



⑩ A **Terinzagelegging** ⑪ **8204795**

Nederland

⑲ NL

⑤4 **Werkwijze en inrichting voor het inhibiteren van de vorming van gepolymeriseerde vinylaromatische verbindingen gedurende destillatieve zuivering van vinylaromatische monomeren.**

⑤1 Int.Cl³: C07C 15/44, C07C 7/04, B01D 3/00.

⑦1 Aanvrager: Cosden Technology Inc. te Wilmington, Delaware, Ver. St. v. Am.

⑦4 Gem.: Ir. H.J.G. Lips c.s.
Haagsch Octrooibureau
Breitnerlaan 146
2596 HG 's-Gravenhage.

②1 Aanvraag Nr. 8204795.

②2 Ingediend 10 december 1982.

③2 Voorrang vanaf 23 december 1981.

③3 Land van voorrang: Ver. St. v. Am. (US).

③1 Nummer van de voorrangsaanvraag: 333604 .

⑥2 - -

④3 Ter inzage gelegd 18 juli 1983.

De aan dit blad gehechte stukken zijn een afdruk van de oorspronkelijk ingediende beschrijving met conclusie(s) en eventuele tekening(en).

Werkwijze en inrichting voor het inhibiteren van de vorming van gepolymeriseerde vinylaromatische verbindingen gedurende destillatieve zuivering van vinylaromatische monomeren.

De uitvinding heeft betrekking op een werkwijze en inrichting voor het voortbrengen van gemakkelijk polymeriseerbare vinylaromatische verbindingen. Meer in het bijzonder heeft de uitvinding betrekking op een
5 werkwijze en inrichting voor het inhibiteren van de vorming van ongewenste accumulaties van polymeer materiaal in een destillatie-apparaat gedurende de destillatieve zuivering van vinylaromatische monomeren.

Vinylaromatische monomeren zoals styreen,
10 α -alkylstyreen, vinyltolueen, divinylbenzeen en dergelijke, zijn belangrijk wegens hun vermogen om bruikbare polymere materialen te vormen. Deze verbindingen worden kenmerkend bereid door katalytische dehydrogenering van alkylaromatische verbindingen met corresponderende koolstofketens. Het
15 ruwe produkt van de dehydrogeneringsreactie is evenwel een mengsel van materialen, welke behalve de gewenste vinylaromatische monomeer diverse alkylaromatische verbindingen alsook oligomeren van de gewenste monomeer bevatten. Deze andere substanties moeten worden afgeschei-
20 den van de vinylaromatische monomeer teneinde een commercieel aanvaardbaar produkt te verkrijgen.

De gebruikelijke methode voor het scheiden van een gewenst vinylaromatisch monomeer van het dehydrogeneringsproduktemengsel is om het mengsel te voeren door
25 een destillatiereeks, waarin de laagkokende materialen eerst worden gescheiden en vervolgens de gewenste monomeer wordt gedestilleerd van de hoogkokende materialen. Dergelijke destillatieve scheidingen hebben complicaties ten gevolge van het feit, dat de neiging van de monomeer
30 om te polymeriseren toeneemt met toenemende temperatuur. Als gevolg neemt, wanneer het mengsel wordt verhit om het te destilleren, de vorming van ongewenste polymeer toe terwijl de opbrengst van gewenste monomeer afneemt.

Aldus kunnen massa's ongewenst polymeer

accumuleren in de destillatie-inrichting. De voortgezette
accumulatie van deze ongewenste polymere materialen maakt
het noodzakelijk, dat een destillatie-apparaat, gebruikt
voor het zuiveren van vinylaromatische monomeren, periodiek
5 moet worden stopgezet en gereinigd van de vervuilende
polymeer. Wanneer de polymeer kenmerkend een dicht hard
materiaal is, ondervindt men aanzienlijke moeilijkheden
bij het schoonmaken van de destillatie-apparatuur. De
noodzaak van periodiek reinigen draagt aanzienlijk bij
10 tot de bedieningskosten, en ook de bestedingskosten
nemen toe, aangezien er extra destillatiecapaciteit moet
worden geconstrueerd teneinde te compenseren van de sluit-
tijd van de destillatie-inrichting.

Niet alleen vermindert de opbrengst aan
15 monomeer en is de produktiviteit van de uitrusting
verlaagd door het reduceren van de effectieve capaciteit,
en door de noodzakelijk periodieke stopzettingen voor
reiniging, maar de onoplosbare residu's, geproduceerd
door de ongewenste polymerisatie van de monomeer, vormt
20 een afvalsmateriaal, dat moet worden afgevoerd. Regerings-
beperkingen op afvalsafvoer maken dit tot een steeds
toenemend probleem.

Er zijn verschillende maatregelen gebruikt
om de vorming van ongewenste polymeer en de resulterende
25 vervuiling van de destillatiekolom tot een minimum
terug te brengen. Er zijn vacuumdestillaties toegepast
teneinde de temperatuur, tot welke het invoermengsel
moest worden verhit, te reduceren. Hoewel dit er toe
bijdraagt om de vorming van ongewenst polymeer materiaal
30 te verminderen, worden er toch nog steeds aanzienlijke
hoeveelheden polymeer gevormd.

