(19) OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 626 570**

(51) Int. CI.:

C08F 2/01 (2006.01)
C08J 11/02 (2006.01)
C08F 2/18 (2006.01)
C08F 14/06 (2006.01)

(12) TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA T3

(86) Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **26.01.2006 PCT/EP2006/000687**

(87) Fecha y número de publicación internacional: **17.08.2006 WO06084584**

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **26.01.2006 E 06706433 (7)**

(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: **17.05.2017 EP 1846458**

(54) Título: **Procedimiento para la polimerización de monómeros que contienen vinilo**

(30) Prioridad:

09.02.2005 DE 102005005987

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
25.07.2017

(73) Titular/es:

VINNOLIT GMBH & CO. KG (100.0%)
PROFIT-CENTER VINTEC WERK GENDORF
84504 BURGKIRCHEN, DE

(72) Inventor/es:

WOIKE, ULRICH;
KLIPPERT, HEINZ;
KIRSCHNER, JÜRGEN y
KAMMERHOFER, PETER

(74) Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

Observaciones :

Véase nota informativa (Remarks, Remarques o Bemerkungen) en el folleto original publicado por la Oficina Europea de Patentes

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para la polimerización de monómeros que contienen vinilo

La invención se refiere a un procedimiento para la polimerización de monómeros que contienen vinilo, tales como, por ejemplo, haluros de vinilo, en una mezcla de reacción acuosa, procedimiento en el cual se genera menos agua residual.

La polimerización de monómeros que contienen vinilo, tal como, por ejemplo, cloruro de vinilo a policloruro de vinilo (PVC), se lleva a cabo habitualmente de forma discontinua, usando el procedimiento en suspensión, en agua totalmente desmineralizada, como se describe, por ejemplo, en el repaso sobre Progreso técnico para la producción de PVC, Progress in Polymer Science 27 (2002), ELSEVIER, página 2070/2071, y Harold Sarvetnick, Polyvinyl Chloride, página 42/43, van Nostrand Reinold Company, Nueva York 1969, y Encyclopedia of PVC, Vol 1 página 74, Nass/Heiberger, Marcel Dekker, Nueva York 1986, y http://www.solvin.com/production/producti.htm. La suspensión producida de ese modo tiene típicamente un contenido de sólidos de 25 a 40%. Habitualmente, la suspensión de PVC se deshidrata, después de la desgasificación, en un decantador, con lo que el contenido de humedad residual del producto de PVC cae hasta una cantidad de 10 a 30%. La mezcla de reacción decantada tiene típicamente un contenido de sólidos de 50 a 250 mg/l, y, tras la separación preliminar, es enviada habitualmente a una planta de purificación biológica en forma de agua residual. La cantidad de agua residual está entre 2,3 y 3,0 m^3 por tonelada de PVC, dependiendo del tipo de PVC producido.

Otra técnica anterior se describe en los documentos GB 849.120, US 2002/0193455 A1, US 6.395.793 B1, US 2.482.056, WO 96/18659, GB 2.001.659 A, US 2.979.492, US 2.929.808 y WO 96/29346.

Es bien conocido en el campo técnico que, en la polimerización de monómeros que contienen vinilo tales como, por ejemplo, cloruro de vinilo, usando el procedimiento en suspensión, la calidad del producto del PVC producido se ve afectada de forma adversa por las impurezas. Por esa razón, solamente se usan disolventes de pureza elevada para la mezcla de reacción en los procedimientos de polimerización discontinuos usuales actualmente; por ejemplo, en la polimerización de cloruro de vinilo a PVC se usa como disolvente agua reciente totalmente desmineralizada. Además de los costes asociados con la provisión de disolventes recientes de pureza elevada tales como, por ejemplo, agua reciente totalmente desmineralizada, los costes asociados entonces con la eliminación medioambientalmente aceptable del disolvente usado o del agua residual también tienen un efecto desventajoso sobre la economía del procedimiento.

En consecuencia, es un problema de la presente invención proporcionar un procedimiento para la polimerización de monómeros que contienen vinilo, procedimiento por medio del cual se evitan las desventajas de la técnica anterior. También es un problema de la presente invención proporcionar un aparato para llevar a cabo un procedimiento de polimerización de tal tipo.

El problema se resuelve mediante la materia objeto de las reivindicaciones independientes y dependientes y de la descripción junto con las figuras. La invención hace posible superar las desventajas mencionadas anteriormente de la técnica anterior.

En consecuencia, la invención se refiere a un procedimiento de polimerización en el que monómeros que contienen vinilo, especialmente haluros vinílicos monoméricos, se polimerizan en una mezcla de reacción acuosa, al menos un producto de la polimerización se separa de la mezcla de reacción, y la mezcla de reacción se purifica entonces mediante filtración o microfiltración con un medio de filtro que tiene un límite de separación de 10 a 1000 kDalton tras separar el al menos un producto de la polimerización y se usa de nuevo, caracterizado por que la polimerización se lleva a cabo de forma discontinua. Como resultado del procedimiento según la invención, en comparación con la técnica anterior, se requiere menos agua reciente totalmente desmineralizada por tonelada de producto polimérico producido, y consiguientemente se genera menos agua residual y, como resultado, la operación es especialmente económica y medioambientalmente amigable.

Se puede usar aquí cualquier procedimiento conocido para la polimerización de monómeros que contienen vinilo en una mezcla de reacción. Según la invención, la expresión “polimerización” incluye tanto homopolimerización de monómeros como también copolimerización de dos o más monómeros diferentes.

