

429623

P.- 57.987

29 AGO. 1974 VI-Pat.Abt.
2071/rei Wa 7317

Clase: B01J ; C08F

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de WACKER-CHEMIE GmbH

entidad alemana

establecida en Prinzregentenstr. 22, 8 München 22, Repú-
blica Federal Alemana.

por: "DISPOSITIVO PARA LA REALIZACION CONTINUA DE REACCIO-
NES QUIMICAS, ESPECIALMENTE POLIMERIZACIONES DE MO-
NOMEROS OLEFINICAMENTE INSATURADOS"

(Clase Internacional B01j, C08j)

El elevado consumo de productos químicos, por ejemplo de materiales sintéticos, hace necesario buscar, para los procedimientos de preparación conocidos, dispositivos y modos de procedimiento aún más rentables. Dos principios fundamentales, que conducen a una mejora en este sentido, son por un lado la utilización de grandes volúmenes de reacción y por otro lado la realización en dispositivos que trabajan de modo continuo que hacen posible un elevado rendimiento de espacio-tiempo.

10 En los procedimientos y dispositivos actualmente conocidos sólo se mejoraba en cada caso uno de los factores. De la DOS 2.032.700 es conocido un autoclave de gran tamaño con más de 90 m³ de capacidad para la polimerización de monómeros etilénicamente insaturados. Dicho autoclave de gran tamaño tiene sin embargo una relación desfavorable de superficie de refrigeración a volumen total. Como consecuencia de ello se debe utilizar salmuera como agente refrigerante, para no obtener tiempos de reacción demasiado largos. No obstante, la utilización de salmuera significa costos elevados y además de ello un riesgo acrecentado para la seguridad ya que en el caso de fallar la instalación de refrigeración la polimerización puede interrumpirse. Para autoclaves de tales órdenes de magnitud es necesaria con frecuencia también una

15

20

25 ordenadora para gobernar la evacuación de calor. Además

de ello no es posible una realización continua de la reacción.

De la DAS 1.217.069 es conocido por otro lado un dispositivo con el cual es posible en principio la polimerización continua. No obstante, en este dispositivo no son posibles grandes volúmenes de reacción manteniendo a la vez los tiempos de reacción usuales, ya que la evacuación del calor de una manera controlada sólo es posible mediante una refrigeración con envolvente. Esto significa que no puede lograrse un aumento del rendimiento de espacio-tiempo por encima del usual.

Por lo tanto, fue misión del invento mostrar un dispositivo que hiciera posible la realización continua de reacciones químicas, especialmente de polimerizaciones, debiendo poder lograrse una rápida evacuación del calor de reacción, con el fin de lograr un aumento decisivo de los rendimientos de espacio-tiempo. Además, el dispositivo debe ser apropiado también especialmente para la polimerización en suspensión de cloruro de vinilo, siendo necesarias no obstante además etapas de procedimiento complementarias para evitar de manera amplia sedimentaciones de poli(cloruro de vinilo).

Objeto del invento es un dispositivo para la realización continua de reacciones químicas, especialmente polimerizaciones de monómeros olefínicamente insaturados,

que consta de un espacio de reacción 1 central, especialmente con simetría de revolución, que está dividido mediante cuerpos separadores 2, especialmente con simetría de revolución, en cámaras 3, dentro de las cuales se encuentran eventualmente órganos de agitación 4, todos los cuales están fijados a un árbol 5 guiado perpendicularmente a los cuerpos separadores 2, estando unidas las cámaras 3 entre ellas mediante pequeños orificios 6 en los cuerpos separadores 2 y estando conectadas con una cámara 3 conductores tubulares anulares 7 en cada caso una de las mismas a través de dos orificios 8.

Con el dispositivo de acuerdo con el invento se pueden llevar a cabo con rapidez en un modo de procedimiento continuo reacciones exotérmicas. Esto es posible especialmente debido a que mediante la estructuración especial del dispositivo y de los equipos de refrigeración se puede procurar una rápida evacuación del calor. En principio, naturalmente, se puede trabajar también de modo discontinuo en el dispositivo descrito.

El dispositivo es apropiado para una gran cantidad de reacciones químicas en fase líquida, pero en tales casos no debe producirse ninguna sedimentación esencial desde la fase líquida, que se deposite sobre las paredes del reactor, ya que de esta manera se perturba la realización continua de la reacción (limitación de la eva-

cuación del calor) y/o se puede perjudicar la calidad del producto.

