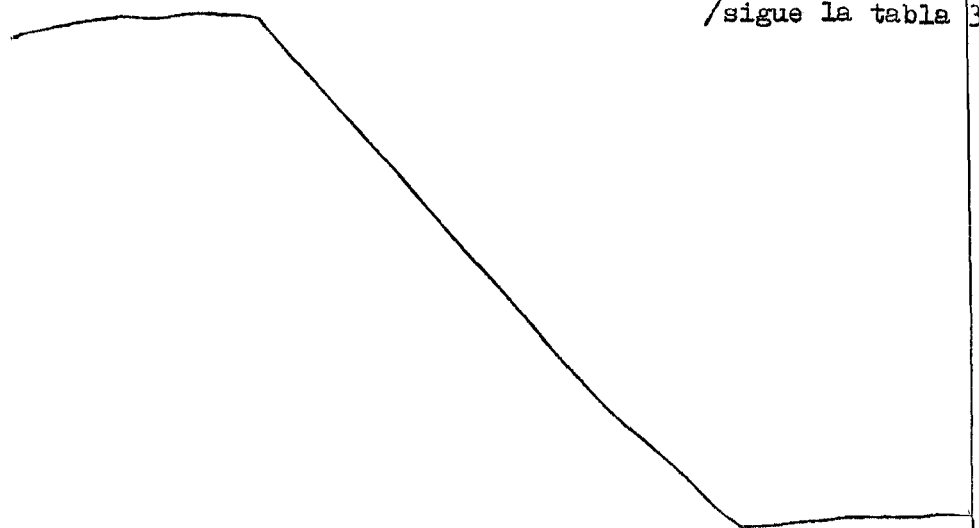
15

20

A través del periodo desde el comienzo de la polimerización hasta que el grado de conversión alcanzó 50%, se roció agua o una solución acuosa, continuamente al régimen de 15 litros/hora por un pulverizador mostrado en la fig. 3 y con una presión de admisión de 13 kg./cm²G, de modo que el nivel de la cara intermedia entre las fases gaseosa y líquida pueda mantenerse no inferior a aquel que existía al comienzo de la polimerización. Los resultados se muestran en la tabla 3.

25

30



402836



MAY 10 1972

- 14. -

1

T A B L A 3.

