

(19) DANMARK



(12) FREMLÆGGELSESSKRIFT (11) 144680 B

DIREKTORATET FOR  
PATENT- OG VAREMÆRKEVÆSENET

|                                    |                            |                           |              |
|------------------------------------|----------------------------|---------------------------|--------------|
| (21) Ansøgning nr.                 | 788/74                     | (51) Int.Cl. <sup>3</sup> | C 08 F 14/06 |
| (22) Indleveringsdag               | 14. feb. 1974              |                           | C 08 F 2/02  |
| (24) Løbedag                       | 14. feb. 1974              |                           | B 01 J 3/04  |
| (41) Alm. tilgængelig              | 17. aug. 1974              |                           |              |
| (44) Fremlagt                      | 10. maj 1982               |                           |              |
| (86) International ansøgning nr.   | -                          |                           |              |
| (86) International indleveringsdag | -                          |                           |              |
| (85) Videreførelsesdag             | -                          |                           |              |
| (62) Stamansøgning nr.             | -                          |                           |              |
| (30) Prioritet                     | 16. feb. 1973, 7305537, FR |                           |              |

(71) Ansøger RHONE-PROGIL, 92408 Courbevoie, FR.

(72) Opfinder Francis Fournel, FR: Salomon Soussan, FR.

(74) Fuldmægtig Internationalt Patent-Bureau.

(54) Vertikal autoklav til brug ved fremstilling af vinylchlorid= polymere og -copolymere ved massepolymerisation.

Den foreliggende opfindelse angår en vertikal autoklav til brug ved fremstilling af vinylchloridpolymere og -copolymere ved massepolymerisation.

Det er allerede foreslået at udføre fremstillingen af polymere og copolymere på basis af vinylchlorid i to trin i særskilte apparater ved en fremgangsmåde, der omfatter gennemførelse i et første trin, kaldet præpolymerisation, af en begrænset polymerisation under højturbulent omrøring, indtil opnåelse af en omdannelsesgrad af den eller de monomere af størrelsesordenen 7 til 15%, og derefter gennemførelse i et andet trin af en endelig polymerisation under langsom omrøring, men dog med en omrøringshastighed, som er tilstrækkelig til at sikre en god varmemfordeling i reaktionsmassen indtil endt polymerisations- eller copolymerisationsreaktion.

Denne fremgangsmåde og udførelsesformer derfor er detaljeret beskrevet i de

franske patentskrifter og tillægspatentskrifter i navnet "Produits Chimiques Péchiney-Saint Gobain" med numrene 1.382.072, 84.958, 84.965, 84.966, 85.672, 89.025 og 1.436.744, 87.620, 87.623, 87.625, 87.626.

Ifølge en særlig udførelsesform for denne fremgangsmåde gennemføres den endelige polymerisation i en vertikal autoklav forsynet med et omrøringsorgan, der omfatter en enkelt omrører bestående af mindst ét bånd, som er skrueformet snoet om og fastgjort med mindst én understøttelse til en rotationsaksel, der går gennem autoklaven langs dens akse, og hvis nederste ende er fast forbundet med mindst én arm, der passer nøje med autoklavens hvælvede bund.

De nævnte omrørerorganer har følgende ulemper, der vokser med størrelsen af autoklaven:

Deres konstruktion må være udført i to dele til samling inde i autoklaven, hvis man ønsker en autoklav, der ikke åbnes helt, og må ikke omfatte flanger med store dimensioner, hvilket forøger omkostningerne betydeligt.

Deres fjernelse fra autoklaven kan ikke ske uden forudgående udskæring i tilfælde, hvor der anvendes en autoklav, som ikke åbnes helt.

Den vertikale aksel må ved den nederste del være ledet for at undgå for store tryk på det overliggende mekaniske stel, hvilke tryk kunne ødelægge dette stel.

Drivmidlerne må være af store dimensioner, da rotationshastigheden for båndet, der betinger blandingseffektiviteten, er lig med hastigheden for den eller de arme, der er fast forbundet med rotationsakslen, hvilke arme er udsat for store kraftpåvirkninger under visse kritiske perioder under processen, især ved slutningen af polymerisationen fra udgasningen af det monomere materiale, som ikke har reageret, og afbrydelsen af vakuet.

Deres fremstilling er vanskelig i de tilfælde, hvor autoklaven skal have mulighed for indre afkøling ved cirkulation af kølevæske.

Autoklaven ifølge den foreliggende opfindelse har ikke de i det foregående nævnte ulemper.

Den vertikale autoklav ifølge opfindelsen er ejendommelig ved, at den er forsynet med et omrørerorgan omfattende mindst én langsomtdrejende omrører A bestående af et skrueformet bånd, anbragt på en rotationsaksel, der går gennem autoklavens øverste del, og en langsomtdrejende omrører B bestående af mindst én arm, som passer nøje med autoklavens hvælvede bund og er forbundet med en tap, som går igennem autoklavens bund ved dens akse, hvilke omrørere A og B kan styres uafhængigt af hinanden.

