

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 640 369**

51 Int. Cl.:

**B01J 19/00** (2006.01)

**B01J 4/00** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **25.04.2014 PCT/EP2014/058414**

87 Fecha y número de publicación internacional: **30.10.2014 WO14174057**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **25.04.2014 E 14719742 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **14.06.2017 EP 2988860**

54 Título: **Procedimiento y unidad de alimentación para reestabilizar monómeros polimerizables por radicales**

30 Prioridad:

**26.04.2013 DE 102013007298**  
**26.04.2013 US 201361816175 P**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**02.11.2017**

73 Titular/es:

**BASF SE (100.0%)**  
**Carl-Bosch-Strasse 38**  
**67056 Ludwigshafen am Rhein, DE**

72 Inventor/es:

**MARTIN, FRIEDRICH-GEORG y**  
**ODENWALD, OLIVER**

74 Agente/Representante:

**CARPINTERO LÓPEZ, Mario**

ES 2 640 369 T3

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 y unidad de alimentación para reestabilizar monómeros polimerizables por radicales

La presente invención se refiere a un procedimiento para reestabilizar monómeros radicalmente polimerizables y a una unidad de alimentación para realizar el procedimiento.

5 Los monómeros que son radicalmente polimerizables, como ácido (met)acrílico y los derivados del mismo, se manejan en la industria química en recipientes relativamente grandes, por ejemplo, en tanques de almacenamiento o columnas. Entonces existe el peligro de que, debido a un aumento de la temperatura, fallo de la refrigeración, inactividad o insuficiencia del estabilizador, se inicie indeseadamente la polimerización de los monómeros. Debido a ello, puede peligrar bastante la planta de producción, cuando la polimerización que se inicia no puede evitarse y detenerse inmediata y eficazmente. Se conoce la utilización de inhibidores de polimerización para ese fin. Al respecto es esencial que los inhibidores de polimerización se añadan en la cantidad necesaria y pueda provocarse una mezcla suficiente con los monómeros. La introducción convencional de los inhibidores de polimerización y la mezcla con ayuda de una bomba, no es conveniente, porque no queda garantizada la alimentación eléctrica necesaria para el funcionamiento de una bomba en un caso de emergencia. El documento WO 99/59717 describe por lo tanto un sistema de alimentación en el que se introduce una solución de inhibidor con ayuda de un gas a presión en por ejemplo un tanque de almacenamiento que contiene el monómero. La mezcla de monómeros y solución de inhibidor se realiza introduciendo además gas inerte, como nitrógeno. Desde luego se ha comprobado que el sistema de alimentación descrito en el documento WO 99/59717 sigue necesitando mejoras.

20 La presente invención tiene por lo tanto como objetivo básico proporcionar un procedimiento para reestabilizar monómeros radicalmente polimerizables y un dispositivo para realizar el procedimiento que asegure que la solución de inhibidor se introduzca esencialmente por completo en el recipiente del monómero y pueda provocarse una mezcla suficiente entre el contenido del recipiente del monómero y la solución de inhibidor.

Este objetivo se logra mediante un procedimiento para reestabilizar monómeros radicalmente polimerizables que incluye las etapas

25 a) introducción de una solución de un inhibidor de la polimerización radical con un gas inerte a presión en un recipiente que contiene los monómeros a través de al menos una tubería (tubería de alimentación), que incluye un tramo ascendente y que comprende en su extremo medios para introducir la solución de inhibidor y para insuflar gas en el recipiente y

b) mezcla del contenido del recipiente y de la solución de inhibidor insuflando gas a través de la tubería,

30 ajustándose en la etapa (a) la velocidad del flujo del gas a presión tal que como régimen de flujo de la solución de inhibidor resulta un flujo de tapón o flujo anular en el tramo ascendente de la tubería y en la etapa (b) resulta como velocidad del gas en tubo vacío  $\geq 0,1$  mm/seg.

La solución de inhibidor se proporciona en forma de una unidad de alimentación, que incluye

a) una caldera para la solución de inhibidor con un tubo de extracción que llega hasta la solución de inhibidor,

35 b) al menos un recipiente de almacenamiento de gas a presión, que está unido con la caldera para la solución de inhibidor a través de una tubería de entrada del gas,

c) medios para reducir la presión en el recipiente de almacenamiento de gas a presión,

d) en la tubería de entrada del gas, medios para ajustar la velocidad del gas en tubo vacío y

e) medios para conectar la tubería de extracción con la tubería hacia el recipiente del monómero.