5

10

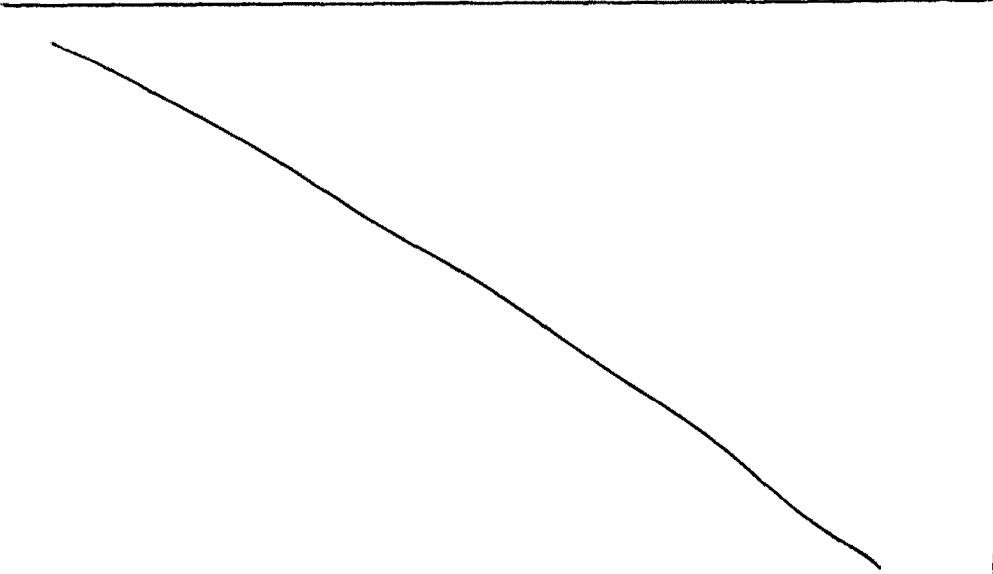
15

20

25

30

Ensayo Nº.	Cantidad rociada litros	Contenido en líqui- do rocia- do (% de peso)	Incrusta- ciones de- positadas (g)	Distribución de tamaño de partículas (%)		
				60 mallas paso	100 mallas paso	200 mallas paso
13	75	NaOH 0.1%	1	92.1	18.2	0.1
14	65	NaOH 0.05%	1.5	95.3	23.0	0.5
15	75	NaOH 0.01%	2	99.6	43.1	1.5
16	75	K ₂ Cr ₂ O ₇ 0.01%	1.5	95.4	35.9	0.9
17	75	K ₂ Cr ₂ O ₇ 0.005%	1	99.6	48.2	1.1
18	75	K ₂ Cr ₂ O ₇ 0.001%	1	99.8	54.1	1.5
19	75	Agua	15	99.9	55.1	1.7



402336

17 MAY 1972



- 15.-

1

Ejemplo 4.

5

En un reactor de acero inoxidable, teniendo una capacidad de 1.000 litros, equipado con un agitador, teniendo tres escalones de impulsores semejantes a paletas, cada uno con 600 mm. de diámetro, se colocaron 250 kg. de cloruro de vinilo, 500 kg. de agua, 250 g. de acetato de polivinilo parcialmente saponificado (80 mol %), 35 g. de isopropil peroxidicarbonato, y 15 g. de α, α' -azobisdimetilvaleronitrilo.

10

Mientras se agitaba con el agitador, trabajando a un régimen de 160 revoluciones por minuto, la mezcla fué polimerizada a 57° C. durante 10 horas.

15

Durante la polimerización se vertió agua o una solución acuosa, en una cantidad y a un régimen según se indican en la siguiente tabla 4, directamente dentro del sistema de polimerización, con una presión a través de una tubería de modo que el nivel de la cara intermedia entre las fases gaseosa y líquida no llegase a ser inferior que aquél al comienzo de la polimerización. Los resultados obtenidos se ilustran en la tabla 4.

20

25

El vertido de los líquidos adicionales se efectuó a un régimen de más de 10 litros/hora en los ensayos arriba indicados, de modo que el nivel de la fase líquida inicial no se hizo más bajo. Para comparación, se efectuó con nada o a regímenes más bajos en los controles números 3, 4, 5 y 6, obteniendo todos ellos resultados insatisfactorios, también mostrados en la tabla 4.

30

(sigue la tabla 4)

402670



- 16.-

T A B L A 4

Ensayo No.	Canti- dad de lí- quido verti- do (li- tros)	Régi- men de ver- tido (li- tros hora)	Conteni- do en líquido vertido (% de peso)	Incrus- tacio- nes deposi- tadas (g)	Distribución de tamaño de partículas (%)			No de ojos de pesca- do (pie- zas)
					60 ma- llas de paso	100 ma- llas de paso	200 ma- llas de paso	
20	150	15	Agua	5	99.9	47.3	1.8	3
21	150	15	Ca(OH) 0.01%	1	99.6	42.1	1.2	1
22	150	15	K ₂ Cr ₂ O ₇ 0.005%	0.8	99.7	50.1	1.1	2
23	100	10	K ₂ Cr ₂ O ₇ 0.005%	3	99.3	49.3	0.9	21
24	150	15	Hidroxi propil metil celulosa 0.1%	4.5	99.8	39.2	1.9	4
25	150	15	Vinil acetato maléico anhídrido copolímero 0.1%	4	99.7	45.6	1.6	7
26	150	15	NaOH 0.1%	1	99.4	43.7	2.1	1
27	150	15	K ₂ Cr ₂ O ₇ 0.005% + NaOH 0.01%	0.5	99.5	51.2	1.8	1
28	150	15	KMnO ₄ 0.1% + Metil celulosa 0.1%	1	99.2	49.8	1.6	2

(continúa la tabla 4)