5 Ejemplos de tales reacciones son policonden-
saciones, esterificaciones, saponificaciones o reacciones
de precipitación. El dispositivo es especialmente apropiado
para la polimerización y copolimerización de monómeros
olefínicamente insaturados, tales como por ejemplo olefi-
nas, tales como etileno, compuestos acrílicos y metacrí-
licos, estireno y sus derivados, ésteres de ácido fumárico
10 y de ácido maleico, ésteres vinílicos, especialmente halo-
genuros de vinilo tales como cloruro de vinilo, y sus mez-
clas. En este caso se puede efectuar la polimerización tan-
to en emulsión, en suspensión o en solución como también
en sustancia. Es especialmente apropiado el dispositivo
15 para la polimerización en suspensión de cloruro de vinilo,
eventualmente junto con otros monómeros olefínicamente in-
saturados.

El dispositivo de acuerdo con el invento cons-
ta de un espacio de reacción central y de conducciones tu-
20 bulares anulares colocadas junto a éste. El volumen total
de los espacios de reacción es preferiblemente de 10 a
100 m³, de éstos, en general, sólo está constituida por
el espacio de reacción central una parte pequeña. El volu-
men de las conducciones tubulares anulares constituye usual-
25 mente de 50 a 90% del volumen total. El espacio de reac-

ción central puede estar estructurado tanto con simetría de revolución como también de otro modo, por ejemplo con forma elíptica. De modo correspondiente están configurados los cuerpos separadores. Estos, por ejemplo, pueden estar
5 estructurados en forma de discos o de conos.

Por arriba y por debajo junto al espacio de reacción central están dispuestos en cada caso uno o varios orificios, a través de los cuales se alimentan las sustancias que han de reaccionar, o se retiran los productos
10 finales. Fundamentalmente el dispositivo puede ser hecho funcionar desde arriba hacia abajo así como también desde abajo hacia arriba. No obstante, se le utiliza preferiblemente desde arriba hacia abajo.

En los cuerpos separadores hay orificios de modo que las cámaras formadas por medio de ellos están unidas entre sí y se hace posible que continúe circulando la
15 mezcla de reacción. Los orificios pueden estar estructurados de diversas maneras. En general son mantenidos de pequeño tamaño, para hacer posible sólo una dirección de
20 circulación principal y evitar un retromezclado. Los cuerpos separadores pueden ser fijados por ejemplo al árbol de agitación y se puede dejar libre una rendija anular con respecto a las paredes del espacio de reacción central. De este modo resulta una rendija relativamente grande y
25 además de ello los cuerpos separadores son hechos girar

con el árbol rotatorio. Preferiblemente los cuerpos separadores están fijados de modo estanco a los líquidos en las paredes del espacio de reacción central y los orificios situados en los cuerpos separadores se establecen en forma de rendija anular entre el árbol de agitación y los cuerpos separadores. Por esta razón la rendija anular es esencialmente menor, ya que sólo necesita proporcionar sitio para el árbol rotatorio y se necesita además algo de espacio libre para el paso de la mezcla de reacción.

5

10 Como efecto ventajoso se manifiesta el hecho de que no se produce ningún retromezclado y por consiguiente se puede lograr un estrecho espectro de tiempos de permanencia, que en muchos casos es necesario para lograr una calidad irreprochable del producto. La calidad lograda de este modo es más constante que en productos que proceden de varias cargas de una reacción discontinua. Además de ello es posible también utilizar cuerpos separadores con orificios estructurados de otra manera y conducir el árbol mediante juntas de hermeticidad a través de los cuerpos de separación, pero en este caso el gasto técnico es esencialmente mayor.

15

20

El árbol puede ser conducido de modo centrado o excéntrico a través del recipiente de reacción central. En general en cada cámara están colocados órganos de agitación junto al árbol. El tipo de los agitadores depende

25

de las condiciones de reacción, de manera que pueden utilizarse agitadores de paletas planas, de álabes, de rodete y de hélice. Para una polimerización de cloruro de vinilo en suspensión es especialmente apropiada una combinación de agitadores de álabes y de hélice. En el caso más sencillo el árbol de propulsión propiamente dicho sirve como órgano de agitación. Los órganos de agitación producen un intenso mezclado a fondo y una gran velocidad de circulación en las conducciones tubulares anulares, cuando éstas están conectadas con la correspondiente cámara. Esto es ventajoso para evitar sedimentaciones de productos resultantes.