Según la invención, se da preferencia a separar exactamente un producto de polimerización, que también puede ser una mezcla polimérica que tiene una distribución estadística, tal como, por ejemplo, PVC.

Preferiblemente, la mezcla de reacción comprende, además de los monómeros usados y al menos un disolvente y también los productos formados en el transcurso de la polimerización, otros constituyentes aditivos, preferiblemente iniciadores, antiespumantes, agentes neutralizantes, agentes de suspensión, antioxidantes, etc. Además, la invención se refiere a un aparato que permite que se lleve a cabo el procedimiento según la invención.

La polimerización de monómeros que contienen vinilo, haluros de vinilo, y especialmente cloruro de vinilo, es conocida *per se*. Además, la persona experta sabrá que el agua recuperada producida en procedimientos de polimerización habituales, debido a los micropolímeros presentes en ella, no se puede usar nuevamente en una

reacción subsiguiente, debido a que estos micropolímeros actúan como semillas de polimerización y perjudican irreparablemente la calidad del producto de la polimerización.

Sin embargo, ahora se ha encontrado, sorprendentemente, que por medio del procedimiento según la invención se producen productos que tienen características que son tan buenas como las de los productos producidos usando procedimientos habituales, mientras que la cantidad de desechos de disolvente usado que se genera se reduce sustancialmente en comparación con el procedimiento de producción habitual. Como resultado, es posible tanto reducir ventajosamente los costes para la provisión de disolvente reciente de pureza elevada, y también los costes para la eliminación medioambientalmente aceptable del desecho del disolvente usado generado, como también producir el producto polimérico de una manera especialmente económica. Preferiblemente, toda la mezcla de reacción purificada se usa nuevamente, aunque también es posible el uso de parte de la misma en combinación con un disolvente reciente.

También se ha encontrado, sorprendentemente, que, usando el procedimiento de la invención, es posible la producción repetida del producto de la polimerización de una calidad consistente, en cuyo caso, como resultado de la recuperación y reutilización de la mezcla de reacción que comprende el disolvente, se pueden reducir los costes para la producción especialmente económica de productos poliméricos.

Además, la calidad consistente de los productos de la polimerización se puede controlar especialmente bien por la presente invención. Preferiblemente, como haluro vinílico monomérico, se usa cloruro de vinilo, en cuyo caso el polímero producido puede consistir en o comprender, por ejemplo, 50% a 100% de policloruro de vinilo. También preferiblemente, se pueden polimerizar unidades monoméricas idénticas o diferentes según la invención para formar un homo-, co- y/o terpolímero, etc. Los productos poliméricos producidos mediante el procedimiento según la invención no contienen ventajosamente impurezas. Como resultado de la selección del medio de filtro que tiene un límite de separación de 10-1000 kDalton, se filtran partículas de polímero muy finas de la mezcla de polimerización antes de que se devuelva al procedimiento. También es posible, en el método según la invención, que se devuelvan monómeros residuales, al menos parcialmente, al procedimiento de polimerización, de manera que se incrementa el rendimiento, y la desgasificación necesita menos desembolso en su realización o se puede evitar totalmente. Como resultado, la eliminación de especialmente monómeros de vinilo que contienen halógeno se evita parcial o totalmente.

Según la invención, la polimerización se puede llevar a cabo en la mezcla de reacción en disolución o en dispersión, es decir, los materiales de partida y/o los productos de la reacción pueden estar presentes, independientemente unos de otros, disueltos en el disolvente y/o en forma de sólidos o líquidos dispersados en ellos. La reacción de polimerización en el procedimiento según la invención se lleva a cabo en una mezcla de reacción acuosa, y se da especial preferencia a la realización de la polimerización en el procedimiento según la invención en una suspensión acuosa. Se da especial preferencia al uso del procedimiento según la invención para la polimerización de cloruro de vinilo para formar PVC en suspensión acuosa. En ese caso, la mezcla de reacción acuosa se puede purificar y usar nuevamente en lugar de agua totalmente desmineralizada, sin tener que eliminar grandes cantidades de agua residual. En lugar de agua totalmente desmineralizada, la mezcla de reacción purificada se puede usar nuevamente, total o parcialmente, para la polimerización de cloruro de vinilo.

El procedimiento de la invención se puede llevar a cabo, por ejemplo, a una presión que es mayor que la presión normal, preferiblemente a una presión de 0,3 a 2 MPa. Preferiblemente, la polimerización se lleva a cabo de forma discontinua.

Preferiblemente, la mezcla de reacción se desgasifica tras la polimerización y antes de separar el al menos un producto de la polimerización. La desgasificación se puede llevar a cabo de cualquier manera conocida; preferiblemente, la mezcla de reacción se desgasifica usando una columna de destilación. Como resultado de la desgasificación de la mezcla de reacción, se pueden recuperar materiales de partida sin reaccionar (monómeros), que se pueden devolver al procedimiento (al reactor).

Preferiblemente, el al menos un producto de la polimerización se separa centrifugando la mezcla de reacción. En ese caso, se puede usar cualquier método de centrifugación conocido. Preferiblemente, se usa una centrifugadora de bol macizo o una centrifugadora de malla.

La mezcla de reacción se purifica mediante filtración o microfiltración, tras separar el al menos un producto de reacción. La filtración o microfiltración, como se entiende por la invención, se refiere a medios de filtro que tienen un límite de separación de 10-1000 kDalton y rendimientos de filtrado de >99%.