Er zijn polymerisatie-inhibitoren toegevoegd
aan het invoermengsel. Bekende inhibitoren reduceren
verder de vorming van ongewenste polymeer, maar zijn
35 toch nog niet volledig effectief. Bovendien zijn derge-
lijke inhibitoren kostbaar en dragen zij aanzienlijk bij
tot de produktiekosten voor de vinylaromatische monomeer.

Een bijzonder probleem doet zich voor in
de destillatie-inrichting in gebieden van hoge concen-
40 traties van vloeibaar condensaat en lage dampsnelheid,

zoals aangrenzend aan de schotelbodems en langs de val-
pijpen. Bij dampfase actieve inhibitoren zijn niet volledig
effektief bij het onderdrukken van de vorming van afzet-
tingen in dergelijke gebieden, aangezien de inhibitor
5 beperkt is bij het mengen met de condenserende damp als
gevolg van de lage dampsnelheid. Aangezien in vloeibare
fase actieve inhibitoren niet worden meegevoerd met de
monomeer als deze verdampt, is het vloeibare condensaat
grotendeels vrij van deze polymerisatie-inhibitoren.
10 Condensaatdruppeltjes, die zich vormen tegen de koelschotel-
bodems kunnen zodoende polymeriseren en vast worden,
alvorens zij voldoende groot worden om neer te vallen
in de onderliggende schotel. Polymerisatie heeft eveneens
de neiging op te treden in de valpijp, aangezien daar
15 een hoge concentratie vloeibaar monomeercondensaat is,
weinig of geen polymerisatie-inhibitor, en een lage
dampsnelheid. Als gevolg kunnen monomeerdruppeltjes zich
hechten aan de valpijpwanden, en als de condensaat-
druppeltjes op de wand blijven, treedt polymerisatie
20 op en geraakt de kolom vervuild.

Het Amerikaanse octrooischrift 4.207.267
leert het plaatsen van een polytetrafluoretheenbekleding
aan de binnenoppervlakken van bellenkappen en de binnen-
en buitenoppervlakken van de bellenkaphalzen teneinde
25 samenklontering te voorkomen. De hoofdfunctie van de
bekleding is het vergemakkelijken van een goede scheiding
van vervuillende afzettingen, nadat zij zijn gevormd.
Het voorkomen van de vorming van de afzettingen in de
eerste plaats vormt hierbij geen overweging. Dit zijn
30 gebieden met hoge dampsnelheid. Een hoge dampsnelheid
laat niet alleen het mengen van inhibitor met de dampen
toe, maar werkt bovendien aanhechting van condenserende
dampen aan de binnenoppervlakken ten gevolge van damp-
beweging tegen, en is verder werkzaam als een veeg-
35 systeem om zich aanhechtende condensaatdruppeltjes te
verwijderen van de oppervlakken van de kolom. Wegens
de hierboven vermelde dampwerking biedt echter de
inhibitering van polymerisatie in gebieden van lage
dampsnelheid een verschillende probleem, en daarbij
40 komen andere overwegingen in het spel.

8204795

Ondanks de pogingen uit de bekende techniek blijft er een aanzienlijke behoefte naar verbeterde methodes en inrichtingen voor het inhibiteren van de initiële vorming van ongewenste polymere afzettingen in destillatie-apparaten, gebruikt voor het zuiveren van vinylaromatische monomeren, in het bijzonder in gebieden, zoals op de schotelbodems en in de valpijpen, waar hoge concentraties condensaat en lage dampnelheden optreden.

Dienovereenkomstig is het een doel van de uitvinding om een verbeterde werkwijze en inrichting te verschaffen voor het inhibiteren van de vorming van gepolymeriseerde vinylaromatische verbindingen gedurende de destillatieve zuivering van een ruwe vinylaromatische monomeervoeding.

Een ander doel van de uitvinding is het verschaffen van een werkwijze en inrichting voor het inhibiteren van de vorming van gepolymeriseerde vinylaromatische verbindingen, die niet de noodzaak verhogen voor dure chemische inhibitoren.

Een verder doel van de uitvinding is het verschaffen van een werkwijze en inrichting voor het inhibiteren van de vorming van gepolymeriseerde vinylaromatische verbindingen, die het mogelijk maken, dat destillatiesystemen, die worden gebruikt voor het zuiveren van vinylaromatische monomeren, langere perioden kunnen lopen, alvorens stopzetting met het oog op reinigen noodzakelijk wordt.

Nog een ander doel van de uitvinding is het verschaffen van een werkwijze en inrichting voor het destilleren van een vinylaromatische verbinding waarbij de verwijdering van polymeeraccumulaties is vergemakkelijkt.

Het is tevens een doel van de uitvinding om een werkwijze en inrichting te verschaffen voor het inhibiteren van de vorming van gepolymeriseerde vinylaromatische verbindingen, die in het bijzonder effectief zijn in gebieden van de destillatie-apparatuur, waar vloeibare condensaatdruppeltjes de tendens hebben om zich te vormen bij afwezigheid van een aanzienlijke

8204795

dampsnelheid.