40 Bajo "reestabilización" se entiende aquí la inhibición de una polimerización ya iniciada de monómeros radicalmente polimerizables y la estabilización de los monómeros que quedan frente a una polimerización adicional. Pero la expresión "reestabilización" incluye también la post-estabilización de monómeros sin que la polimerización se haya iniciado, así como la estabilización de monómeros cuando existe o es de temer una contaminación con materiales que puede activar o apoyar una polimerización o cuando se ha declarado un fuego o existe peligro de incendio.

45 Bajo "recipiente" ha de entenderse aquí un recipiente de cualquier forma, por ejemplo, un tanque cilíndrico, rectangular, cuadrado o esférico. Con preferencia se trata de un recipiente esencialmente cilíndrico, en particular un recipiente cilíndrico vertical. La relación entre la altura y el diámetro del recipiente cilíndrico vertical es en general  $\geq 0,1$  y se encuentra con preferencia en la gama de 0,1 a 8, en particular de 0,1 a 5. El volumen del tanque se encuentra en particular en la gama de 20 a 10.000 m<sup>3</sup>, correspondiente a una altura del tanque de 3 a 20 m.

50 La caldera para la solución de inhibidor es convenientemente un recipiente aproximadamente cilíndrico, con preferencia de acero aleado. El recipiente de almacenamiento de gas a presión comprende por lo general medios para reducir la presión, que regulan la salida de gas del recipiente de almacenamiento de gas a presión. Al abrir los

5 medios para reducir la presión, fluye gas a presión a través de la tubería de entrada de gas hasta la caldera para la solución de inhibidor e impulsa la solución de inhibidor a través de la tubería de extracción, que en la solución de inhibidor llega ventajosamente hasta casi el fondo de la caldera para la solución de inhibidor, a la tubería que conduce al recipiente que contiene el monómero. Esta tubería incluye con preferencia al menos una parte horizontal y/o descendente y una parte ascendente, en particular esencialmente vertical. Al respecto puede ser ventajoso elegir el diámetro de la parte horizontal y/o descendente de la tubería mayor que el diámetro de la tubería ascendente. De esta manera se minimizan la caída de presión y el tiempo de alimentación con solución de inhibidor, en particular cuando la unidad de alimentación está dispuesta por razones de seguridad a una distancia mayor (20 - 100 m) del tanque que contiene el monómero. Con preferencia tiene la tubería a lo largo de toda su longitud esencialmente el mismo diámetro.

10 Los medios para introducir la solución de inhibidor y el gas de mezcla son con preferencia un tubo, que termina en la zona del fondo del recipiente para el monómero. Convenientemente está cerrado el tubo mediante un disco de ruptura, en particular un disco de ruptura sin espacio muerto, que durante la puesta en servicio de la unidad de alimentación se destruye.

15 Según otra forma de realización, el medio para introducir la solución de inhibidor y el gas de mezcla es una lanza telescópica. Una tal lanza telescópica se describe en el documento WO 99/24161, al que hacemos referencia en toda la extensión.

20 Para que quede asegurado que toda la solución de inhibidor que se encuentra en la tubería se transporta al tanque, se ajusta la velocidad del flujo del gas a presión tal que como régimen de flujo de la solución de inhibidor resulta un flujo de tapón o flujo anular, en particular en la parte ascendente de la tubería. La configuración del flujo de tapón o flujo anular depende entre otros de la velocidad del flujo del gas a presión y del diámetro de la tubería. Con preferencia se encuentra la velocidad del flujo del gas a presión en la gama de 6 - 12 m/seg, en particular de 8 - 12 m/seg. La determinación de la velocidad del flujo la conoce el experto en la materia.

25 Por ejemplo, puede realizarse la misma según los métodos descritos en Multiphase Science and Technology (Ciencia y tecnología de la multifase), capítulo 1, páginas 1-94, de A. E. Dukler y. Taitel.

La introducción de la solución de inhibidor se realiza con preferencia en la zona del fondo del recipiente (a una distancia del fondo con preferencia de 1/100 a 1/10 de la abertura del recipiente; en recipientes con forma esférica, a una distancia de 1/100 a en 1/10 de la pared). No obstante, la introducción puede realizarse también a una distancia mayor del fondo y/o de la pared.

30 La parte ascendente de la tubería de entrada está extendida en particular por una altura de entre 1/10 y 10/10 de la altura del recipiente.