Según la invención, un módulo de microfiltración puede ser un módulo convencional en el campo técnico, que comprende, por ejemplo, elementos de filtro en forma de tubos, placas u otras formas de construcción. Como material de filtro, se pueden usar, por ejemplo, elementos de filtro cerámicos, metálicos sinterizados o de malla metálica, preferiblemente recubiertos con polímero. Además, a fin de incrementar el comportamiento de filtración, se pueden usar cualesquiera auxiliares de la filtración convencionales, tales como, por ejemplo, celulosa o tierra de diatomeas. Los materiales plásticos tales como, por ejemplo, PVC, son igualmente adecuados como auxiliares de la filtración.

Sorprendentemente, se ha encontrado que una mezcla de reacción, por ejemplo la mezcla de reacción acuosa obtenida al centrifugar una suspensión acuosa de PVC, que se ha purificado mediante microfiltración por medio de un módulo de microfiltración, se puede usar nuevamente para la polimerización de cloruro de vinilo sin que las características del producto se vean perjudicadas.

Preferiblemente, en el procedimiento según la invención, los sólidos separados mediante filtración o microfiltración se pueden devolver a la mezcla de reacción antes de separar el al menos un producto de la polimerización. Sorprendentemente, se ha encontrado, en particular, que las partículas sólidas de PVC separadas en el procedimiento según la invención se pueden introducir nuevamente al proceso, como resultado de lo cual se reduce la cantidad de desecho sólido.

El aparato proporcionado para llevar a cabo el procedimiento según la invención es una vasija de reacción (reactor) (1) que está conectada mediante una conexión fluida a un aparato (5) para separar un producto de la polimerización de la mezcla de reacción, estando el aparato (5) para separar un producto de la polimerización de la mezcla de reacción conectado por medio de una conexión fluida adicional a un aparato de filtración o un aparato (7) de microfiltración con un medio de filtro que tiene un límite de separación de 10 a 1000 kDalton para purificar la mezcla de reacción, y estando el aparato (7) para purificar la mezcla de reacción conectado por medio de una conexión fluida adicional a la vasija (1) de reacción, y en el que entre la vasija (1) de reacción y el aparato (5) para separar un producto de la polimerización está dispuesto un aparato (3) para desgasificar la mezcla de reacción, que está conectado a la vasija (1) de reacción y al aparato (5) por medio de conexiones fluidas respectivas. El aparato (5) para separar un producto de la polimerización es preferiblemente una centrifugadora. El aparato (7) para purificar la mezcla de reacción es un aparato de filtración o un aparato de microfiltración. Se da especial preferencia al aparato de microfiltración que comprende elementos de filtro en forma de placas o tubos.

La presente invención supera las desventajas de la técnica anterior, especialmente por que, en comparación con la técnica anterior, se requiere menos agua reciente totalmente desmineralizada por tonelada de producto polimérico producido, se genera consiguientemente menos agua residual, y la solución según la invención es, como resultado, especialmente económica y medioambientalmente amigable sin que las características del producto se vean perjudicadas. También, la calidad consistente de los productos de la polimerización se puede controlar especialmente bien por medio de la presente invención.

Descripción de las Figuras

La invención se explica aquí más abajo con referencia a las Figuras, que muestran realizaciones preferidas del aparato según la invención. Los componentes que tienen las mismas funciones se refieren en las Figuras por los mismos números de referencia.

La Figura 1 muestra un diagrama de flujo de una realización del aparato según la invención. Tras la polimerización, una mezcla 2 de reacción, producida en el reactor 1 de polimerización, se hace pasar a la desgasificación 3. La mezcla 4 de reacción desgasificada se separa mecánicamente de un producto de la polimerización en una centrifugadora 5. La mezcla 6 de reacción separada se libera de los sólidos 8 en un filtro 7 de placas. La mezcla 9 de reacción purificada se devuelve al reactor 1 de polimerización.

La Figura 2 muestra un diagrama de flujo de una realización adicional del aparato según la invención. Tras la polimerización, una mezcla 2 de reacción, producida en el reactor 1 de polimerización, se hace pasar a la desgasificación 3. La mezcla 4 de reacción desgasificada se separa mecánicamente de un producto de la polimerización en una centrifugadora 5. La mezcla 6 de reacción separada se libera de sólidos 8 en un módulo 7 de filtro de tubo. La mezcla 9 de reacción purificada se devuelve al reactor 1 de polimerización.

La Figura 3 muestra un diagrama de flujo de una realización adicional del aparato según la invención. Tras la polimerización, una mezcla 2 de reacción, producida en el reactor 1 de polimerización, se hace pasar a la desgasificación 3. La mezcla 4 de reacción desgasificada se separa mecánicamente de un producto de la polimerización en una centrifugadora 5. La mezcla 6 de reacción separada se libera de sólidos 8 en un filtro 7 de placas. La mezcla 9 de reacción purificada se devuelve al reactor 1 de polimerización. Los sólidos 8 separados se hacen pasar a la centrifugadora 5 junto con la suspensión 4 desgasificada.

La Figura 4 muestra un diagrama de flujo de un aparato convencional en el que una mezcla 2 de reacción, producida en un reactor 1 de polimerización usando agua 12 reciente totalmente desmineralizada se hace pasar, tras la polimerización, a la desgasificación 3. La mezcla 4 de reacción desgasificada se deshidrata mecánicamente en una centrifugadora 5, y se separa a un producto de la polimerización. El agua residual 6 separada se hace pasar a un tratamiento 11 de aguas residuales.