Nog een ander doel van de uitvinding is het verschaffen van een werkwijze en inrichting voor het inhibiteren van de vorming van gepolymeriseerde vinylaromatische verbindingen gedurende de destillatieve zuivering van een vinylaromatische monomeer, waarbij de opbrengst aan monomeer wordt verhoogd.

Een verder doel van de uitvinding is het verschaffen van een werkwijze en inrichting voor het inhibiteren van de vorming van gepolymeriseerde vinylaromatische verbindingen gedurende de destillatieve zuivering van vinylaromatische monomeer, waarbij de hoeveelheid afzettingen, die afgevoerd moeten worden, worden verminderd.

Een extra doel van de uitvinding is het verschaffen van een werkwijze en inrichting voor het zuiveren van een vinylaromatische monomeer, waarbij de vorming van ongewenste oplosbare en onoplosbare polymeerbijprodukten is verminderd.

Een verder doel van de uitvinding is het verschaffen van een werkwijze voor het destilleren van een vinylaromatische monomeer, waarbij vervuiling van de destillatiekolom wordt tegengegaan, alsmede een inrichting voor het destilleren van een vinylaromatische monomeer, die minder gevoelig is voor vervuiling.

Het is verder een doel van de uitvinding om een werkwijze en inrichting te verschaffen voor het produceren van nagenoeg zuivere vinylaromatische monomeer, welke economischer is dan de bekende methoden.

Deze en andere doeleinden van de uitvinding wordt bereikt door een werkwijze te verschaffen voor het inhibiteren van de vorming van gepolymeriseerde vinylaromatische verbindingen gedurende de destillatieve zuivering van vinylaromatische monomeren uit een ruwe voeding, die vinylaromatische monomeren bevat, gemengd met lager kokende en hoger kokende materialen, omvattende het destilleren van vinylaromatische monomeer uit ruwe voeding in een kolom, waarin ten minste één gebied, gekozen uit de groep bestaande uit valpijpen en de schotelbodems, is bekleed met een fluorkoolstofpolymeer.

8204795

De doeleinden van de uitvinding worden verder bereikt door het verschaffen van een inrichting voor het inhibiteren van de vorming van gepolymeriseerde vinylaromatische verbindingen gedurende de destillatieve
5 zuivering van vinylaromatische monomeer uit een ruwe voeding, welke vinylaromatische monomeer bevat, gemengd met lager kokende en hoger kokende materialen, waarbij deze inrichting een destilleerkolom bevat, waarin ten minste één gebied, gekozen uit de groep bestaande uit
10 de valpijpen en de schotelbodems, bekleed is met een fluorkoolstofpolymeer.

De uitvinding bereikt de hierboven gegeven doeleinden door het bekleden van de geschikte metaaloppervlakken in het inwendige van de destilleerkolom met
15 fluorkoolstofpolymeer. De beklede oppervlakken verschaffen een niet-bevochtigend oppervlak, en daardoor kunnen de vloeibare condensaatdruppeltjes niet aanhechtend aan de oppervlakken, maar raken zij snel los van het oppervlak als gevolg van zwaartekrachten. Ten gevolge van de resul-
20 terende korte verblijfstijd van de vloeibare monomeer aan het beklede oppervlak, zal er geen aanzienlijke polymerisatie optreden.

De uitvinding zal thans nader worden toegelicht onder verwijzing naar de tekening. In de tekening
25 toont:

fig. 1 een schematische weergave van een destilleersysteem voor het zuiveren van een ruwe vinylaromatische monomeer;

fig. 2 een bovenaanzicht van een geperforeerde
30 schotel, die kenmerkend gebruikt wordt in een destilleerkolom voor het zuiveren van vinylaromatische monomeer, en

fig. 3 een schematisch aanzicht in doorsnee van een gedeelte van een destilleerkolom voor het zuiveren van vinylaromatische monomeer.

35 In de tekening toont fig. 1 schematisch een destilleersysteem voor het zuiveren van ruwe vinylaromatische monomeer. Het getoonde systeem zal beschreven worden in samenhang met de destillatie van vinyltolueen, maar het zal duidelijk zijn, dat het destilleersysteem
40 en de uitvinding ook bruikbaar zijn voor het zuiveren

van andere vinylaromatische monomeren zoals styreen, α -methylstyreen, divinylbenzeen, en dergelijke. Het wordt geacht te vallen binnen het kader van de techniek om de operationele parameters, waar noodzakelijk, bij te stellen teneinde het systeem geschikt te maken voor andere vinylaromatische monomeren.

Een ruwe vinyltolueenvoeding, gewonnen uit de dehydrogenering van ethyltolueen, wordt gecondenseerd en ingevoerd via leiding 2 in het middengedeelte van een recyclerende destilleerkolom 4. De recycleringskolom 4 is een gebruikelijke veel-schotelsdestilleerkolom, die geschikte damp/vloeistofcontactinrichtingen bevat zoals bellenkapschotels, geperforeerde schotels, klepschotels, enz. Bij voorkeur is de destilleerkolom van het type met parallelle destillatiebaan. Kenmerkend kan het aantal schotels in de recycleringskolom 4, variëren tussen 40 en 100. Bij voorkeur zijn ten minste 72 schotels aangebracht in de recycleringskolom teneinde de juiste scheiding van de bestanddelen van het ruwe vinyltolueenvoedingsmengsel te vergemakkelijken.