Las conducciones tubulares anulares son relativamente grandes en comparación con el espacio de reacción central (pueden ser de diferentes tamaños unas de otras), de modo que una gran parte de la mezcla de reacción está contenida en las conducciones. Las conducciones tubulares anulares pueden tener la altura de la cámara, pero también pueden ser más bajas o pueden estar colocadas junto a la cámara a diferentes alturas. Los orificios para su conexión con la cámara están en general situados aproximadamente situados enfrente. La conexión se efectúa usualmente de modo tangencial en el sentido de rotación con respecto al órgano de agitación.

El número de las cámaras que se puede escoger

puede ser uno cualquiera. En este caso ha de partirse del número que sea apropiado para la correspondiente reacción. En general todas las cámaras tienen una conducción tubular anular con excepción de la cámara superior (para mezclado
5 de los componentes de reacción) y la más inferior (para retirada del producto de reacción). Entre estas dos cámaras no es apropiado incorporar menos de tres etapas (cámaras más conducción tubular anular). De modo conveniente hay frecuentemente de 5 a 30 etapas. Para más de 30 etapas
10 el gasto técnico no parece estar justificado en la mayor parte de los casos, y aparte de ello se presentan eventualmente problemas especiales.

Mediante la conducción tubular anular se influye de modo extraordinariamente favorable sobre la relación del contenido del reactor a la superficie de refrigeración. Con respecto a recipientes de reacción usuales
15 se puede lograr una mejora a un valor de 15 a 30 veces mayor. La refrigeración se efectúa preferiblemente de modo que las conducciones tubulares anulares están estructuradas como conducciones tubulares anulares de envolvente y por consiguiente pueden ser alimentadas con un medio de refrigeración. No obstante, las conducciones tubulares anulares no deben estar totalmente provistas con un tubo envolvente de refrigeración, y con frecuencia es suficiente una parte de éste, cuando no se trata de reacción
20
25

nes intensamente exotérmicas de modo especial. El espacio de reacción central puede también estar revestido con una envolvente. Como medio de refrigeración se utiliza en general agua. Son reguladas termostáticamente la mayor parte de las veces algunas etapas, por ejemplo cinco. No obstante, también cada una de las etapas puede estar regulada termostáticamente por sí sola. En este caso se puede trabajar en las diversas etapas con diferentes temperaturas. La regulación termostática se puede realizar con dispositivos de regulación sencillos. Además, existe la posibilidad de evacuar el calor de reacción total o parcialmente mediante refrigeración por rociado a través de las conducciones tubulares anulares.

Con ayuda de los dibujos 1 y 2 se debe explicar el invento por medio de un ejemplo de realización.

Con el signo de referencia 1 se designa el espacio de reacción central y con el signo de referencia 2 se designan los cuerpos separadores que lo dividen en las cámaras 3. Con el signo de referencia 4 se mencionan los órganos de agitación, en el presente caso agitadores de paletas planos, que están fijados al árbol 5. El signo de referencia 6 designa los orificios para el paso del producto de reacción a la siguiente cámara. Las conducciones tubulares anulares están representadas en 7 y los orificios en las cámaras hacia las conducciones tubulares

anulares están representados con 8 en los dibujos. La cifra 9 la lleva la envolvente de refrigeración. Con el signo de referencia 10 se designan ejemplos de orificios adicionales para agregar dosificadamente sustancias auxiliares o componentes de reacción. Los signos de referencia 11 y 12 se refieren a los orificios de alimentación o descarga de fluido.

El dispositivo en conjunto es fabricado en general a base de acero inoxidable. En este caso se procura que resulten superficies interiores lo más lisas que sean posibles, para no dar lugar a puntos de aplicación para formación de sedimentaciones.