Ejemplos

Ejemplo 1 de Comparación

S-PVC, valor K de 70

La polimerización del cloruro de vinilo se llevó a cabo a una temperatura de 53ºC usando el aparato convencional dibujado en la Figura 4. Tras la desgasificación, la suspensión producida se deshidrató mecánicamente en una centrifugadora, y el producto de la polimerización se separó. En la Tabla 1 se recogen las características del polvo del producto de la polimerización.

Tabla 1: Características de S-PVC, valor K de 70 del polvo

S-PVC, valor K de 70	Unidad	Comparación, usando agua totalmente desmineralizada
Valor K	[-]	69,9
Densidad aparente	[g/l]	472
Porosidad	[%]	30,6
Diámetro promedio de partículas	[μm]	127
Residuo del tamiz >63	[%]	99,7
Residuo del tamiz >125	[%]	65,9
Residuo del tamiz >250	[%]	0,4
Medida de la anchura de la distribución de partículas	[-]	2,33

Ejemplo 2 de Comparación

S-PVC, valor K de 68

La polimerización del cloruro de vinilo se llevó a cabo a una temperatura de 53ºC usando el aparato convencional dibujado en la Figura 4. Tras desgasificar, la suspensión reducida se deshidrató mecánicamente en una centrifugadora, y el producto de la polimerización se separó. En la Tabla 2 se recogen las características del polvo del producto de la polimerización.

Tabla 2: Características de S-PVC, valor K de 68 del polvo

S-PVC, valor K de 68	Unidad	Comparación, usando agua totalmente desmineralizada
Valor K	[-]	66,1
Densidad aparente	[g/l]	552
Porosidad	[%]	21,6
Diámetro promedio de partículas	[μm]	179,8
Residuo del tamiz >63	[%]	100
Residuo del tamiz >250	[%]	13,5
Residuo del tamiz >355	[%]	0,5
Medida de la anchura de la distribución de partículas	[-]	2,22

Ejemplo 1

S-PVC, valor K de 70

La polimerización de cloruro de vinilo se llevó a cabo a una temperatura de 53ºC en una mezcla de reacción acuosa en un reactor, usando el procedimiento de la invención dibujado en la Figura 1. Tras desgasificar, la mezcla de reacción producida se deshidrató mecánicamente en una centrifugadora, y se separó un producto de la polimerización. La mezcla de reacción que sale de la centrifugadora se filtró sobre un módulo de placas convencional. El sólido filtrado se desechó, y la mezcla de reacción filtrada se devolvió al reactor y se usó nuevamente para la polimerización posterior. El procedimiento se repitió varias veces para este tipo de PVC. La

calidad de la mezcla de reacción filtrada (Tabla 3) y la calidad del producto (Tabla 4) cambiaron solo muy ligeramente como resultado de usar la mezcla de reacción varias veces; en particular, las características del polvo del producto no fueron objeto de ningún cambio significativo.

Tabla 3: Datos de ensayo de la mezcla de reacción filtrada

Tipo de PVC: S-PVC, valor K de 70	Unidad	Lote 1	Lote 2	Lote 3
Contenido de sólidos antes de la filtración	[mg/l]	150	140	130
Contenido de sólidos después de la filtración	[mg/l]	<1	1,1	<1
Contenido de iones de cloruro	[mg/l]	29	30	32
Conductividad	[µs/cm]	126	130	132
Tensión superficial	[m/m]	63,6	61,4	63

Tabla 4: Características del polvo de S-PVC, valor K de 70

S-PVC, valor K de 70	Unidad	Lote 1	Lote 2	Lote 3
Valor K	[-]	70,1	69,9	69,4
Densidad aparente	[g/l]	472	480	473
Porosidad	[%]	33,8	34,2	32,7
Diámetro promedio de partículas	[µm]	127	130	127,2
Residuo del tamiz >63	[%]	99,7	99,2	99,7
Residuo del tamiz >125	[%]	65,9	65,6	66,2
Residuo del tamiz >250	[%]	0,4	0,4	0,3
Medida de la anchura de la distribución de partículas	[-]	2,28	2,19	2,19

Ejemplo 2

S-PVC, valor K de 68

La polimerización de cloruro de vinilo se llevó a cabo a una temperatura de 53ºC en una mezcla de reacción acuosa en un reactor, usando el procedimiento de la invención dibujado en la Figura 1. Tras desgasificar, la mezcla de reacción producida se deshidrató mecánicamente en una centrifugadora, y se separó un producto de la polimerización. La mezcla de reacción que sale de la centrifugadora se filtró sobre un módulo de placas convencional. El sólido filtrado se desechó, y la mezcla de reacción filtrada se devolvió al reactor y se usó nuevamente para la polimerización posterior. El procedimiento se repitió varias veces para este tipo de PVC. La calidad de la mezcla de reacción filtrada (Tabla 5) y la calidad del producto (Tabla 6) cambiaron solo muy ligeramente como resultado de usar la mezcla de reacción varias veces; en particular, las características del polvo del producto no fueron objeto de ningún cambio significativo.