De recycleringskolom wordt kenmerkend bedreven bij temperaturen, gelegen tussen ongeveer 65 en ongeveer 138°C, en bij absolute drukken, lopende van ongeveer 1317 Pa tot ongeveer 26338 Pa. Bij voorkeur liggen de destillatietemperaturen in de recycleringskolom tussen ongeveer 90 en ongeveer 115°C, en wordt de druk gehouden tussen ongeveer 2532 Pa en ongeveer 4052 Pa in het topprodukt. Een herverdamer 6 is geassocieerd met de destilleerkolom 4 teneinde de warmte te verschaffen nodig voor het handhaven van destilleercondities in de kolom. De herverdampingstemperaturen worden gehouden tussen ongeveer 52 en ongeveer 121°C door het regelen van de herverdampersdruk tussen ongeveer 4052 Pa en ongeveer 53690 Pa.

Een recycleringstopproduktfractie, die in hoofdzaak bestaat uit een mengsel van lager kokende alkylaromatische verbindingen zoals ethyltolueen, xyleen en tolueen, wordt afgenomen van de top van de recycleringskolom 4 via leiding 8.

De fractie van de recycleringsbodems, welke

8204795

in hoofdzaak bestaat uit vinyltolueen gemengd met hoger kokende materialen zoals vinyltolueenoligomeren, wordt weggenomen van de bodem van de recycleringskolom 4 via leiding 10.

5 De recycleringstopproduktfractie wordt ingevoerd in een alkylbenzeenkolom 26. De alkylbenzeenkolom-bodemfractie, die in hoofdzaak bestaat uit de vinyltolueen-precursor ethyltolueen, wordt weggenomen van de bodem van de alkylbenzeenkolom 26 via leiding 32, gedehydrogeneerd voor het voortbrengen van verder vinyltolueen, en opnieuw ingevoerd in de recycleringskolom 4.

10 De recycleringsbodemfractie wordt ingevoerd in de einddestilleerkolom 12, waar zij verdere zuivering ondergaat door het verwijderen van hoogkokende teerachtige residu voor het voortbrengen van nagenoeg zuivere vinyltolueen, welke de einddestilleerkolom 12 verlaat via leiding 24.

De valpijpen en schotelbodems en andere gebieden in het inwendige van de destilleerkolom, die zijn blootgesteld aan hoge concentraties van dampcondensaat en lage dampsnelheden, kunnen worden bedekt met een fluorkoolstofpolymeerbekleding. Bruikbare fluorkoolstofpolymeren omvat polytetrafluoretheen (PTFE), polyvinylideenfluoride (PVDF), polymeren van chloortrifluoretheen, bijv. polychloortrifluoretheen (PCTFE), gefluoreerde etheen-propeenpolymeren, bijv. tetrafluoretheenperfluorpropeen (FER), perfluoralkoxycopolymeer (PFA) en hexafluorpropeen (HFP). Deze groep is bedoeld bij wijze van voorbeeld, aangezien elke verbinding van de groep der fluorkoolstofpolymeren welke een niet-bevochtigend oppervlak geeft, kan worden gebruikt.

Gebruikelijke hoeveelheden polymerisatie-inhibitoren, zoals de bekende genitreerde fenolverbindingen, kunnen worden ingevoerd vanuit de inhibitorbron 34 via leiding 36 in de ruwe vinyltolueenvoeding in leiding 2 of vanaf de inhibitorbron 38 via leiding 40 in de recycleringskolom 4, of op enige andere gewenste wijze.

De fig. 2 en 3 tonen het schotel en valpijp arrangement. Deze figuren tonen de toepassing van geperforeerde schotels; de onderhavige uitvinding is

8204795

evenwel toepasbaar op alle soorten schotels, gebruikt voor destillatiedoeleinden.

Fig. 2 geeft een bovenaanzicht, waarin een gebruikelijke geperforeerde schotel getoond is, algemeen aangegeven als 52, met een valpijp 58 en een valpijpbodem 70. De valpijp 58 is gelegen aan de omtreksrand van de schotel 52. Het valpijpbodemgebied 70 aangrenzend aan de valpijp, is gesloten en doet dienst als opvangmiddel voor de vloeistof van de valpijp van de daarboven gelegen schotel, zoals in meer detail hieronder zal worden beschreven. Het materiaal opvangende schoteloppervlak 62 vangt de gecondenseerde monomeer op van de valpijpbodem 70 en verdeelt de monomeer op het aangrenzende schoteloppervlak, in het onderhavige geval het schoteloppervlak 52.

