

MINISTERIO DE INDUSTRIA  
REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL



ESPAÑA

19 ES	11	NUMERO	10 AI
	21	450917	
	22	FECHA DE PRESENTACION	
		6-8-1976	

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES:		
31 NUMERO	32 FECHA	33 PAIS
26219 A/75	8-8-1975	ITALIA
47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C23F, C08F	
54 TITULO DE LA INVENCION		
"PROCEDIMIENTO PARA LA REMOCION DE INCRUSTACIONES EN REACTORES DE POLIMERIZACION"		
71 SOLICITANTE (S)		
ANIC S.p.A., sociedad anónima italiana.		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE		
PALERMO (Italia), Via M. Stabile, 216		
72 INVENTOR (ES)		
Dionigi Baldini, Francesco Carlin, Giancarlo Montanari y Enzo Bandini.		
73 TITULAR (ES)		
74 REPRESENTANTE		
Don JOSE MIGUEL GOMEZ-ACEBO Y POMBO.		

La presente invención se refiere a un procedimiento para la remoción de incrustaciones en reactores de polimerización, y particularmente para la remoción de incrustaciones de las partes en contacto con la fase gaseosa en reactores de polimerización en suspensión del cloruro de vinilo, solo o en mezcla con otros monómeros.

Es sabido que uno de los mayores problemas en la polimerización en suspensión del cloruro de vinilo, solo o en mezcla con otros monómeros, reside en las incrustaciones de polímero que se depositan sobre las paredes del reactor y que, si no son extraídas, contaminan el producto de las cargas sucesivas. La remoción, manual o mecánica mediante agua a elevadas presiones, requiere sin embargo la apertura del reactor y el empleo de tiempos de una hora o más.

Recientemente se han desarrollado gran número de patentes que reivindican la solución del problema de las incrustaciones en las paredes del reactor en contacto con la fase líquida.

Se trata, en general, de formulaciones específicas que impiden la deposición y requieren una limpieza solamente después de varias decenas de cargas.

Permanece sin embargo sin resolverse el problema de las incrustaciones en las partes del reactor en contacto con la fase gaseosa; la tendencia a aprovechar al máximo los reactores (altos grados de llenado, fuertes agitaciones, altas velocidades de destilación del monómero residual, etc.) ha agravado el fenómeno favoreciendo un mayor desarrollo de espuma y de salpicaduras que depositan el polímero.

sobre la envoltura del reactor. Después de pocas cargas, las tubuladuras comienzan a obstruirse con el riesgo de que se desprendan gruesos trozos de polímero y obstaculicen la descarga, comprometiendo el cierre de la válvula de fondo; de esta manera queda impedida la correcta ejecución de las operaciones de carga y descarga y se pone en peligro la seguridad del reactor durante la polimerización.

En definitiva, las incrustaciones sobre la envoltura del reactor convierten en prácticamente inútil el empleo de una formulación antiensuciamiento en relación con el objetivo de abrir el reactor con frecuencia mínima.

Ahora se ha descubierto que no es necesario abrir, con cada carga, el reactor para la inspección visual de la envoltura y eventualmente remover las incrustaciones si, durante la reacción, se aplica un flujo continuo a la envoltura del autoclave con agua de al menos  $15 \text{ kg/cm}^2$  de presión y si a tal operación se hace seguir un lavado (por ejemplo durante la descarga y en todo caso con el autoclave cerrada) con agua a presión de  $100 \text{ kg/cm}^2$ .

En particular, el flujo, si se inicia entre el 15 % y el 25 % de conversión, con un caudal de al menos 1000 litros/hora, y se continúa hasta el 40 % al menos de conversión, permite obtener incrustaciones ligeras y uniformes, susceptibles de ser separadas con agua a elevada presión sin dificultad alguna para la descarga y la hermeticidad de la válvula de fondo.

Intervenciones iniciadas después del 25 % de conversión no evitan la localización de las incrustaciones en forma de

grandes aglomerados; intervenciones anticipadas no comportan ventaja alguna por cuanto el reducido volumen libre disponible en las cargas industriales normales no permite mantener el caudal de agua requerido.