35 Para que la solución del inhibidor inhiba una polimerización ya en marcha o impida que se inicie una polimerización, debe mezclarse la misma de manera efectiva con el contenido del recipiente del monómero. Para este fin se insufla gas en la zona del fondo del recipiente. Las burbujas de gas que ascienden en el líquido de monómero que se encuentra en el recipiente provocan una circulación vertical del contenido del recipiente, con lo que se produce una mezcla (en el supuesto de que la viscosidad del contenido del recipiente sea < 350 mPas, lo cual es el caso en general para los líquidos de monómero y las temperaturas de los que aquí se trata). La mezcla es especialmente efectiva cuando la tubería está dispuesta en la proximidad de la pared y la salida del gas se realiza en la zona del fondo del recipiente. La solución de inhibidor puede desde luego cumplir con su finalidad sólo cuando la mezcla tiene lugar con suficiente inmediatez y uniformidad. Se ha comprobado que para ello es necesaria una velocidad del gas en tubo vacío en el recipiente de  $\geq 0,1$  mm/seg. En general se encuentra la velocidad del gas en tubo vacío en la gama de 0,1 - 20 mm/seg, en particular de 0,1 - 10 mm/seg. Para lograr esto, están previstos en la tubería de entrada del gas medios que unen el recipiente de almacenamiento de gas a presión con la caldera para la solución de inhibidor. Con preferencia son estos medios un diafragma, configurado en particular basándose en la norma DIN ISO 5167-2. El diafragma incluye al respecto una abertura. El tamaño de la abertura ha de elegirse entonces en función del diámetro de la tubería de entrada del gas y del tamaño del recipiente. Además, se provoca mediante estos medios un flujo másico de gas constante.

La velocidad del gas en tubo vacío puede calcularse según la siguiente fórmula:

$$u_{g0} = \frac{\dot{V}_g}{A_B} = \frac{\dot{m}_g}{\rho_g \cdot A_B}$$

50 siendo ( $\dot{V}_g$ ) el caudal volumétrico del gas,  $A_B$  la superficie de la sección del recipiente del monómero, ( $\dot{m}_g$ ) el caudal másico del gas y ( $\rho_g$ ) la densidad del gas.

La cantidad de gas a presión necesaria para provocar la mezcla de la solución de inhibidor con el contenido del recipiente depende del tamaño del recipiente y/o del volumen del líquido monómero que se encuentra en el recipiente. Si no es suficiente una unidad de alimentación para mantener la velocidad mínima del gas en tubo vacío

durante el tiempo que es necesario para la mezcla, es ventajoso bien utilizar una unidad de alimentación con uno o varios recipientes de almacenamiento de gas a presión adicionales o bien utilizar una o varias unidades de alimentación adicionales conectadas en serie. Para ajustar la velocidad del gas en tubo vacío, puede ser necesario utilizar una o varias unidades de alimentación adicionales conectadas en paralelo.

- 5 Como gas a presión se utiliza en particular nitrógeno o una mezcla de nitrógeno y oxígeno con una relación de volúmenes de 5 a 21% en volumen, en particular de 5 a 8% en volumen de oxígeno.

La unidad de alimentación de acuerdo con la invención puede incluir uno o varios recipientes de almacenamiento de gas a presión, con preferencia de 1 a 6, que dado el caso comprenden medios para reducir la presión. Con especial preferencia está configurada la unidad de alimentación como unidad desplazable.

- 10 Al final de la tubería de extracción están previstos medios para la conexión de la tubería de extracción a la tubería que conduce al tanque.

- 15 En la tubería que llega al recipiente hay que tener en cuenta que, en espacios muertos, etc. o mediante condensación de monómero en superficies frías, puede formarse monómero empobrecido en inhibidor o sin inhibidor, que fácilmente puede polimerizar y por lo tanto formar costras. El peligro de la formación de costras puede reducirse o incluso evitarse enjuagando continuamente la tubería con un flujo reducido de nitrógeno o con una mezcla de nitrógeno y oxígeno (5-21 % en volumen de oxígeno), introduciéndose el flujo a través de una válvula en la tubería. Cuando la presión del gas queda por debajo de un determinado valor, es conveniente activar una señal de alarma.