Fig. 3 is een gedeeltelijk schematisch aanzicht in doorsnede van de recycleringskolom 4, waarbij een gedeelte getoond is van de kolomwand 50 en drie opeenvolgende destilleerschotels 52, 54 en 56. Een valpijp 58 en een valpijpbodemgebied 70 zijn voorzien van polytetrafluoretheenoppervlaktebekledingen 57 en 59. De schotelbodems 60 hebben een polytetrafluoretheenbekleding 61. De dikte van de polytetrafluoretheenbekledingen 57, 59 en 61 is niet kritisch, mits zij maar dik genoeg is om voldoende slijtbestendig te zijn, teneinde dienst te kunnen doen gedurende een lange tijdsperiode.

Gedurende destillatie in de kolom stijgen vinyltolueendampen 63 van schotel 54 door de kolom naar schotel 56. Dampen, die in contact komen met de koele onderzijde van de schotelbodems 60, condenseren, waarbij zich druppeltjes vormen op de schotelbodems. De druppeltjes vallen van de schotelbodem 60 op de schotel 54, en een gedeelte van de resulterende vloeibare monomeer op schotel 54 wordt getransporteerd via het schoteloppervlak en in de valpijp 58 naar het valpijpbodemgebied 70. Tijdens het vloeien van het schotelgebied 70 wordt de vloeibare monomeer gestopt door het opvangoppervlak 62 van de vaste schotel, van waar het voortgaat in een dwarsstroomrichting over het schoteloppervlak 52. Deze vloeistof wordt dan weer in contact gebracht met op-

stijgende damp 63 en de cyclus gaat voort naar de volgende daaronder gelegen schotel.

Wanneer zich druppels vormen in het valpijp-
bodengebied 70 en op de schotelbodems 60, vertonen deze
5 de neiging om te collecteren met als gevolg polymerisatie.
Chemische inhibitoren, toegevoegd aan de vinyltolueen-
voeding of aan de destilleerkolom, zijn niet geheel
effektief voor het voorkomen van polymerisatie van
dergelijke druppels. Vloeibare-fase-inhibitoren worden
10 niet meegevoerd met de vloeibare monomeer als deze
verdampt, zodat de condensaatdruppels, gevormd van
dergelijke dampen, niets van deze polymerisatie-inhibitoren
bevatten. Dampfase-inhibitoren kunnen niet effectief zijn
als gevolg van een te weinig mengen ten gevolge van de
15 lage dampsnelheid.

De aanwezigheid van het polytetrafluoretheen
op de valpijpen en/of schotelbodems zorgt voor een
oppervlak, waaraan de vloeibare monomeer niet kan hechten
en polymeriseren. De vloeistof zal dan zonder polymerisatie
20 vallen als gevolg van zijn eigen gewicht. Bekledingen
van fluorkoolstoffen zoals polytetrafluoretheen zorgen
voor een effectieve werking bij temperaturen tot ongeveer
200°C zonder een ernstige degradatie te ondergaan.
Enige geringe absorptie door de polytetrafluoretheen-
25 bekleding is fysisch en kan worden verwijderd, waardoor
de bekleding in zijn oorspronkelijke toestand wordt
teruggebracht.

Vanzelfsprekend kunnen behalve de valpijpen
en de schotelbodems ook andere gebieden in het inwendige
30 van de destilleerkolom, waar vloeistof ertoe neigt te
condenseren en concentreren, en waar lage dampsnelheden
bestaan, worden voorzien van fluorkoolstofpolymeerlagen
volgens de uitvinding.

Hoewel de tekening de voorziening illustreert
35 van een polytetrafluoretheenlaag in de recycleringskolom
voor het in contact komen met vinyl-aromatische monomeer
gedurende de destillatie ervan, zal het evenwel duide-
lijk zijn, dat polytetrafluoretheenbekledingen of
lagen eveneens kunnen worden aangebracht op geschikte
40 plaatsen in de eindkolom of in zowel de recycleer- en

eindkolom.

De polytetrafluoretheenbekleding, die in contact is met het vinyltolueen gedurende de destillatie, inhibiteert aldus de accumulatie van ongewenste polymeer in het destilleerapparaat en verhoogt de opbrengst van de monomeer. De destilleerreeks kan, als gevolg daarvan gedurende langere perioden werken, alvorens te worden stopgezet voor noodzakelijk reinigen. Daardoor is de produktie van monomeer economischer gemaakt.

Indien er polymerisatie optreedt, is de verwijdering van de geaccumuleerde polymeer relatief gemakkelijk, aangezien de vinylaromatische polymeer niet hecht aan het fluorkoolstofpolymeeroppervlak, zoals dit gebeurt bij een metaaloppervlak.

De doelmatigheid van de uitvinding wordt thans nader toegelicht aan de hand van twee proeven en een voorbeeld.

Proef 1

Men plaatste een polytetrafluoretheencoupon in een beker, die ongeveer 2,5 cm afgewerkte vinyltolueen bevatte, en verhitte de beker met zijn inhoud op ongeveer 120°C gedurende 4 uren, teneinde het vinyltolueen te polymeriseren. Na afkoelen werd de beker gebroken en de polytetrafluoretheencoupon geheel gescheiden van de polymeermassa, waarbij geen agglomeraten bleken te zijn gehecht aan het oppervlak van de coupon.