5           La subsiguiente intervención con agua a elevada presión es absolutamente necesaria para evitar que la ligera incrustación residual aumente en las cargas sucesivas; por otra parte, la sola aplicación de un flujo de agua, efectuado durante toda la duración de la reacción, permite impedir  
10           permanentemente el depósito de polímero solamente en cargas de bajo grado de llenado, débil agitación, etc., es decir en polimerizaciones de escasa importancia industrial.

          Los siguientes ejemplos tienen la sola finalidad de clarificar la necesidad de la aplicación simultánea de  
15           las medidas, sin constituir limitación alguna para el alcance de la invención.

#### EJEMPLO 1

          Un autoclave de 25 m<sup>3</sup>, dotada de agitador y rompeolas Pfaudler, se llenó al 70 % de su capacidad con una relación  
20           de agua/cloruro de vinilo igual a 1 : 1 y se agitó a una velocidad de 120 revoluciones/min.

          A la envoltura se aplicó durante toda la reacción un flujo con un caudal de 1000 litros/hora de agua a 20 kg/cm<sup>2</sup>.

          El grado de llenado final fue del 90 %. Al final de  
25           la reacción, la envoltura quedó perfectamente limpia y así se mantuvo durante todas las cargas sucesivas.

#### EJEMPLO 2

          La misma autoclave del Ejemplo 1 se llenó al 90 % con

la misma relación entre agua y una mezcla de 85/15 de cloruro de vinilo y acetato de vinilo. Después de aplicación a la envoltura de un flujo de agua a la presión de  $25 \text{ kg/cm}^2$ , entre el 20 % y el 40 % de conversión, se recuperaron 3 kg de costras uniformemente distribuidas por toda la superficie.

En las cargas sucesivas se procedió al lavado con agua a  $300 \text{ kg/cm}^2$ , mediante toberas orientables.

La envoltura del autoclave permaneció perfectamente limpia y no se produjeron problemas de descarga ni de hermeticidad de la válvula de fondo.

### EJEMPLO 3

En el mismo autoclave de los ejemplos precedentes se mantuvieron invariados, respecto al Ejemplo 2, el grado de llenado y la relación agua/cloruro de vinilo.

Después de aplicación a la envoltura de un flujo de agua a  $30 \text{ kg/cm}^2$ , entre el 40 % y el 65 % de conversión, se recogieron 10 kg de costras en forma de gruesos trozos.

El lavado en cargas sucesivas con agua de  $350 \text{ kg/cm}^2$  eliminó totalmente el ensuciamiento pero alargó considerablemente los tiempos de descarga debido a que se hizo necesaria la intervención manual para la remoción del polímero que obstruía la válvula de fondo.

El procedimiento descrito puede aplicarse, sin limitación alguna, a autoclaves de cualquier dimensión industrial y a todas las formulaciones conocidas en la práctica industrial, incluyendo aquellas adoptadas en las patentes antiensuciamiento.

Las polimerizaciones a las cuales puede aplicarse la presente invención son las del cloruro de vinilo, solo o en mezcla con otros monómeros conteniendo el 20 % o menos de comonómero; los comonómeros son todos aquellos conocidos para los expertos en la materia, siempre que sean copolimerizables con el cloruro de vinilo; como ejemplos no limitativos pueden citarse el cloruro de vinilideno, el vinilacetato, vinilbutirato, acrilato y metacrilato de metilo, butilo, isotilo, maleatos y fumaratos de dietilo y de dipropilo, estireno, etileno, propileno, butileno, éter vinilefílico, alilacetato, dialilftalato, dialilmaleato, acrilonitrilo, metacrilonitrilo, etc.

En la realización de cuanto se ha descrito más arriba conviene tener en cuenta algunas indicaciones que tienen la finalidad de permitir un aprovechamiento máximo de los efectos del agua de flujo/lavado sin perjudicar la correcta marcha de la reacción.