402836

17 MAY 1972

- 17. -

1

. . . . continuación de la T a b l a 4

5

Ensayo Nº.	Canti- dad de lí- verti- do (li- tros)	Régi- men de ver- tido (litros hora)	Conteni- do en líquido vertido (% de peso)	Incrus- tacio- -nes deposi- tadas (g)	Distribución de tamaño de partículas (%)			Nº. de ojos de pesca- do (pie- zas)
					60 ma- llas de paso	100 ma- llas de paso	200 ma- llas de paso	
29	150	15	NaOH ₃ 0.01% + Ca(OH) ₂ 0.01%	0.4	99.4	47.2	1.7	2
30	100	10	Agua	15	99.9	49.5	2.3	10
CONTROL								
Nº. 3	0	0	---	850	99.9	49.1	1.9	54
Nº. 4	50	5	K ₂ Cr ₂ O ₇ 0.005%	50	99.6	50.2	2.4	30
Nº. 5	75	7.5	Agua	200	99.9	47.8	1.5	28
Nº. 6	50	5	Agua	400	99.9	48.2	1.9	35

10

15

20

25

30

Ejemplo 5.

En un reactor de acero inoxidable, teniendo una capacidad de 1.000 litros y equipado con un agitador, teniendo tres grados de impulsores a modo de paletas de 600 mm. de diámetro se colocaron 250 kg. de cloruro de vinilo, 250 g. de acetato de polivinilo parcialmente saponificado (80 mol%) y 65 g. de α, α' -dimetilvaleronitrilo. Mientras se estaba

402836



- 18.-

1 agitando con el agitador trabajando al régimen de 160 revoluciones por minuto, la mezcla fué polimerizada a 57° C. durante 10 horas.

5 En la polimerización se roció una solución acuosa de sosa cáustica sobre la cara intermedia entre las fases gaseosa y líquida en el reactor por medio de una bomba con la presión de salida de 13 kg/cm² por un pulverizador teniendo una abertura de 0,5 mm. de diámetro, como se ilustra en la fig. 3. Los resultados obtenidos se indican en la tabla 5.

10 Como resulta claro de los resultados, se obtuvieron buenos efectos cuando el rociado fué continuado hasta que el grado de conversión había alcanzado por lo menos 50%. mientras que cuando se detuvo antes de haber alcanzado 50% el grado de conversión, no se obtuvo ningún efecto satisfactorio.

T A B L A 5.

Ensayo No.	Cantidad rociada (litros)	Grado de conver- sión al comple- tar el rociado (%)	Conteni- do en lí- quido rociado (% de peso)	Incoru- taciones deposita- das (g)	Distribución de tamaño de partícula %		
					60 ma- llas paso	100 ma- llas paso	200 ma- llas paso
31	75	20	NaOH 0.01%	550	95.0	31.3	0.1
32	75	40	NaOC 0.01%	28	99.8	49.3	1.1
25 33	75	50	NaOH 0.01%	0.7	99.9	48.2	0.9
34	75	70	NaOH 0.01%	0	99.9	51.3	0.6
35	75	90	NaOH 0.01%	0	99.9	52.1	0.7

30

1

5

N O T A .

= = = = =

La presente patente de invención, consta de las siguientes reivindicaciones:

10

15

20

1.- Procedimiento para la polimerización de suspensión de un monómero de cloruro de vinilo o de una mezcla consistente en cloruro de vinilo y por lo menos otro monómero de vinilo copolimerizable con el mismo en una fase acuosa en presencia de un catalizador soluble en aceite, caracterizado porque se añade al sistema de polimerización por lo menos un líquido, seleccionado del grupo consistente en agua, una solución acuosa de un agente dispersante, una solución acuosa de álcali y una solución acuosa de un agente oxidante inorgánico, de modo que el nivel de la cara intermedia entre las fases gaseosa y líquida en un reactor de polimerización no pueda resultar más bajo.

25

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la adición de dicho líquido se conduce continuamente desde la iniciación de la polimerización hasta que el régimen de conversión alcance por lo menos 50%.

30

3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque dicho líquido es vertido en la cara in-

402836



- 20.-

1

termedia entre la fase gaseosa y la fase líquida.

5

4.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque dicho líquido es rociado sobre las paredes internas del reactor de polimerización, cerca de la cara intermedia entre las fases gaseosa y líquida.