Es especialmente apropiado el dispositivo de acuerdo con el invento para la polimerización en suspensión de cloruro de vinilo o para la copolimerización de cloruro de vinilo con otros monómeros olefinicamente insaturados en fase acuosa en presencia de agentes formadores de radicales solubles en aceite, coloides protectores y/o emulgentes y eventualmente otras sustancias auxiliares de polimerización. En tal caso se debe procurar que no se forme en el autoclave ninguna sedimentación de poli(cloruro de vinilo). Del estado de la técnica se conocen algunos métodos de polimerización que evitan esto, Preferiblemente se utilizan en este caso las siguientes medidas:

1. Se utiliza para la fabricación del dispositivo un material que tiene una profundidad media de asperezas por debajo de 10μ , y preferiblemente por debajo de 1μ .

5 2. Se mantiene en el dispositivo una velocidad de circulación del agua de por lo menos $0,3$ m/segundo y preferiblemente de 1 a 2 m/segundo. Esto es perfectamente posible en el dispositivo de acuerdo con el invento, ya que solamente se deben estructurar de manera adecuada los órganos de agitación y la velocidad de agitación.

10 3. Se emplea un agente reductor soluble en agua en cantidades de 2 a 2.000 ppm, preferiblemente de 10 a 300 ppm, referido al agua.

15 Estas medidas se describen con mayor detalle en la DOS 2.248.607.

20 Para la polimerización en suspensión, este dispositivo constituye un progreso especial, ya que hasta ahora en la práctica sólo se polimerizaba de manera discontinua y ahora se ofrece una posibilidad de realización continua del procedimiento. Además de ello debido a la gran superficie específica de refrigeración se puede polimerizar sin ningún riesgo para la seguridad con mucha rapidez incluso en instalaciones de tamaño extremadamente grande. Así, se pueden lograr tiempos de reacción teóricamente de una hora en la práctica con un índice K del

25

5 producto final de 70 de 2-3 horas con catalizadores usuales. Con bajos índices K se acorta el tiempo considerablemente de modo adicional. La consecuencia de ello son rendimientos de espacio-tiempo esencialmente mayores, por ejemplo de 100 toneladas -más por metro cúbico en comparación con 15 toneladas -más por metro cúbico en el caso de un funcionamiento discontinuo.

10 De modo correspondiente son también esencialmente menores los costos de inversión, de manera que se ofrece un método de preparación del poli(cloruro de vinilo) especialmente rentable.

15 Además de ello, mediante el modo de funcionamiento continuo se logra también una calidad de producto más uniforme. Por el contrario, en el modo de procedimiento discontinuo cada carga resulta siempre algo diferente de las otras.

20 Otra ventaja más del procedimiento continuo aquí descrito es el pequeño gasto en personal. El reactor no necesita de ningún tipo de manipulación ni servicio durante el funcionamiento y puede ser vigilado desde un puesto de medición. Los procesos usuales en el procedimiento discontinuo, que llevan aparejado trabajo manual, tal como llenado, separación por destilación, evacuación y sobre todo limpieza, se suprimen en este caso o sólo
25 aparecen al poner en marcha y al detener la instalación. Gracias al reactor de acuerdo con el invento pueden ser mantenidas extremadamente bajas las concentraciones de

cloruro de vinilo u otros monómeros en el lugar de trabajo. Además, el reactor puede ser instalado al aire libre.

5 Las sustancias auxiliares utilizadas usualmente en la polimerización en suspensión, tales como catalizadores solubles en aceite, emulgentes, coloides protectores, sustancias tampón y reguladores, son empleadas en cantidades usuales tal como se describe, por ejemplo, en la DOS 2.248.607. La proporción de agua a cloruro de vinilo se corresponde también al margen conocido. La mayor parte de las veces la presión es de 1 a 15 atmósferas manométricas y en el caso de comonomeros gaseosos es hasta 10 de 100 atmósferas manométricas. La temperatura es ajustada en general a 30-80°C. Los componentes de reacción alimentados de modo continuo y el medio de reacción (la mayor parte de las veces agua) son calentados a la temperatura deseada convenientemente de antemano mediante un intercambiador de calor.