Tabla 5: Datos de ensayo de la mezcla de reacción filtrada

Tipo de PVC: S-PVC, valor K de 68	Unidad	Lote 1	Lote 2	Lote 3
Contenido de sólidos antes de la filtración	[mg/l]	110	120	105
Contenido de sólidos después de la filtración	[mg/l]	<1	<1	<1
Contenido de iones de cloruro	[mg/l]	23	25	26
Conductividad	[µs/cm]	126	129	130
Tensión superficial	[m/m]	62,6	63,4	62,8

Tabla 6: Características del polvo de S-PVC, valor K de 68

S-PVC, valor K de 68	Unidad	Lote 1	Lote 2	Lote 3
Valor K	[-]	66,3	66,1	66,7
Densidad aparente	[g/l]	552	549	548
Porosidad	[%]	21,7	21,6	21,3
Diámetro promedio de partículas	[μm]	179,8	178,3	179,6
Residuo del tamiz >63	[%]	100	100	100
Residuo del tamiz >125	[%]	13,5	15,4	17,3
Residuo del tamiz >250	[%]	0,5	0,3	0,2
Medida de la anchura de la distribución de partículas	[-]	2,22	2,18	2,26

Ejemplo 3

S-PVC, valor K de 70

La polimerización de cloruro de vinilo se llevó a cabo a una temperatura de 53ºC en una mezcla de reacción acuosa en un reactor, usando el procedimiento de la invención dibujado en la Figura 2. Tras desgasificar, la mezcla de reacción producida se deshidrató mecánicamente en una centrifugadora, y se separó un producto de la polimerización. La mezcla de reacción que sale de la centrifugadora se filtró sobre un módulo de tubos convencional. El sólido filtrado se desechó, y la mezcla de reacción filtrada se devolvió al reactor y se usó nuevamente para la polimerización posterior. El procedimiento se repitió varias veces para este tipo de PVC. La calidad de la mezcla de reacción filtrada (Tabla 7) y la calidad del producto (Tabla 8) cambiaron solo muy ligeramente como resultado de usar la mezcla de reacción varias veces; en particular, las características del polvo del producto no fueron objeto de ningún cambio significativo.

Tabla 7: Datos de ensayo de la mezcla de reacción filtrada

Tipo de PVC: S-PVC, valor K de 70	Unidad	Lote 1	Lote 2	Lote 3
Contenido de sólidos antes de la filtración	[mg/l]	130	140	120
Contenido de sólidos después de la filtración	[mg/l]	<1	1,1	<1
Contenido de iones de cloruro	[mg/l]	28,2	31	32,5
Conductividad	[μs/cm]	128	129	131
Tensión superficial	[m/m]	61,6	61,9	62,2

Tabla 8: Características del polvo de S-PVC, valor K de 70

S-PVC, valor K de 70	Unidad	Lote 1	Lote 2	Lote 3
Valor K	[-]	70,1	69,6	69,7
Densidad aparente	[g/l]	482	476	474
Porosidad	[%]	32,8	33,2	31,7
Diámetro promedio de partículas	[μm]	126	128	127,2
Residuo del tamiz >63	[%]	99,9	99,8	99,7
Residuo del tamiz >125	[%]	66,9	64,6	66,2

S-PVC, valor K de 70	Unidad	Lote 1	Lote 2	Lote 3
Residuo del tamiz >250	[%]	0,3	0,4	0,3
Medida de la anchura de la distribución de partículas	[-]	2,19	2,22	2,21

Ejemplo 4

S-PVC, valor K de 70

La polimerización de cloruro de vinilo se llevó a cabo a una temperatura de 53ºC en una mezcla de reacción acuosa en un reactor, usando el procedimiento de la invención dibujado en la Figura 3. Tras desgasificar, la mezcla de reacción producida se deshidrató mecánicamente en una centrifugadora, y se separó un producto de la polimerización. La mezcla de reacción que sale de la centrifugadora se filtró sobre un módulo de placas convencional. El sólido filtrado se desechó, y la mezcla de reacción filtrada se devolvió al reactor y se usó nuevamente para la polimerización posterior. El procedimiento se repitió varias veces para este tipo de PVC. La calidad de la mezcla de reacción filtrada (Tabla 9) y la calidad del producto (Tabla 10) cambiaron solo muy ligeramente como resultado de usar la mezcla de reacción varias veces; en particular, las características del polvo del producto no fueron objeto de ningún cambio significativo.

Tabla 9: Datos de ensayo del agua residual filtrada

Tipo de PVC: S-PVC, valor K de 70	Unidad	Lote 1	Lote 2	Lote 3
Contenido de sólidos antes de la filtración	[mg/l]	130	160	140
Contenido de sólidos después de la filtración	[mg/l]	<1	<1	<1
Contenido de iones de cloruro	[mg/l]	32	34	33
Conductividad	[µs/cm]	129	134	133
Tensión superficial	[m/m]	65,6	64,4	63,5

Tabla 10: Características del polvo de S-PVC, valor K de 70

S-PVC, valor K de 70	Unidad	Lote 1	Lote 2	Lote 3
Valor K	[-]	69,7	69,8	69,5
Densidad aparente	[g/l]	475	472	471
Porosidad	[%]	32,8	33,4	33,1
Diámetro promedio de partículas	[µm]	122	124	125,2
Residuo del tamiz >63	[%]	99,1	99,3	99,2
Residuo del tamiz >125	[%]	64,9	64,6	65,2
Residuo del tamiz >250	[%]	0,2	0,3	0,2
Medida de la anchura de la distribución de partículas	[-]	2,31	2,35	2,29