- 20 Alternativamente pueden evitarse las costras mediante el citado disco de ruptura. Al respecto se obtura la tubería que llega al tanque en su extremo con un disco de ruptura, con preferencia un disco de ruptura sin espacios muertos, que se destruye durante la puesta en servicio de la unidad de alimentación. Otra alternativa es utilizar la citada lanza telescópica, que se encuentra cuando no se utiliza por encima del nivel del líquido del contenido del recipiente y que está protegida frente al vapor y al líquido de monómeros.

- 25 El procedimiento de acuerdo con la invención y la unidad de alimentación de acuerdo con la invención son adecuados para provocar una estabilización efectiva de monómeros radicalmente polimerizables y/o para inhibir una polimerización ya iniciada de monómeros radicalmente polimerizables. Los monómeros radicalmente polimerizables son en general monómeros de vinilo. Ejemplos al respecto son el ácido acrílico, ácido metacrílico, éster de ácido acrílico, éster de ácido metacrílico, ésteres de ácido acrílico y ésteres de ácido metacrílico sustituidos, como hidroxi-  
30 alquil-acrilatos y -metacrilatos, ácido itacónico y los derivados del mismo citados para el ácido acrílico, ácido maléico y los derivados del mismo citados para el ácido acrílico, estireno y derivados del mismo, N-vinilactama, como N-vinilpirrolidona, etc.

- 35 Son inhibidores adecuados por ejemplo la fenotiazina y derivados de la misma, como fenotiazina N-alquilada, por ejemplo N-bencil-fenotiazina o N-(1-feniletíl)fenotiazina, N-(difenilmetil)fenotiazina, N,N'-dimetilfenazina, fenoxazina, promazina y el clorhidrato al respecto, carbazol, N-etil-carbazol, hidroquinona y derivados de la misma, como éter de hidroquinona, por ejemplo monometil éter de hidroquinona (MeHQ), hidroquinona alquil-sustituida, por ejemplo mono-t-butil- hidroquinona, 2,5-Di-t-butil- hidroquinona o toluhidroquinona.

- 40 Los inhibidores se utilizan como solución en un disolvente orgánico. Son disolventes adecuados en particular la acetona, el etilacetato y con preferencia la N-alquil-pirrolidona, como N-metil-pirrolidona (NMP) y/o N-etil-pirrolidona. Una solución de inhibidor especialmente preferente es una solución de fenotiazina en NMP. Además, es ventajoso que el contenido de la solución en inhibidor, referido al peso de la solución de inhibidor, sea de al menos un 10% en peso hasta 55% en peso. Especialmente preferente es una solución al 30 - 40% en peso de fenotiazina en NMP, que dado el caso puede contener hasta un 10% en peso de éter de hidroquinona, en particular MEHQ.

- 45 La cantidad necesaria de inhibidor se rige por el tamaño del tanque, tomándose como base para el cálculo de las cantidades un 100% de altura de llenado. La cantidad de inhibidor depende además del inhibidor utilizado y de los monómeros a reestabilizar. Una concentración de aprox. 200 ppm a 300 ppm de fenotiazina es capaz en la mayoría de los casos de inhibir la polimerización de los monómeros. Se ha comprobado que en la mayoría de los casos son suficientes concentraciones de fenotiazina de 50 a 1.000 ppm para inhibir la polimerización tal que la misma ya no represente peligro alguno. Si no fuese suficiente la cantidad de solución de inhibidor de una unidad de alimentación para provocar una estabilización de los monómeros, entonces se utilizan una o varias unidades de alimentación  
50 adicionales conectadas en serie.

Para una solución al 35% de fenotiazina en N-metil-pirrolidona, resulta para temperaturas de -10°C o superiores una fluidez suficiente para la utilización práctica. No obstante, es conveniente almacenar la solución y la unidad de alimentación a temperaturas > 0°C. Una solución al 35% de fenotiazina en N-metil-pirrolidona (en peso) tiene una capacidad de almacenamiento de unos cinco años con las condiciones de almacenamiento usuales (0 - 60°C).

- 55 El procedimiento de acuerdo con la invención y la unidad de alimentación de acuerdo con la invención posibilitan la reestabilización de monómeros radicalmente polimerizables de manera fiable, rapidísima y económica y son independientes de fuentes de energía y equipos mezcladores, lo cual es importante especialmente en casos de

emergencia con interrupción del suministro eléctrico. El inhibidor puede introducirse rapidísimamente en el tanque y mezclarse con el contenido del tanque y con ello inhibirse con fiabilidad una polimerización radical, incluso en un estado avanzado.