15 En principio no es necesaria una limpieza del reactor, pero por razones de seguridad el reactor puede ser detenido a intervalos de tiempo determinados, y puede ser limpiado con ayuda de un disolvente, por ejemplo tetrahidrofurano. Si bien normalmente no se necesita con- 20 tar con la formación de un recubrimiento sobre las paredes, debido a una perturbación de cualquier tipo a cloruro de vinilo impurificado, se puede formar eventualmente no obstante, en algunos lugares especialmente críticos, algo de recubrimiento sobre las paredes. Toda vez que un

control visual es esencialmente más complicado y largo
que un lavado con disolvente, este último se lleva a cabo
convenientemente de manera rutinaria. Dado que el tiempo
de funcionamiento del reactor es de varias semanas, estos
5 procesos apenas tienen importancia en cuanto a su efecto
sobre el rendimiento.

Las suspensiones que resultan en el dispositi-
vo de acuerdo con el invento pueden ser sometidas a tra-
tamiento de manera usual, por ejemplo por separación del
10 agua de polimerización, subsiguiente lavado y secado.

Ejemplo 1.

En una instalación correspondiente a la des-
cripción y a los dibujos que anteceden, en total con 20
15 etapas y una profundidad media de asperezas de las pare-
des inferior a 1μ , se alimentan continuamente 41 partes
(siempre partes en peso) de cloruro de vinilo, 58 partes
de agua desionizada, 0,06 partes de un poli(acetato de vi-
nilo) parcialmente saponificado (40% de acetato residual),
20 0,04 partes de percarbonato de dietilhexilo, 0,01 partes
de bicarbonato de sodio y 0,002 partes de tiosulfato de
sodio.

En este caso se procede calentando a 60°C
en un intercambiador de calor el agua y los componentes
25 solubles en ella, y rociando luego a través del orificio

11 del reactor sobre las superficies interiores situadas en el espacio para gas. El cloruro de vinilo y los componentes solubles en él son introducidos de modo continuo a través del orificio 10 de la etapa más superior.

5 El número de vueltas del agitador de paletas planas es de 250 rpm, correspondiente a una velocidad de circulación en las conducciones tubulares anulares de 1,3 m/segundo.

10 La temperatura de reacción es mantenida en 55°C mediante 4 reguladores, cada uno de los cuales sirve a 5 etapas.

15 Después de un tiempo medio de permanencia de 2,5 horas, la mezcla de reacción, que entonces ha alcanzado un grado medio de transformación de 85%, es retirada de modo continuo por el orificio 12. El monómero que no ha reaccionado es separado, el agua es eliminada por centrifugación y el producto es secado.

20 Se obtiene un poli(cloruro de vinilo) con un índice K (de acuerdo con Fikentscher) de 68 y una distribución de tamaños de granos (de acuerdo con Rosin-Rammler) de $n = 4,5$ y $d' = 210 \mu\text{m}$. La densidad aparente de acuerdo con la norma DIN 53.468 es de 580 g/litro y el número de las motas de acuerdo con el ensayo de Leuchs (a 140°C) es de 3-5/100 cm^2 . Cuando se efectúa el tratamiento en un
25 mezclador planetario el producto recoge a 100°C en el es-

5 pacio de 3 minutos un 50% de su peso de agente plastifi-
cante sin perder por ello su capacidad para fluir. La es-
tabilidad térmica del producto es buena y corresponde a
la de un poli(cloruro de vinilo) producido según el proce-
dimiento discontinuo.

 Después de un tiempo de funcionamiento de 4
semanas sin interrupción, el reactor es detenido, lavado
con agua y luego llenado con tetrahidrofurano. Este es
mantenido a aproximadamente 50°C durante 3 horas con rápi-
da agitación. Después de haber evacuado el disolvente, el
10 reactor está nuevamente dispuesto para funcionar.

Ejemplo 2.

 En un aparato correspondiente a los dibujos,
15 pero sin agitador de paletas planas junto al árbol continuo
y atravesado, se introduce de manera continua una mezcla
de 50 partes en peso de cloruro de vinilo, 50 partes de
agua desionizada, 0,5 partes de dodecilsulfato de sodio,
0,1 partes de percarbonato de dicetilo y 0,01 partes de
20 ditionito de sodio a través del orificio 11. Esta mezcla
ha sido homogeneizada previamente mediante paso continuo
por boquillas con una diferencia de presiones de 20 atmós-
feras absolutas.

 El número de vueltas del árbol que sirve
25 aquí como agitador es de 100 rpm., la temperatura del con-

tenido del reactor es mantenida a 50°C mediante 4 reguladores.