A partir de los Ejemplos y Ejemplos de Comparación, se puede observar que, usando el procedimiento según la invención, se pueden producir productos de calidad consistente sin que se requiera agua reciente totalmente desmineralizada para cada lote, como resultado de lo cual la producción de PVC se puede llevar a cabo con menos agua residual y, como resultado, de una manera especialmente económica y medioambientalmente amigable sin que las características del producto se vean perjudicadas.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento de polimerización en el que monómeros que contienen vinilo se polimerizan en una mezcla de reacción acuosa, al menos un producto de la polimerización se separa de la mezcla de reacción, y la mezcla de reacción se purifica mediante filtración o microfiltración con un medio de filtro que tiene un límite de separación de 10 a 1000 kDalton tras separar el al menos un producto de la polimerización y se usa de nuevo, caracterizado por que la polimerización se lleva a cabo de forma discontinua.

2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por que se usa haluro de vinilo monomérico como el monómero que contiene vinilo.

3. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por que se usa cloruro de vinilo como monómero que contiene vinilo.

4. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que la mezcla de reacción acuosa es una suspensión acuosa.

5. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que la polimerización se lleva a cabo a una presión de 0,3 a 2 MPa.

6. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que la mezcla de reacción se desgasifica tras la polimerización y antes de separar el al menos un producto de la polimerización.

7. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que el al menos un producto de la polimerización se separa centrifugando la mezcla de reacción.

8. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que los sólidos separados por filtración o microfiltración se devuelven a la mezcla de reacción antes de separar el al menos un producto de la polimerización.

9. Aparato para llevar a cabo el procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 8, en el que una vasija (1) de reacción se conecta por medio de una conexión fluida a un aparato (5) para separar un producto de la polimerización desde la mezcla de reacción, el aparato (5) para separar un producto de la polimerización desde la mezcla de reacción se conecta por medio de una conexión fluida adicional a un aparato de filtración o un aparato de microfiltración (7) con un medio de filtro que tiene un límite de separación de 10 a 1000 kDalton para purificar la mezcla de reacción, y el aparato (7) para purificar la mezcla de reacción se conecta por medio de una conexión fluida adicional a la vasija (1) de reacción, y en el que entre la vasija (1) de reacción y el aparato (5) para separar un producto de la polimerización se dispone un aparato (3) para desgasificar la mezcla de reacción, que se conecta a la vasija (1) de reacción y al aparato (5) por medio de conexiones fluidas respectivas.

10. Aparato según la reivindicación 9, caracterizado por que el aparato (5) para separar un producto de la polimerización es una centrifugadora.

11. Aparato según una de las reivindicaciones 9 o 10, caracterizado por que el aparato de microfiltración comprende elementos de filtro en forma de placas o de tubos.