La invención se describirá en base a un ejemplo de realización con referencia a los dibujos. Se muestra en:

- 5 figura 1 una representación esquemática de una unidad de alimentación conectada a un tanque,
- figura 2 una vista en planta sobre la unidad de alimentación representada en la figura 1 y
- figura 3 una vista de detalle de la válvula mostrada en la figura 2.

La figura 1 muestra una representación esquemática de una unidad de alimentación 11 de acuerdo con la invención, conectada con un recipiente 1. El recipiente está configurado aquí como tanque 1. El tanque 1 comprende una  
 10 abertura 2 con una brida de conexión 3 vertical. A través de la abertura 2 penetra un tubo 4 de un dispositivo para introducir la solución de inhibidor y el gas de mezcla en el espacio interior 5 del tanque 1. El tubo 4, con el extremo 6 que se encuentra próximo al fondo del tanque 1 sirve para introducir solución de inhibidor y gas de mezcla. El tubo 4 está dotado en su otro extremo de una brida de soporte 9 para la fijación a la brida 3 del tanque 1, pudiendo realizarse la fijación directamente o utilizando una brida intermedia. A este tubo 4 está conectada una tubería de  
 15 entrada 10 para la solución de inhibidor a introducir en el espacio interior 5 y el gas de mezcla. La tubería de entrada 10 incluye aquí una parte esencialmente horizontal y una parte ascendente esencialmente vertical. Alternativamente puede estar configurada la parte horizontal también descendente.

La unidad de alimentación 11 de acuerdo con la invención se conecta a la tubería de entrada 10 sólo en caso de  
 20 peligro, para lo cual están previstos medios de acoplamiento 12a y 12b. La solución de inhibidor se encuentra en la caldera 13 de la unidad de alimentación 11, que está unida con dos recipientes de almacenamiento de gas a presión en forma de botellas de gas impulsor 14. En la vista lateral puede verse sólo una de ambas botellas de gas impulsor 14. Dentro del espacio de almacenamiento de la caldera 13 se encuentra un tubo de extracción, que se extiende por uno de sus extremos casi hasta el fondo de la caldera 13, estando conectado el otro extremo al tubo flexible 15. Mediante la apertura de las botellas de gas impulsor 14 se introduce gas a presión en la caldera 13 a través de las  
 25 entradas de gas a presión 17, con lo que la solución de inhibidor es expulsada de la caldera 13 a través del tubo de extracción y se introduce a través del tubo 4 en el contenido del tanque. A continuación, se introduce gas desde las botellas de gas impulsor 14 a través de la caldera 13 y la tubería de entrada 10 en el tanque 1 tal que la velocidad del gas en tubo vacío es  $\geq 0,1$  m/seg. Debido a las burbujas de gas ascendentes, se provoca un flujo dirigido hacia arriba en el espacio interior 5 del tanque 1, que se muestra mediante las flechas 7. Este flujo ascendente en la zona  
 30 del tubo 4 induce también en zonas contiguas un correspondiente flujo, representado por las flechas 8. Debido a la introducción del gas, se provoca una intensa mezcla a fondo del contenido del tanque con la solución de inhibidor. Para generar una mezcla especialmente efectiva, está dispuesto el extremo 6 del tubo 4 en la proximidad de una pared del tanque 1 y en particular en las proximidades del fondo del tanque 1. Alternativamente puede conducirse también el tubo 4 a través de la pared lateral del tanque 1 al espacio interior 5 del tanque.

35 La unidad de alimentación 11 está dispuesta distanciada del tanque 1. Por razones de seguridad, la distancia entre la unidad de alimentación 11 y el tanque 1 debe ser de como mínimo 20m. Pero para garantizar un tiempo de alimentación aceptable debe ser la distancia de como máximo 200m.