5 Después de un tiempo medio de permanencia de 5 horas la mezcla, que ha reaccionado en un 95%, es retirada en forma de látex poco viscoso por el orificio 12, el cloruro de vinilo restante es separado por destilación en vacío y el agua es eliminada por filtración.

10 Después del secado se obtiene un poli(cloruro de vinilo) con un índice K de 70, un tamaño medio de granos primarios de 0,6 μ m y una densidad aparente de 380 g/litro. El polvo puede ser transformado, junto con los plastificantes usuales, en pastas de baja viscosidad. Por ejemplo, una pasta con 40% de ftalato de dioctilo con un gradiente de cizallamiento de 50 segundo⁻¹ tiene una
15 viscosidad de 2.200 cP. El producto puede ser espumado bien por medios químicos y mecánicos, o puede ser extendido a la forma de películas. Asimismo es apropiado para todos los otros propósitos de empleo conocidos de pastas de poli(cloruro de vinilo), que habían sido preparadas
20 de acuerdo con la misma receta pero de modo discontinuo y con un tiempo de polimerización de 25 horas con una cantidad empleada de agente iniciador correspondientemente menor.

Ejemplo 3.

25 En un aparato correspondiente al Ejemplo 1 se

introducen de forma continua 33 partes (en peso) de metacrilato de metilo, 66 partes de agua desionizada, 0,43 partes de un poli(acetato de vinilo) parcialmente saponificado (30% de acetato residual), 0,1 partes de peróxido de lauroilo, 0,1 partes de percarbonato de dicetilo, y 0,01 partes de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$. El agua y todos los componentes solubles en ella se introducen a través de la abertura 11, el monómero y las sustancias solubles en él se introducen a través de la abertura 10 de la etapa más superior. El número de vueltas del agitador de álabos es de 250 rpm. La temperatura en las 15 primeras etapas se encuentra en alrededor de 85°C, y en las 5 últimas etapas en aproximadamente 120°C.

Después de un tiempo medio de permanencia de 1,5 horas se retira continuamente la mezcla de reacción por la abertura 12. El agua se separa por centrifugación, y el producto es lavado y secado. El grado de transformación es prácticamente de un 100%.

El polvo de poli(metacrilato de metilo) así obtenido tiene un tamaño medio de granos de 250 μm . Después de 2 semanas de tiempo de funcionamiento, el reactor es limpiado con acetona de manera correspondiente al Ejemplo 1.

Ejemplo 4

En un aparato correspondiente a los dibujos

y a la memoria descriptiva, con un total de 10 etapas, se introducen de forma continua, a través de una abertura 11, 100 partes (en peso) de isooctano. A través de otra abertura 11 se introduce etileno a una presión de 10 atmósferas manométricas. A través de la abertura 10 de la etapa más superior se añaden de forma dosificada, continuamente, 0,08 partes de un catalizador (preparado a partir de metilhidrógeno polisiloxano (20 est), tetracloruro de titanio y cloruro de aluminio en isooctano). A través de las aberturas 10 de las segunda, cuarta y sexta etapas se introduce etileno a una presión de 10 atmósferas manométricas.

El número de vueltas del agitador de álabos es de 300 rpm, la temperatura en el reactor se mantiene a 75°C.

Por la abertura 12 se retira, después de un tiempo medio de permanencia de 2 horas (referido a isooctano) una suspensión al 30% de polietileno en isooctano. Esta no contiene ya prácticamente nada de catalizador activo y sólo 0,5 % de etileno. El catalizador es descompuesto con isopropanol en un mecanismo agitador, el polietileno es retirado por centrifugación, y es secado.

Se obtiene un polvo con los siguientes datos característicos:

MFI_{190/5} = 2,7
 η_{red} = 2,1
Densidad aparente = 370 g/l
Tamaño medio de granos = 280 μ m

5 Después de 6 semanas de tiempo de funcionamiento se ha formado sobre las superficies interiores del reactor una película delgada de polietileno que, sin embargo, no obstaculiza de ninguna manera la polimerización. En este espacio de tiempo no se ha llegado a un estado en el que se hubiera hecho necesaria una limpieza.