Proef 2

Men plaatste een polytetrafluoretheencoupon en een vlakke staalcoupon in een beker, die ongeveer 2,5 cm afgewerkte vinyltolueen bevatte. Men verhitte het monster vervolgens op ongeveer 120°C gedurende drie uur, teneinde het vinyltolueen te polymeriseren. Na afkoelen werd de beker gebroken en de coupons verwijderd. Evenals in proef 1 was de polytetrafluoretheencoupon volledig te scheiden van de polymeermassa; de polymeermassa was evenwel gehecht aan de metaalcoupon en was daarvan slechts met aanzienlijke inspanning te verwijderen.

VOORBEELD

De valpijp en de bodem van de 13de schotel vanaf de bodem van een 72 schotels-recycleerkolom in een

8204795

vinyltolueendestilleerapparaat werden bekleed met een laag van polytetrafluoretheen. Dit was tevoren een gebied geweest van aanzienlijke polymeervorming gedurende normaal bedrijf. De staaloppervlakken van de overige schotels en valpijpen werden niet voorzien van enige bekleding. De recycleerkolom werd vervolgens in bedrijf gezet bij de destillatie van ruw vinyltolueen. De temperatuur in de top van de kolom werd gehouden op 65°C en de temperatuur in de bodem van de kolom op 110°C. De druk in de top van de kolom was 1600 Pa, terwijl de bodemkolom werd bedreven op een druk van 14630 Pa.

Het hiervoor gegeven beschrijving en het voorbeeld zijn uitsluitend gegeven met het oog op toelichting en niet bedoeld als beperking van de uitvinding. Modificaties van de beschreven uitvoeringen, gelegen binnen de geest en het kader van de uitvinding zullen de vakman aan de hand van het bovenstaande duidelijk zijn.

- conclusies -

- C o n c l u s i e s -

-
1. Werkwijze voor het inhibiteren van de vorming van gepolymeriseerde vinylaromatische verbindingen gedurende de destillatieve zuivering van vinylaromatische monomeer van een ruwe voeding, die vinylaromatische monomeer bevat,
5 gemengd met lager kokende en hoger kokende materialen, met h e t k e n m e r k, dat de werkwijze omvat het destilleren van de vinylaromatische monomeer van de ruwe voeding in een kolom, waarin ten minste één gebied, gekozen uit de groep, bestaande uit de afvalpijp en schotelbodems,
10 is bekleed met een fluorkoolstofpolymeer.
 2. Werkwijze volgens conclusie 1, m e t h e t k e n m e r k, dat de destillatie wordt uitgevoerd in een multikolomdestillatiereeks, omvattende een recycleer-kolom voor het scheiden van lager kokende materialen van
15 vinylaromatische monomeer en hoger kokende materialen.
 3. Werkwijze volgens conclusie 1 of 2, m e t h e t k e n m e r k, dat de destillatie wordt uitgevoerd bij sub-atmosferische druk.
 4. Werkwijze volgens één der conclusies 1 - 3,
20 m e t h e t k e n m e r k, dat de destillatie wordt uitgevoerd bij een temperatuur van ongeveer 65°C tot ongeveer 138°C, bij voorkeur ongeveer 90°C tot 115°C en een absolute druk van ongeveer 1317 Pa tot ongeveer 26228 Pa.
 - 25 5. Werkwijze volgens één der conclusies 1 - 4, m e t h e t k e n m e r k, dat de destillatie plaatsvindt in aanwezigheid van een effectieve hoeveelheid polymerisatie-inhibitor.
 6. Werkwijze volgens één der conclusies 1 - 5,
30 m e t h e t k e n m e r k, dat de fluorkoolstofpolymeer is aangebracht op gebieden, omvattende de schotelbodems en/of valpijpen.

7. Werkwijze volgens één der conclusies 1 - 5,
m e t h e t k e n m e r k, dat de fluorkoolstofpolymeer
polytetrafluoretheen is.
8. Werkwijze volgens één der conclusies 1 - 7,
5 m e t h e t k e n m e r k, dat de vinylaromatische
monomeer gekozen is uit de groep, bestaande uit styreen,
vinyltolueen, α -alkylstyreen, en divinylbenzeen.
9. Werkwijze volgens één der conclusies 1 - 8,
m e t h e t k e n m e r k, dat de vinylaromatische
10 monomeer vinyltolueen of styreen is.
10. Inrichting voor het inhibiteren van de
vorming van gepolymeriseerde vinylaromatische verbindingen
gedurende destillatieve zuivering van vinylaromatische
monomeer van een ruwe voeding, bevattende vinylaromatische
15 monomeer gemengd met lager kokende en hoger kokende
materialen, m e t h e t k e n m e r k, dat de inrichting
een destilleerkolom omvat, waarin ten minste één gebied,
gekozen uit de groep, bestaande uit de valpijpen en schotel-
bodems, is bekleed met een fluorkoolstofpolymeer.
- 20 11. Inrichting volgens conclusie 10, m e t h e t
k e n m e r k, dat deze een multikolomdestillatiereeks
heeft, omvattende een recycleerkolom voor het scheiden
van lager kokende materialen van vinylaromatische monomeer
en hoger kokende materialen.
- 25 12. Inrichting volgens conclusie 10 of 11, m e t
h e t k e n m e r k, dat deze verder middelen heeft voor
het houden van de destilleerkolom op sub-atmosferische
druk.
13. Inrichting volgens één der conclusies 10 - 12,
30 m e t h e t k e n m e r k, dat deze verder middelen
heeft voor het invoeren van een polymerisatie-inhibitor
in de inrichting.
14. Inrichting volgens één der conclusies 10 - 13,