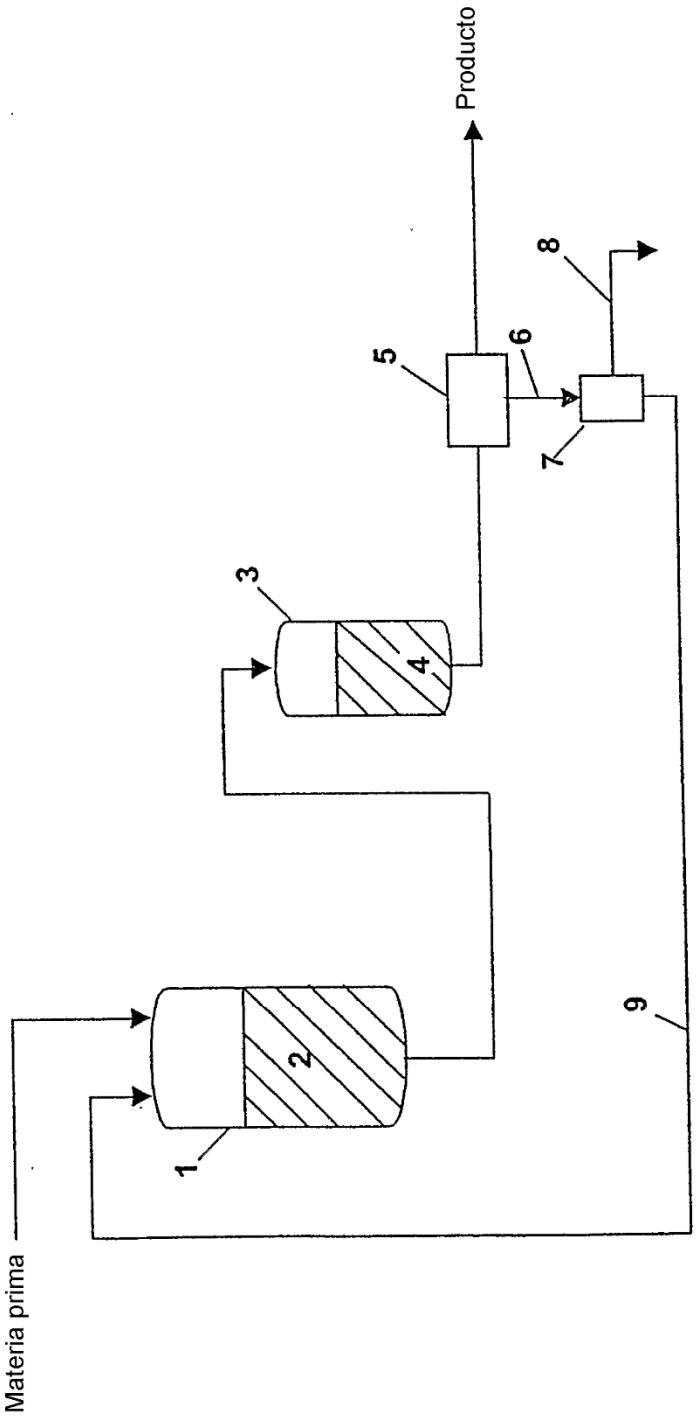


Figura 1

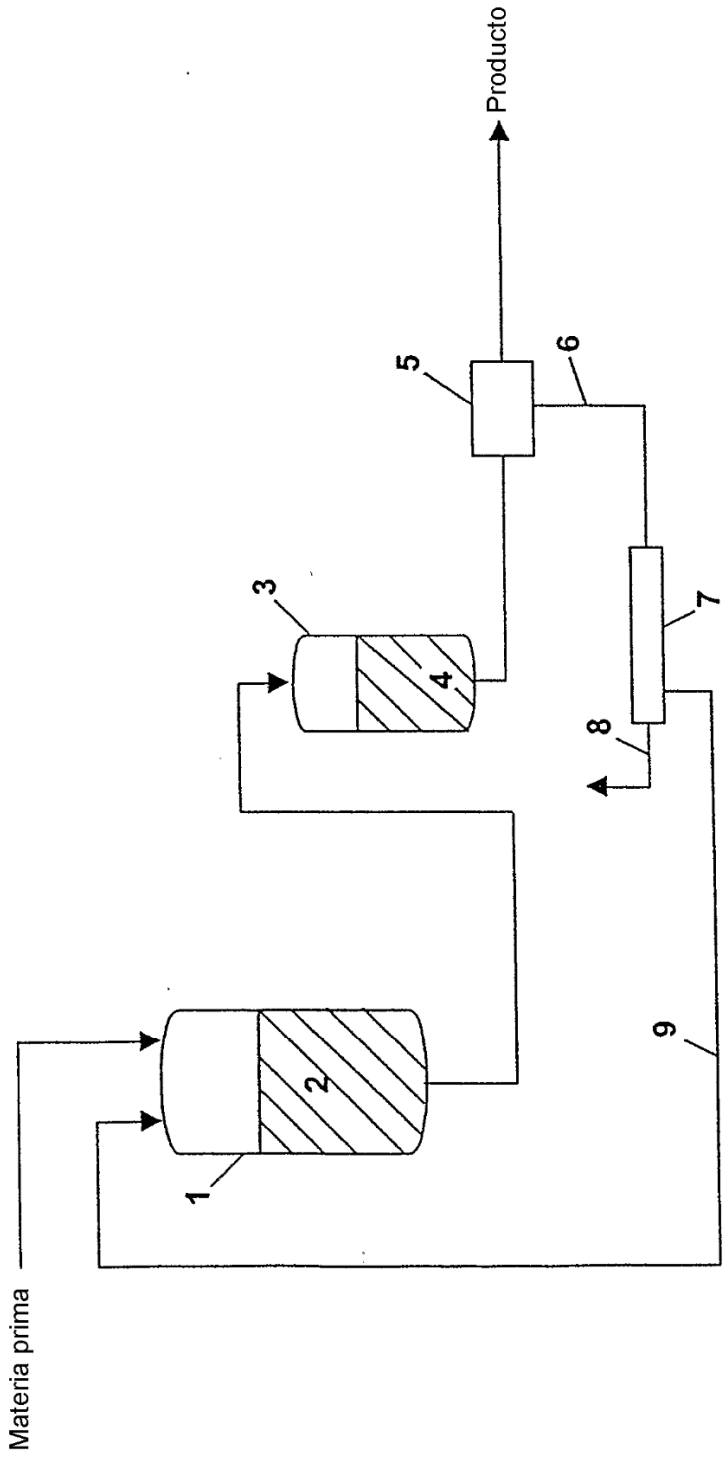


Figura 2

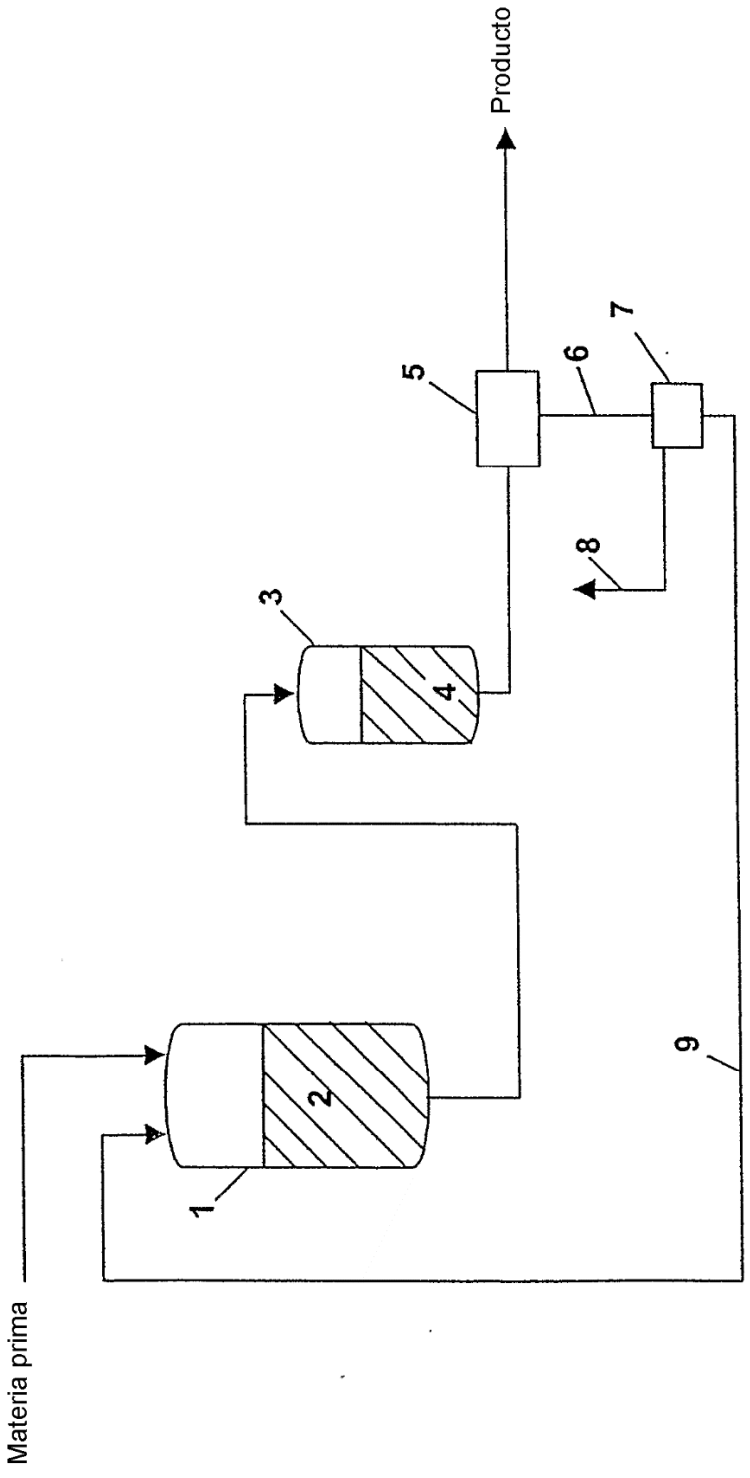