10

Ejemplo 5

En un aparato correspondiente a los dibujos y a la memoria descriptiva, con un total de 10 etapas, se

15 introducen de forma continua 25 partes (en peso) de estireno, 75 partes de agua desionizada, 0,5 partes de un poli(acetato de vinilo) saponificado en un 70%, 0,15 partes de azobisisobutironitrilo y 0,02 partes de $Na_2S_2O_4$. El agua y los componentes solubles en ella son introducidos a través de la abertura 11, y el monómero y las sustancias solubles en él a través de la abertura 10 de la

20 etapa más superior. El número de vueltas del agitador de álabes es de 250 rpm, la temperatura se mantiene a 70°C en todo el reactor.

25 Después de un tiempo medio de permanencia

de 5 horas se retira continuamente, en la abertura 12, la mezcla que ha polimerizado en un 91%. El agua es separada por centrifugación y el producto es secado en vacío.

5 El polvo de poliestireno así obtenido tiene un tamaño medio de granos de 230 μ m. Después de 2 semanas de tiempo de funcionamiento, el reactor se limpia con tolueno de manera correspondiente al Ejemplo 1.

Ejemplo 6

10 En una instalación de 3 etapas correspondiente a los dibujos y a la memoria descriptiva se introducen de forma continua, a través de la abertura 11, 100 partes (en peso) de acetaldehído. A través de la abertura 10 de la etapa más superior se añaden continuamente 2,5 partes de una suspensión al 30% de otilato de aluminio mez-

15 clado con $ZnCl_2$ (10% de Zn referido a Al) y, a través de la abertura 10 de la segunda etapa, 0,5 partes de la misma suspensión.

20 La velocidad de circulación en los tubos anulares es de 0,5 m/seg y la temperatura en el reactor es de + 5°C.

Después de un tiempo medio de permanencia de 30 minutos (referido a aldehído), la mezcla de reacción se retira continuamente por la abertura 12. Esta contiene todavía 1,5% de aldehído residual.

25 Un 90% del éster bruto así obtenido es de-

vuelto de nuevo al reactor a través de la abertura 10 de la etapa más superior, un 10% del éster bruto se retira del proceso y se someten a tratamiento.

5 Esta solicitud, que corresponde a la presentada en República Federal Alemana, el 30 de Agosto de 1973, bajo el nº P 23 43 788.9, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

10

REIVINDICACIONES

15

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

20 1ª.- Dispositivo para la realización continua de reacciones químicas, especialmente polimerizaciones de monómeros olefínicamente insaturados, que consta de un espacio de reacción central 1, especialmente con simetría de revolución, el cual mediante cuerpos separadores 2, 25 especialmente con simetría de revolución, está dividido

en cámaras 3, en las cuales se encuentran eventualmente órganos de agitación 4, todos los cuales están fijados a un árbol 5 conducido perpendicularmente a los cuerpos separadores 2, estando unidas las cámaras 3 entre ellas mediante pequeños orificios 6 con los cuerpos separadores 2 y con conducciones tubulares anulares 7, de las cuales en cada caso una está conectada con una cámara 3 a través de dos orificios 8.

5
10
2ª.- Dispositivo según la reivindicación 1ª, caracterizado porque los cuerpos separadores están fijados a las paredes del espacio de reacción central 1 y los orificios se encuentran entre el árbol 5 y los cuerpos separadores 2.

15
3ª.- Dispositivo según las reivindicaciones 1ª y 2ª, caracterizado porque las conducciones tubulares anulares están provistas total o parcialmente con un tubo envolvente de refrigeración.

20
4ª.- Dispositivo para la realización continua de reacciones químicas, especialmente polimerizaciones de monómeros olefinicamente insaturados.

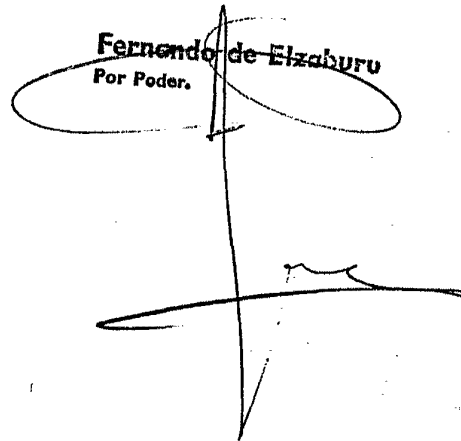
Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en los dibujos que se acompañan y con los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de veinticinco hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 12 MAR. 1976

P.A.