Por ejemplo, instalaciones fijas que sobresalgan interiormente del autoclave pueden constituir puntos de acumulación preferenciales de incrustaciones de polímero, lo cual reduce notablemente la eficacia del flujo/lavado.

Son por consiguiente preferibles instalaciones móviles (del tipo ilustrado en el dibujo adjunto) que se caracterizan porque el agua (a baja o alta presión) recorre el mismo taladro 1 y es proyectada contra la envoltura del autoclave 2 por medio de toberas 3 convenientemente dimensionadas y orientadas, cuando el sistema haya sido bajado al interior del autoclave.

En condiciones de no funcionamiento, una empaquetadura de estanqueidad 4 entre el vástago y la tubuladura 5, así como el perfil de la extremidad inferior de dicho vástago, garantizan una perfecta hermeticidad sin saliente alguno respecto a la envoltura de la autoclave.

Además, el movimiento rotatorio del vástago permite someter a los efectos del lavado con agua toda la circunferencia del autoclave.

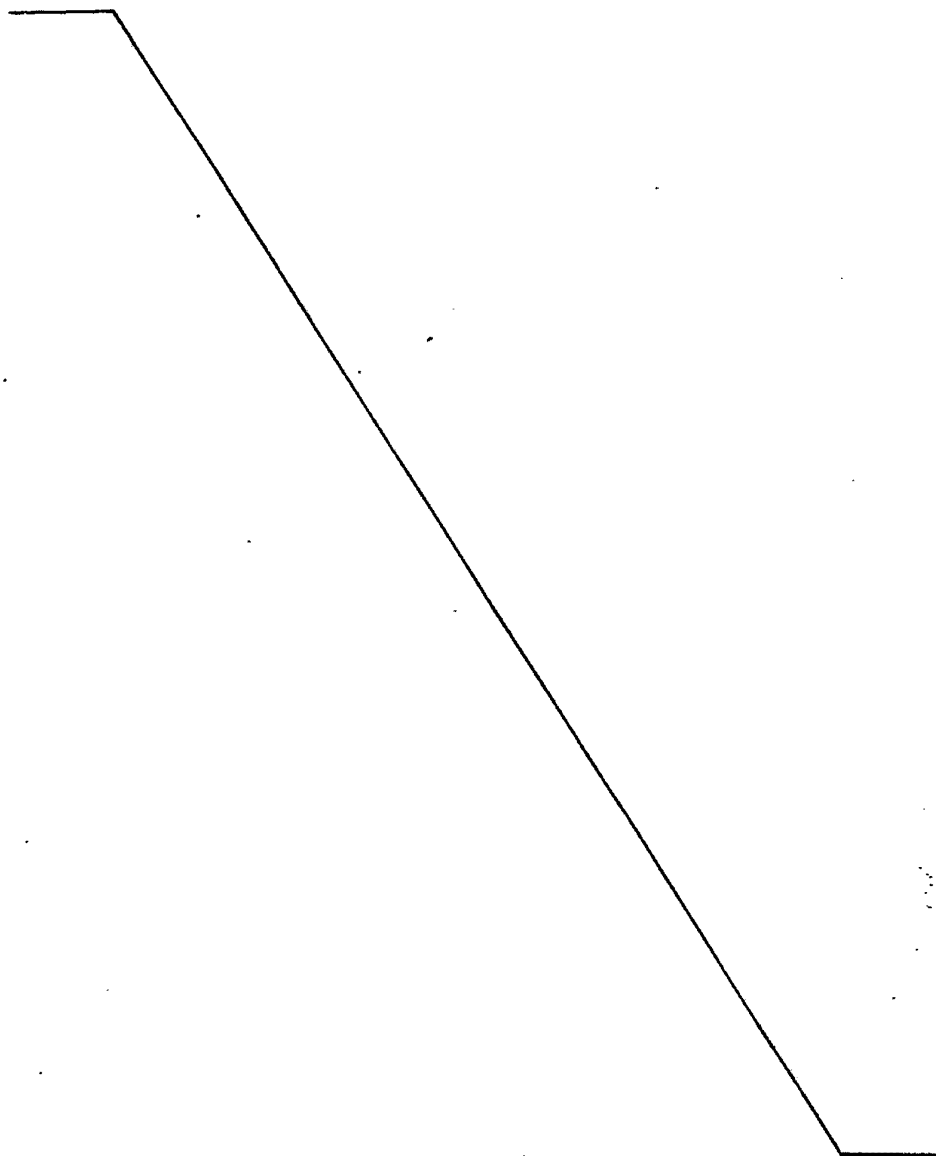
Las dimensiones y la orientación de las toberas dependen de la función y por tanto de las características del agua (de flujo a una presión  $\geq 15 \text{ kg/cm}^2$  o de lavado a una presión  $\geq 100 \text{ kg/cm}^2$ ).