Omrøreren B har sædvanligvis to arme. Omrørerne A og B kan ifølge opfindelsen være hule og indrettet til at blive gennemstrømmet af varmevekslervæske.

Ifølge en udførelsesform for opfindelsen er en omrører A og omrøreren B coaksiale.

Ifølge en anden udførelsesform for opfindelsen har omrørerne A samme af-

stand fra autoklavens akse og er anbragt i hjørnerne af en regulær polygon rundt om denne akse. Således kan omrørerne A, f.eks. i en antal på tre, have lige lang afstand fra akse og være anbragt i vinkelspidserne af en ligesidet trekant. Denne udførelsesform er særlig velegnet i tilfældet med en autoklav med stor kapacitet, da der herved undgås anvendelse af overdrevent kraftige drivmidler, hvilket nødvendiggør en speciel konstruktion.

Autoklaven ifølge opfindelsen har følgende fordele ved anvendelse til den sluttelige polymerisation ved fremstillingen af vinylchloridpolymere og -copolymerer ved massepolymerisation i to trin udført i særskilte apparater:

Mulighed for at indstille hastigheder, som er passende for virkningen af hver af omrørerne A og B, og eventuelt at give dem modsat rotationsretning til opnåelse af optimal blanding.

Mulighed for at kunne formindske hastigheden af omrøreren B under de kritiske faser og standse omrøreren eller omrørerne A under tømningen af autoklaven til formindskelse af den forbrugte effekt.

Mindre vanskelig frembringelse af indre kølekredsløb i tilfældet med autoklaver, hvor omrørerne A og B har væskecirkulation. De enkelte dele er mindre tunge og altså lettere at fremstille og montere uden svejsning inden i autoklaven.

Mulighed for afkøling af omrørerne A og B til forskellige temperaturer.

Formindsket dannelse af skorper på grund af en mere effektiv omrøring af reaktionsmassen i den nederste del af autoklaven.

Mulighed for kun at holde én omrører i drift i tilfælde af strømsvigt, hvilket muliggør formindskelse af effekten af den hjælpegenerator, som forsyner anlægget.

Nem vask af autoklaven ved hjælp af en vandstråle under meget højt tryk gennem en, fortrinsvis rotaterende, strålespids, hvilket skyldes, at det er muligt at indføre strålespiden i nærheden af omrøreren B og nå de områder, hvor der er risiko for, at skorpedannelsen bliver for rigelig eller skorperne for vedhængende. Denne fordel gør, at det ikke er nødvendigt at foretage manuelle operationer inde i autoklaven med de dertil knyttede risici.

To udførelsesformer for autoklaven ifølge opfindelsen forklares som eksempler nærmere i det følgende under henvisning til tegningen, hvor

figur 1 og 2 viser vertikale snit langs autoklavens akse, og

figur 3 og 4 viser horisontale snit langs linierne

III-III og IV-IV henholdsvis i figur 1 og 2.

I figur 1 og 3 har omrørerorganet en enkelt omrører A.

I figur 2 og 4 har omrørerorganet tre omrørere A.

På tegningen er 1 en autoklav med vertikal akse omgivet af en kappe 2, hvori der kan cirkulere en varmevekslervæske, der kan indføres gennem et rør 3 og udføres gennem et rør 4. Autoklaven 1 har i den øverste del et rør 5 til indfø-

relse af præpolymerisat, nødvendige reaktanter og eventuelt monomer og et rør 6 til udførelse ved processens slutning af monomert materiale, som ikke har reageret. Ved den nederste del har autoklaven 1 et rør 7 til udførelse af polymer.

Autoklavens 1's bund 8 gennembrydes af en tap 9, til hvilken er forbundet to arme 10, og som er understøttet af et tapleje 11, hvor tætningen mellem tappen og autoklavens bund er sikret med en pakning 12.

I figur 1 og 3 er den øverste del af autoklaven 1 langs autoklavens akse forsynet med en rotationsaksel 13 understøttet af et tapleje 14, hvor tætningen mellem rotationsakslen og den øverste del af autoklaven er sikret med en pakning 15. Om rotationsakslen er i skrueform snoet et bånd 16.

I figur 2 og 4 er autoklavens 1's øverste del forsynet med tre rotationsaksler 17, 18 og 19, som har lige lang afstand til autoklavens akse og er anbragt i vinkelspidserne af en ligesidet trekant og understøttet af taplejer 20, 21 og 22, hvor tætningen mellem rotationsakslerne og autoklavens øverste del er sikret med pakninger 23, 24 og 25. Om rotationsakslerne 17, 18 og 19 er skrueformet snoet bånd 26, 27 og 28.