8204795

m e t h e t k e n m e r k, dat de valpijpen en/of schotel-
bodems in de destilleerkolom bekleed zijn met de fluor-
koolstofpolymeer.

15. Inrichting volgens één der conclusies 10 - 14,
5 m e t h e t k e n m e r k, dat de fluorkoolstofpolymeer
polytetrafluoretheen is.

I.

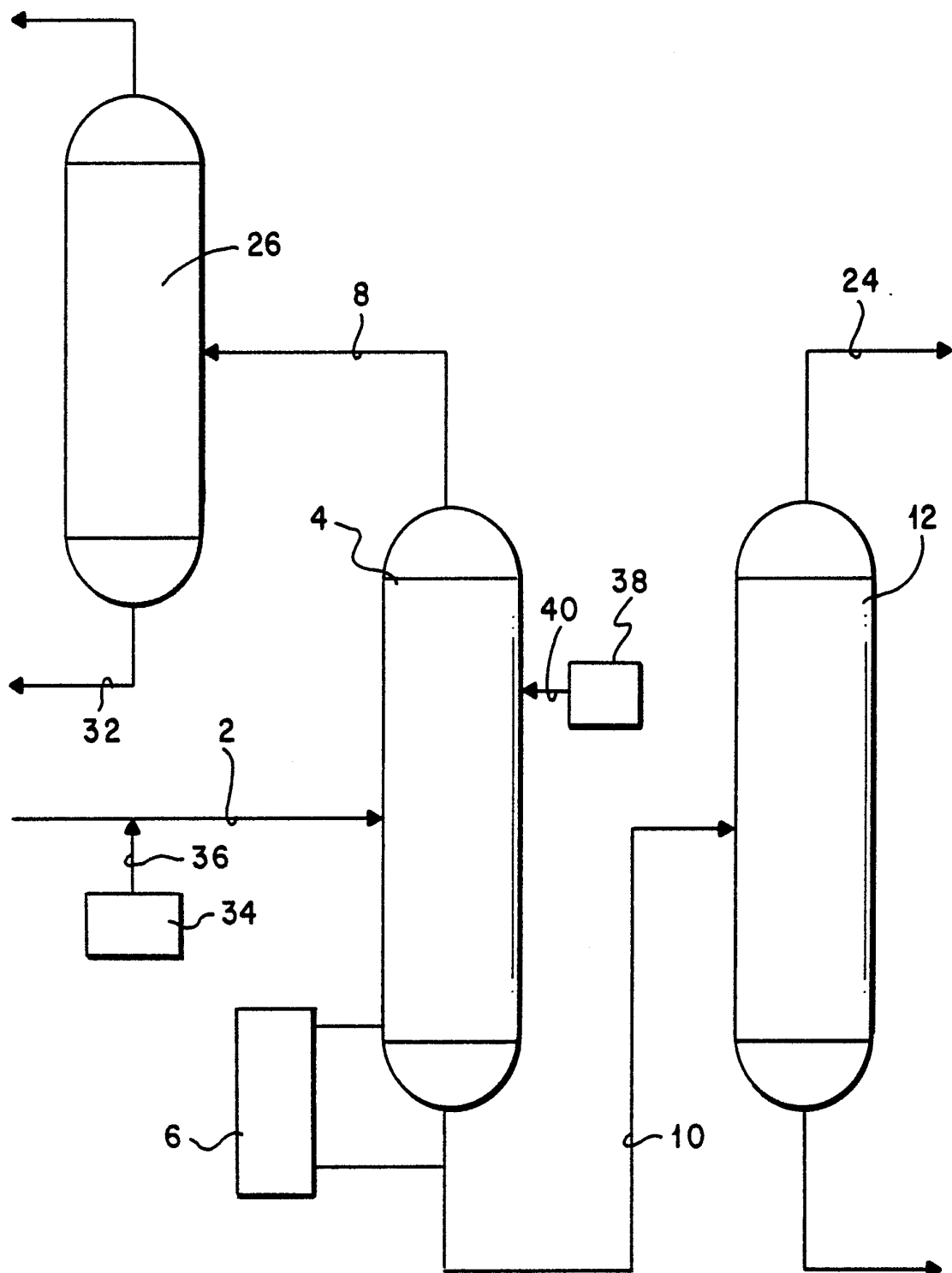


FIG. 1

COSDEN TECHNOLOGY INC., WILMINGTON, Delaware, Ver. St. v. Amerika

8204795

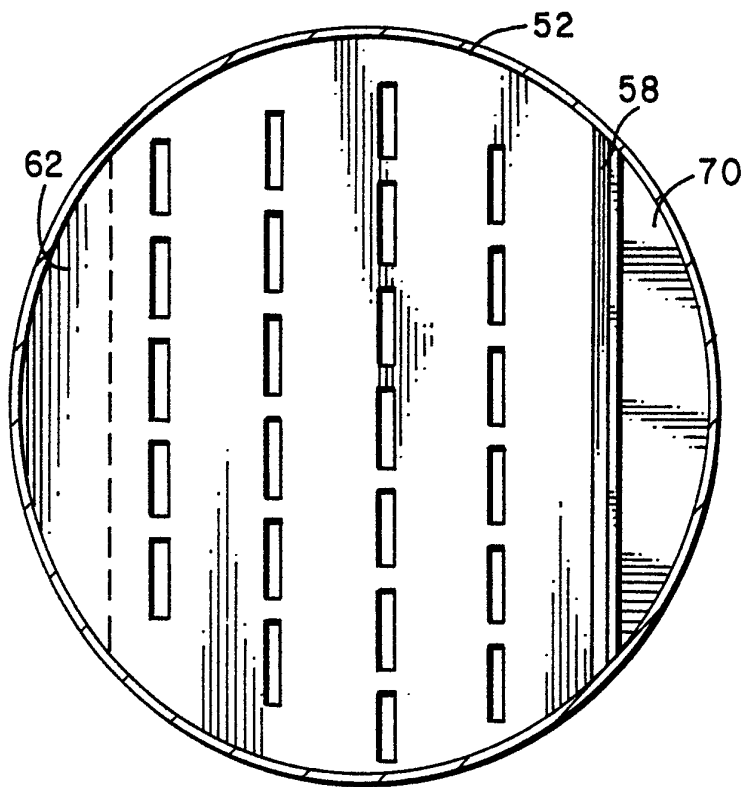


FIG. 2

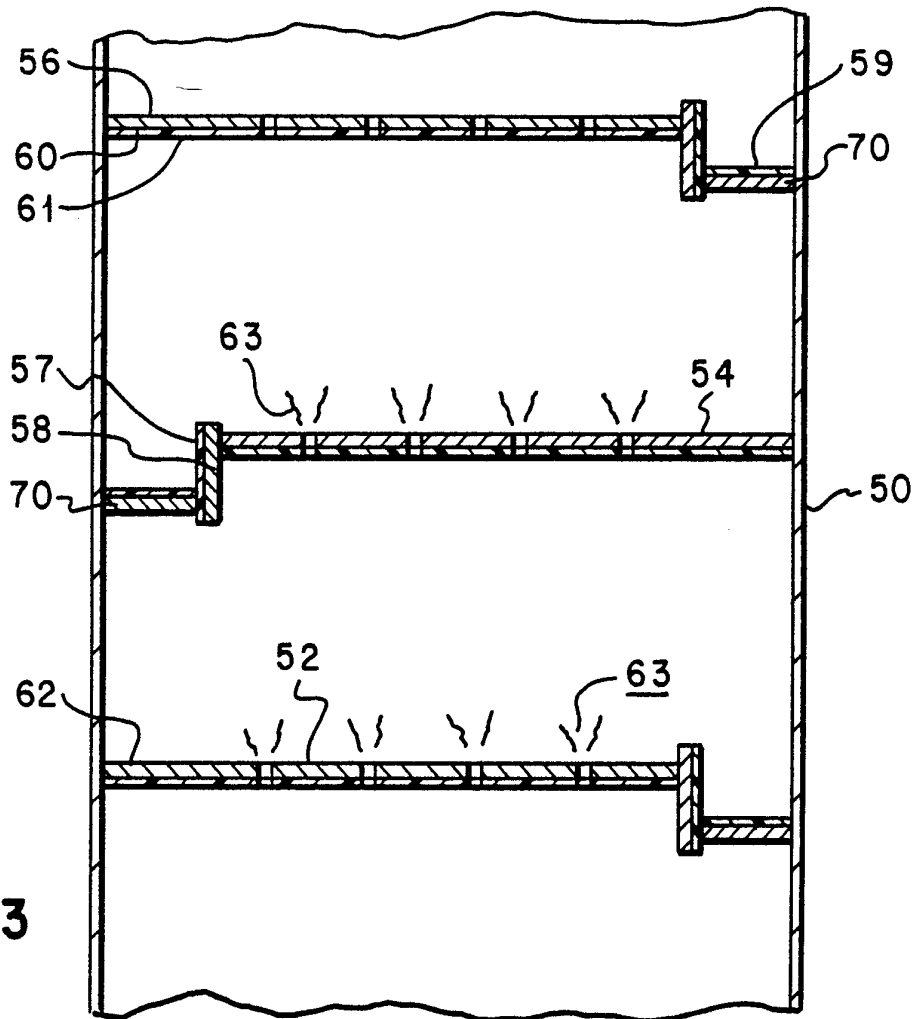


FIG. 3

8204795