El número y la posición de tales instalaciones dependen de la configuración interna del autoclave: rompeolas, elementos de enfriamiento, árbol del agitador, termopares y todos aquellos elementos capaces de hacer "sombra" al agua.

La instalación, aparte del tipo de empaquetadura de estanqueidad y del modo de realización de los movimientos previstos, que corresponden a los criterios generales de la técnica, se caracteriza, sin embargo, porque el agua recorre un vástago hueco 1, dotado de movimiento axial y rotatorio, y sale del mismo por toberas 3 convenientemente orientadas y dimensionadas.

Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de ponerlo en práctica, se hace constar que todo cuanto no altere, cambie o modifique su principio fundamental, puede quedar sometido a variaciones de detalle.

También se hace constar que esta invención corresponde a la descrita en la Solicitud de Patente Nº 26219 A/75, depositada en Italia en 8 de Agosto de 1975, cuya prioridad se reivindica de acuerdo con los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo esencial y por lo que se solicita Patente de Invención, por veinte años, lo que queda resumido en las siguientes reivindicaciones:



REIVINDICACIONES

1<sup>a</sup>.- Procedimiento para la remoción de incrustaciones en reactores de polimerización, caracterizado porque, durante la reacción, la envoltura del reactor se mantiene bajo un flujo continuo de agua a baja presión y, una vez efectuada la reacción, se remueven mecánicamente con agua a alta presión las incrustaciones residuales sobre la envoltura del reactor.

2<sup>a</sup>.- Procedimiento según la reivindicación 1<sup>a</sup>, caracterizado porque la intervención con agua a baja presión se inicia entre el 15 y el 25 % de conversión y se prosigue al menos hasta el 40 % de conversión, con un caudal no inferior a los 1000 litros/hora y con presiones no inferiores a 15 kg/cm<sup>2</sup>.

3<sup>a</sup>.- Procedimiento según las reivindicaciones 1<sup>a</sup> y 2<sup>a</sup>, caracterizado porque a continuación de la aplicación de un flujo continuo con agua a presión  $\geq 15$  kg/cm<sup>2</sup> se efectúa, al final de la reacción, un lavado con agua a presión de al menos 100 kg/cm<sup>2</sup>.

4<sup>a</sup>.- Procedimiento según las reivindicaciones 1<sup>a</sup>, 2<sup>a</sup> y 3<sup>a</sup>, caracterizado porque la inyección de agua a baja y alta presión se efectúa mediante un sistema de toberas orientables que, en condiciones de no funcionamiento, quedan protegidas de eventuales incrustaciones.

5<sup>a</sup>.- PROCEDIMIENTO PARA LA REMOCION DE INCRUSTACIONES EN REACTORES DE POLIMERIZACION, tal y como queda descrito y reivindicado en la presente memoria que consta de nueve hojas mecanografiadas por una