El medio de acoplamiento 12a está conectado a través de un tubo flexible 15 con el tubo de extracción, mientras que  
 40 en medio de acoplamiento 12b está fijado al extremo de la tubería de entrada 10. La caldera 13 está dotada de ruedas 18, 19 y un asidero 20, con lo que la unidad de alimentación 11 puede desplazarse manualmente. Al respecto soportan las ruedas 18 esencialmente el peso de la unidad de alimentación y la rueda 19 está realizada como rodillo de guía. Entre la caldera 13 y las botellas de gas impulsor 14 están conectadas válvulas reductoras de presión 21, mediante las cuales se expande el gas que abandona a alta presión las botellas de gas impulsor 14 hasta una presión constante de unos 10 bar. La caldera 13 comprende una abertura de llenado, cuyo cierre está  
 45 dotado de una válvula de sobrepresión de seguridad. Cuando se acciona la unidad de alimentación 11, se establece en el tubo 4 una presión. Debido a la misma se impulsa la solución de inhibidor a través del tubo 4 hasta el espacio interior del tanque 5. La velocidad del flujo del gas a presión se ajusta entonces tal que en la parte que asciende verticalmente de la tubería de entrada 10 resulta como régimen de flujo de la solución de inhibidor un flujo de tapón o flujo anular. De esta manera queda asegurado que se transporta toda la solución de inhibidor que se encuentra en la tubería 10 hasta el tanque 1. La velocidad del flujo se ajusta para ello a un valor entre 6 y 12 m/seg, en particular a  
 50 un valor entre 8 y 12 m/seg.

Puesto que la cantidad de solución de inhibidor necesaria se dimensiona en función del tamaño del tanque 1, es necesario, cuando se trata de tanques 1 grandes, conectar más de una unidad de alimentación 11 al tanque 1. Para  
 55 ello pueden conectarse varias unidades de alimentación 11 en paralelo. Según el gas de mezcla que se necesite, puede incluir la unidad de alimentación 11 uno o varios recipientes de almacenamiento de gas a presión 14.

En la figura 2 se muestra la vista en planta sobre la unidad de alimentación levantada. Puede observarse la caldera 13, las botellas de gas impulsor 14 allí fijadas y el asidero 20. Alrededor de la caldera 13 está enrollado el tubo

flexible 15, cuyo extremo está dotado del medio de acoplamiento 12a. Las entradas de gas a presión 19 de ambas botellas de gas impulsor 14 están conducidas en una conexión de tres vías 28 a una entrada común 17. La entrada común 17 conduce el gas a presión desde ambas botellas de gas impulsor 14 a través de una pieza de conexión 23 al recipiente.

- 5 En la figura 3 se muestra en detalle la pieza de conexión 23, que une la entrada común 17 con la caldera 13. La pieza de conexión 23 incluye entonces una parte superior 24 y una parte inferior 25, rodeando la parte inferior 25 la parte superior 24. La entrada de gas a presión 17 termina en la parte superior 24. Entre la parte superior 24 y la parte inferior 25 se encuentra un diafragma 26 con una abertura 27. El tamaño de la abertura 27 se elige entonces según el diámetro de la tubería de entrada 10 y el tamaño del tanque 1. De esta manera puede ajustarse la velocidad del gas en tubo vacío necesaria. En particular se ajusta mediante la elección del diámetro de la abertura la velocidad del gas en tubo vacío tal que la misma es  $\geq 0,1\text{mm/seg}$ . De esta manera se garantiza una mezcla suficientemente inmediata y uniforme de la solución de inhibidor con el contenido del tanque 1.

**Lista de referencias**

- 1 tanque
- 15 2 abertura
- 3 brida de conexión
- 4 tubo
- 5 espacio interior del tanque
- 6 extremo del tubo
- 20 7 flujo ascendente en la zona del tubo
- 8 flujo ascendente en las zonas contiguas al tubo
- 9 brida de soporte
- 10 tubería de entrada
- 11 unidad de alimentación
- 25 12 medio de acoplamiento
- 13 caldera para la solución de inhibidor
- 14 recipiente de almacenamiento de gas a presión
- 15 tubo flexible
- 16 conexión para una entrada de gas a presión
- 30 17 entrada del gas a presión
- 18 rueda
- 19 rueda
- 20 asidero
- 21 válvula reductora de presión
- 35 22 cierre de la abertura de llenado del recipiente de almacenamiento de gas a presión
- 23 pieza de conexión
- 24 parte superior de la válvula
- 25 parte inferior de la válvula
- 26 diafragma
- 40 27 abertura del diafragma
- 28 conexión de tres vías