Figura 3

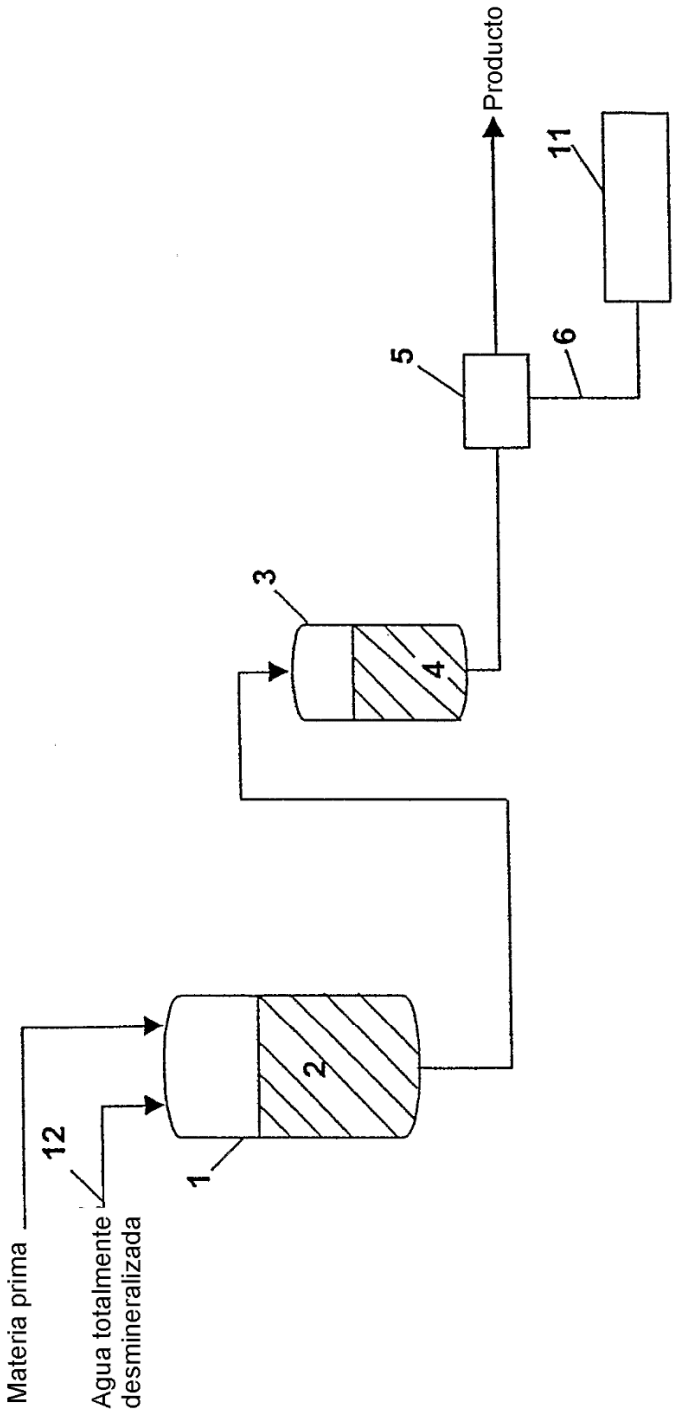

Producto
11
5
6
3
4
2
1
12
Materia prima
Agua totalmente desmineralizada

Figura 4