Fernando de Elzaburu
Por Poder.

A handwritten signature, possibly 'F. de Elzaburu', is written over the typed name. Below the signature is a large, horizontal scribble consisting of several overlapping lines.

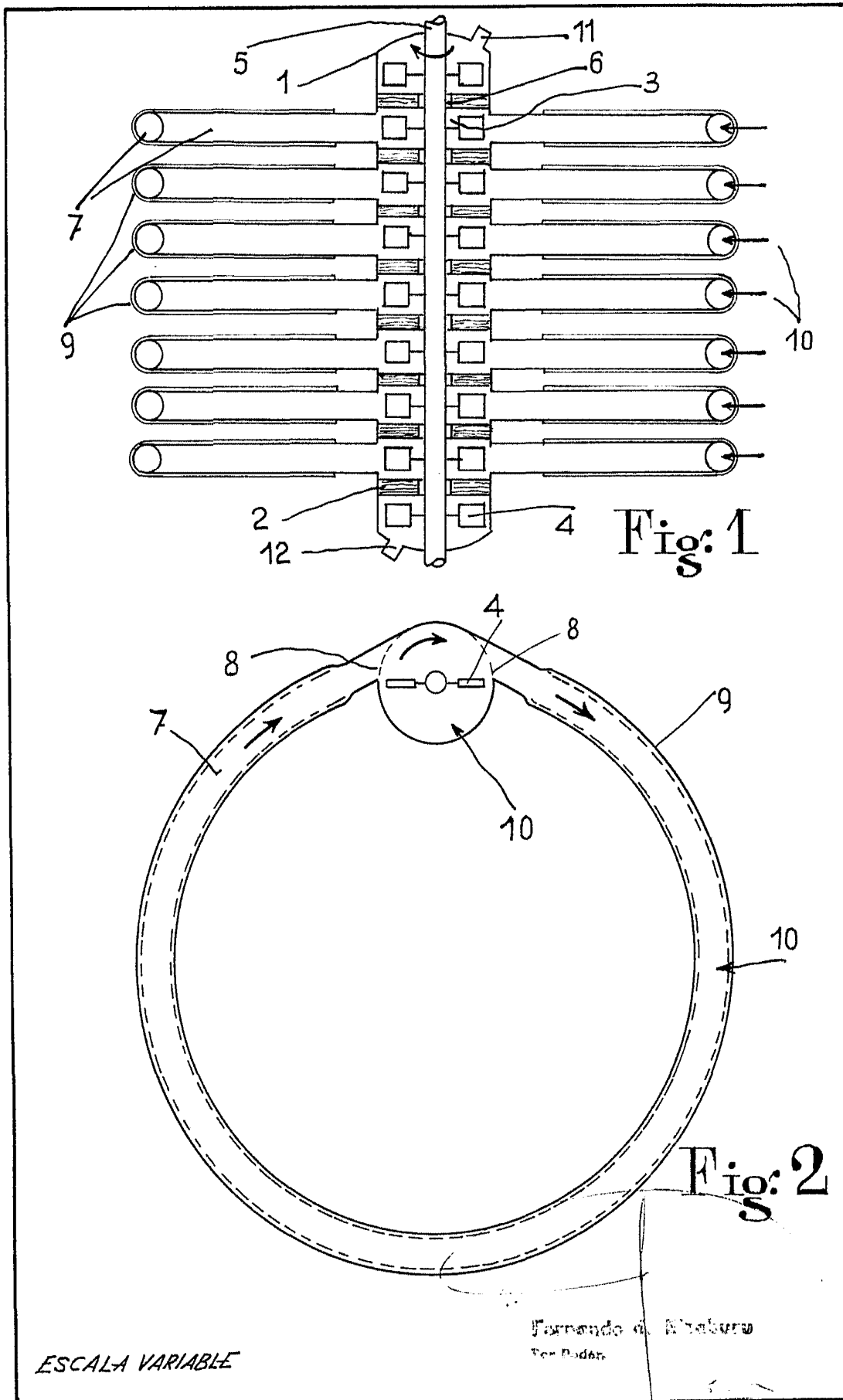


Fig: 1

Fig: 2

ESCALA VARIABLE

Fernando G. Alaburu
Tor. Pader.