**REIVINDICACIONES**

- 1.- Procedimiento para estabilizar monómeros polimerizables por radicales, que incluye las etapas
- 5 a) introducción de una solución de un inhibidor de la polimerización por radicales con un gas inerte a presión en un recipiente (1), que contiene los monómeros, a través de al menos una tubería (10) que incluye un tramo ascendente y que presenta en su extremo medios para introducir la solución de inhibidor y para insuflar gas en el recipiente y
- b) mezcla del contenido del recipiente y de la solución de inhibidor insuflando gas a través de la tubería (10),
- 10 ajustándose en la etapa (a) la velocidad del flujo del gas a presión de tal manera que como régimen de flujo de la solución de inhibidor resultan un flujo de tapón o un flujo anular en el tramo ascendente de la tubería (10) y en la etapa (b) se ajusta la velocidad del gas en el recipiente a  $\geq 0,1$  mm/seg.
- 2.- Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que en la etapa (a) se ajusta la velocidad del flujo del gas a presión a de 6 a 12 m/seg.
- 3.- Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 o 2, en el que en la etapa (b) se ajusta la velocidad del gas en tubo vacío a  $\geq 0,1$  a 20 mm/seg.
- 15 4.- Procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la solución de inhibidor (17) y el gas almacenado se proporcionan mediante al menos una unidad de alimentación (11), que incluye una caldera (13) para la solución de inhibidor y al menos un recipiente de almacenamiento de gas a presión (14).
- 5.- Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 4, en el que la unidad de alimentación (11) está dispuesta distanciada del recipiente (1) y unida al recipiente (1) a través de la tubería (10).
- 20 6.- Procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la tubería (10) es conducida de la unidad de alimentación (11) al recipiente (1) a través de la tapa del recipiente del monómero (1).
- 7.- Procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que están conectadas varias unidades de alimentación (11) una tras otra o en paralelo a la tubería (10).
- 25 8.- Unidad de alimentación (11) para realizar el procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que incluye
- (a) una caldera (13) para la solución de inhibidor con un tubo de extracción que llega hasta la solución de inhibidor,
- 30 (b) al menos un recipiente de almacenamiento de gas a presión (14), que está unido a la caldera (13) para la solución de inhibidor a través de una tubería de entrada del gas (17),
- (c) medios para reducir la presión (21) en el recipiente de almacenamiento de gas a presión (14),
- (d) en la tubería de entrada del gas (17), medios (26) para ajustar la velocidad del gas en tubo vacío y
- (e) medios (12a, 12b) para conectar la tubería de extracción a la tubería (10) hacia el recipiente (1).
- 9.- Unidad de alimentación (11) de acuerdo con la reivindicación 8, en la que los medios (26) para ajustar la velocidad del gas en tubo vacío presentan una pieza de conexión (23).
- 35 10.- Unidad de alimentación (11) de acuerdo con la reivindicación 9, en la que la pieza de conexión (23) comprende un diafragma (26).
- 11.- Unidad de alimentación de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 8 a 10, que comprende de uno a seis recipientes de almacenamiento de gas a presión (14).
- 40 12.- Unidad de alimentación de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 8 a 11, configurada como unidad desplazable.