#### P A T E N T K R A V

1. Vertikal autoklav til brug ved fremstilling af vinylchloridpolymere og -copolymere ved massepolymerisation, k e n d e t e g n e t ved, at den er forsynet med et omrørerorgan omfattende mindst én langsomtdrejende omrører A bestående af et skrueformet bånd (16, 26, 27, 28), anbragt på en rotationsaksel (13, 17, 18, 19), der går gennem autoklavens (1) øverste del, og en langsomtdrejende omrører B bestående af mindst én arm (10), som passer nøje med autoklavens hvælvede bund (8) og er forbundet med en tap (9), som går igennem autoklavens bund ved dens akse, hvilke omrørere A og B kan styres uafhængigt af hinanden.

2. Autoklav ifølge krav 1, k e n d e t e g n e t ved, at en omrører A og omrøreren B er coaksiale.

3. Autoklav ifølge krav 1, k e n d e t e g n e t ved, at omrørerne A (26, 27, 28) har samme afstand fra autoklavens (1) akse og er anbragt i hjørnerne af en regulær polygon rundt om denne akse.

4. Autoklav ifølge krav 3, k e n d e t e g n e t ved, at der er tre omrørere A.

5. Autoklav ifølge krav 1, k e n d e t e g n e t ved, at omrørerne A og B er hule og indrettet til at blive gennemstrømmet af en varmevekslervæske.

#### Fremdragne publikationer:

FR tillægspatent nr. 83383.



FIG. 2

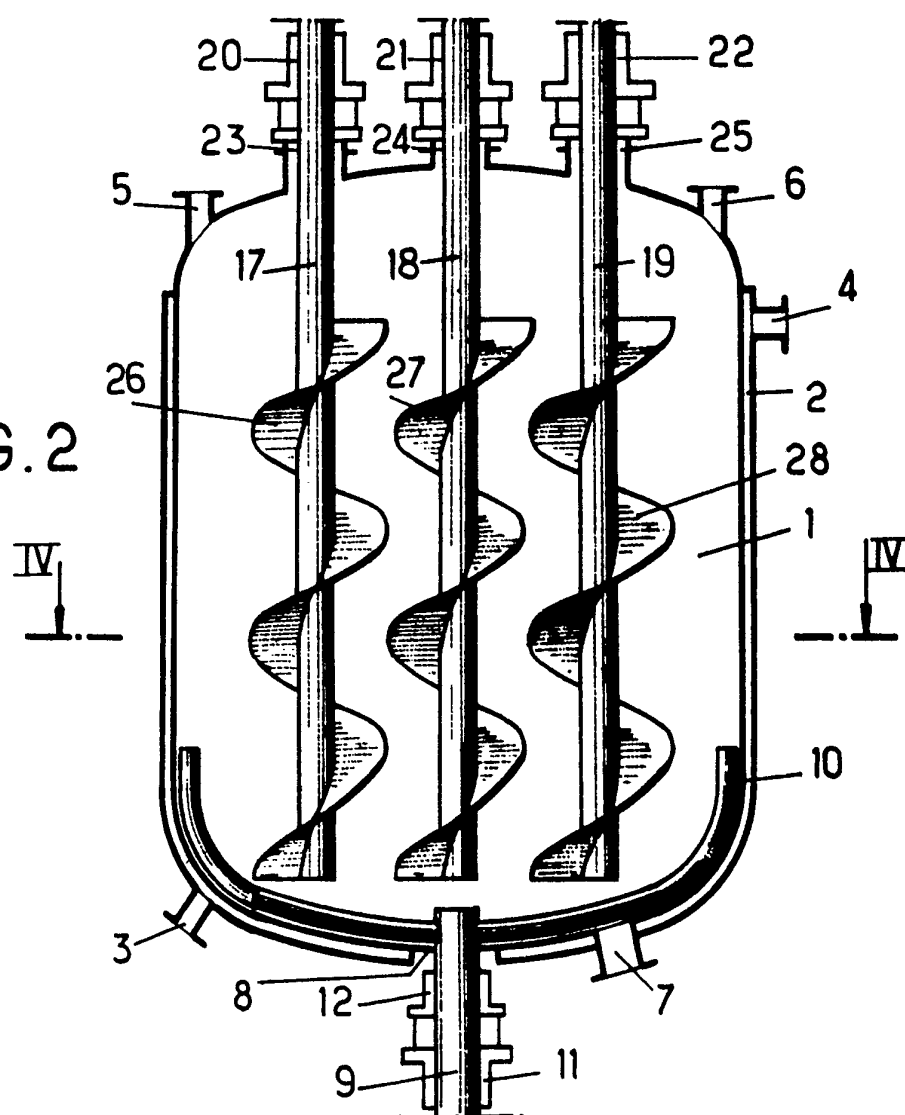


FIG. 4