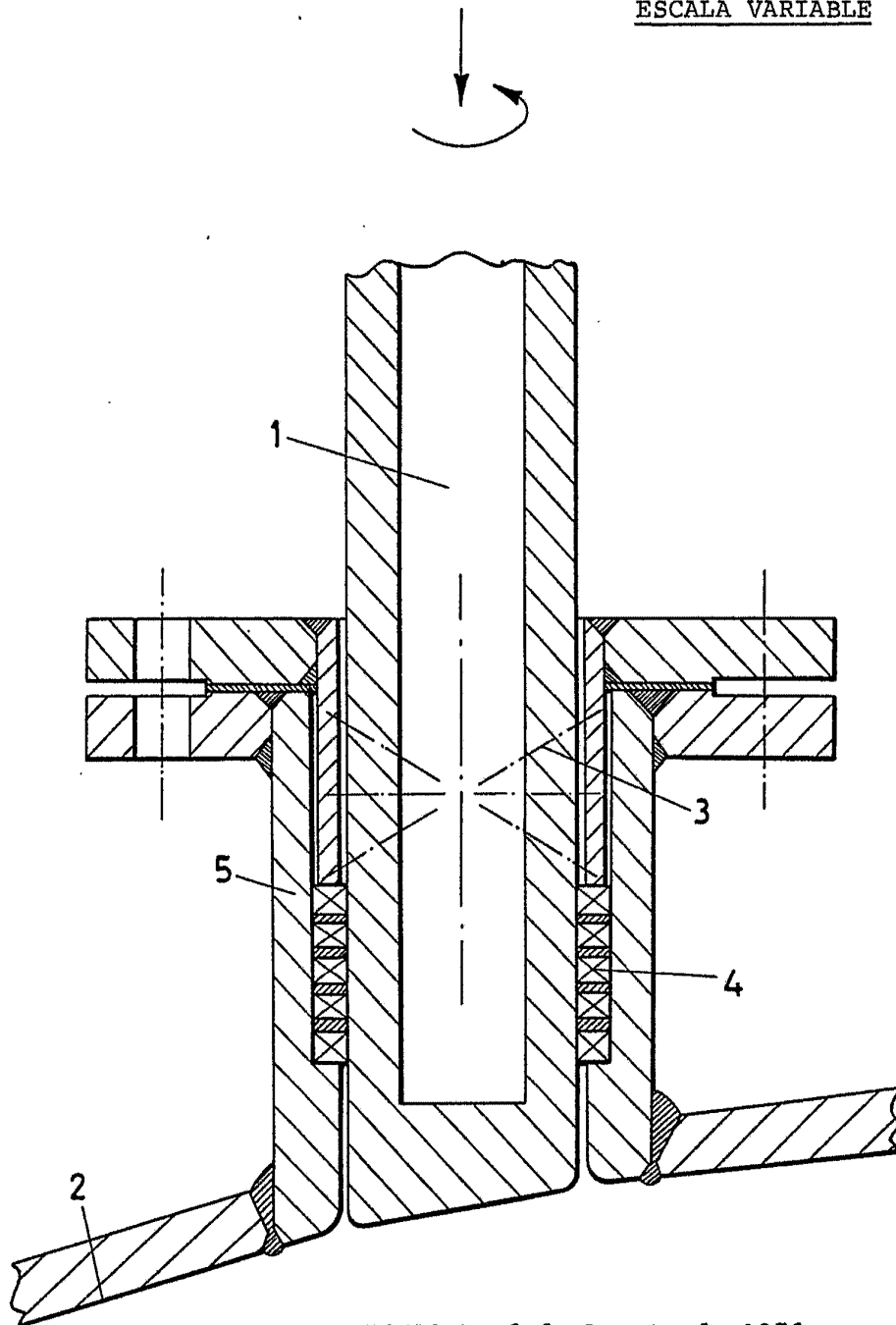
sola cara y de una lámina de dibujos.

BARCELONA, 6 de Agosto de 1976.

ANIC S.p.A.  
P.P.  
**J. M. GOMEZ-ACEBO Y POMBO**  
p. p. Fdo.: J. M. Valentín-Fernández

*Valentín*

ESCALA VARIABLE



BARCELONA, 6 de Agosto de 1976

ANIC S.p.A.

P.P.

J. M. GOMEZ-ACEBO Y POMBO

p. p. Fdo.: J. M. Valentín-Fernández

*Valentín*