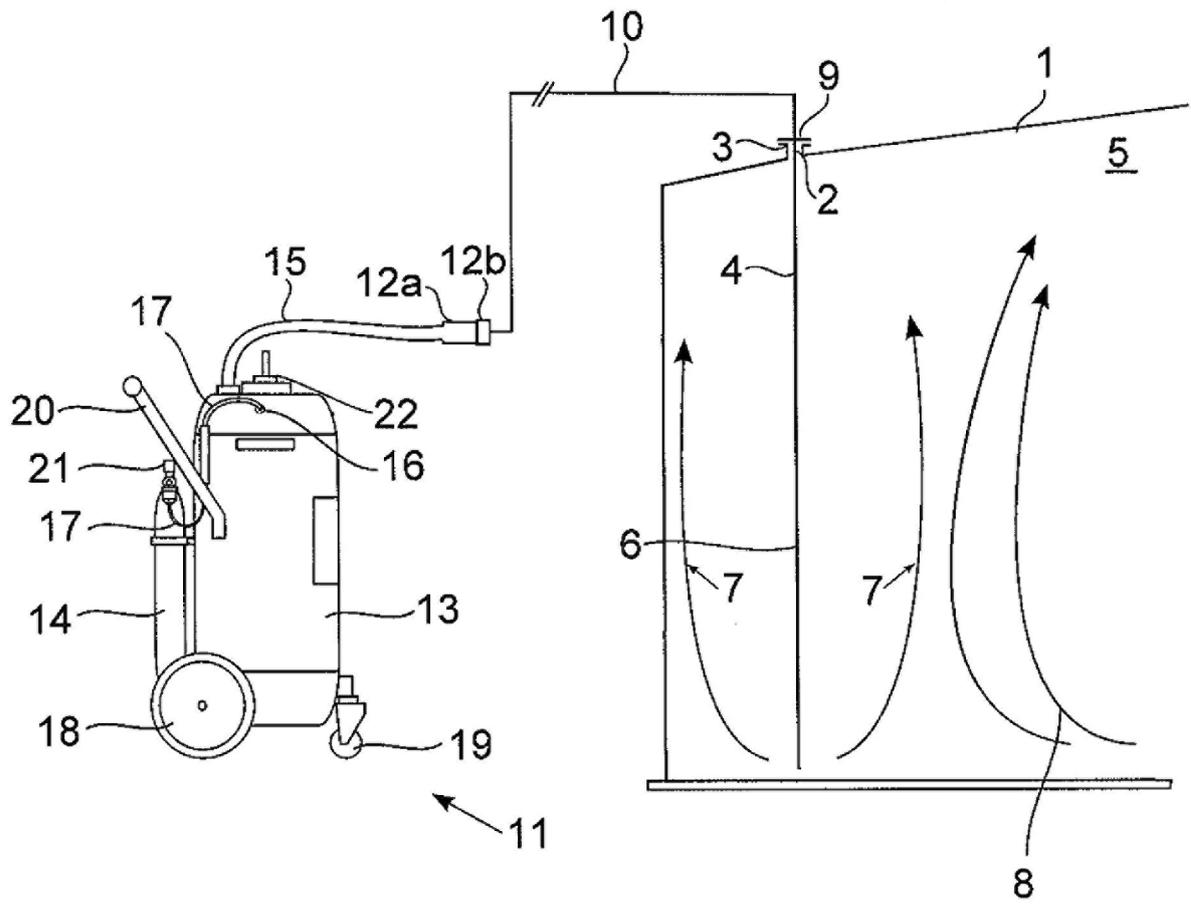


FIG. 1

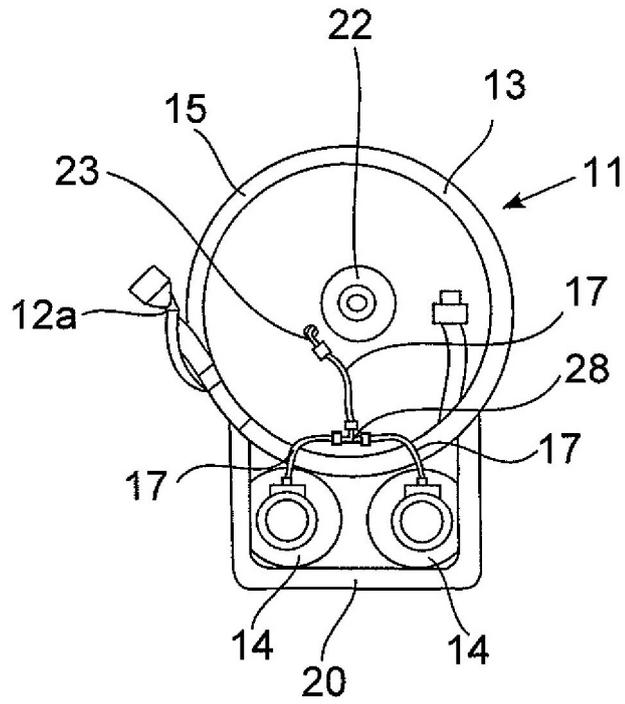


FIG. 2

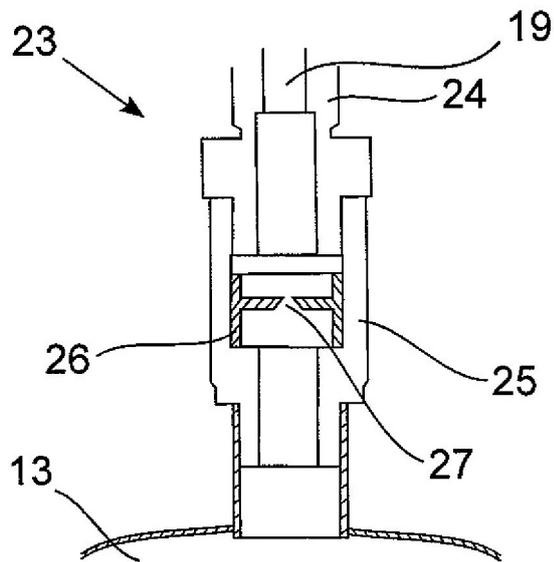


FIG. 3