10

5.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque dicha solución acuosa de álcali es seleccionada del grupo consistente en hidróxido de sodio, hidróxido de litio, hidróxido de potasio, óxido de sodio, hidróxido de bario, hidróxido de calcio y óxido de calcio.

15

6.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque dicha solución acuosa de un agente oxidante inorgánico está seleccionada del grupo consistente en ácido permangánico o su sal, ácido crómico, ácido bicrómico o sus sales, ácido nítrico, óxido nitroso, tetróxido de nitrógeno, sesquióxido de nitrógeno, nitrato de cobre, nitrato de plomo, nitrato de plata, nitrato amónico, óxido de cerio, óxido de cobre y óxido de plomo.

20

25

7.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el contenido de álcali en dicha solución acuosa de álcali es como máximo de 0,001% de peso, basado en el peso de dicho monómero de cloruro de vinilo o dicha mezcla.

30

8.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el contenido de óxido inorgánico en dicha

402836



- 21.-

1

solución acuosa de un agente oxidante inorgánico es de un máximo de 0,0001% de peso, basado en el peso de dicho monómero de cloruro de vinilo o dicha mezcla.

5

9.- "Procedimiento para la polimerización de suspensión de un monómero de cloruro de vinilo o de una mezcla consistente principalmente en cloruro de vinilo."

10

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva, que consta de veintiuna hojas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a

17 MAY 1972

15

CARLOS ROEB
P. P.

Fdo. Francisco del Pozo

20

25

30

402836



Fig. 1

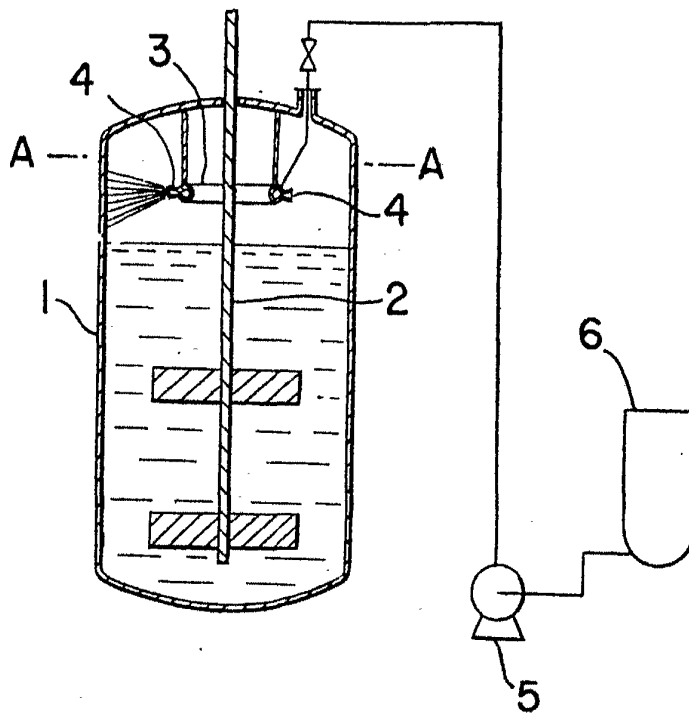


Fig. 2

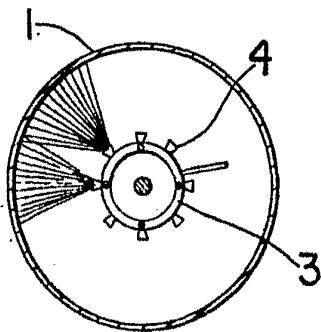
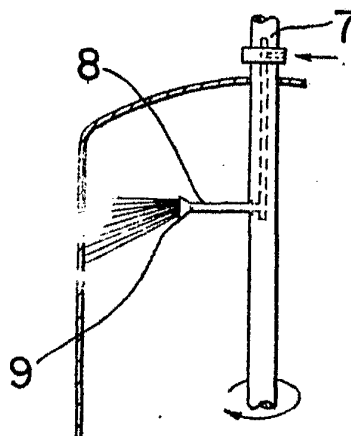


Fig. 3



ESCALA VARIABLE
CARLOS ROIB
R. P.

Fdo. Francisco del Pozo