



⑫ A **Terinzagelegging** ⑪ **8503076**

Nederland

⑲ NL

⑤4 **Werkwijze voor het in een stap vervaardigen van vinylpolymeren en reactievat voor het uitvoeren van de werkwijze.**

⑤1 Int.Cl⁴.: C08F 2/02, C08F 114/06, B01F 7/30.

⑦1 Aanvrager: Ceskoslovenska Akademie Ved te Praag, Tsjechoslowakije.

⑦4 Gem.: Ir. G.F. van der Beek c.s.
NEDERLANDSCH OCTROOIBUREAU
Joh. de Wittlaan 15
2517 JR 's-Gravenhage.

②1 Aanvraag Nr. 8503076.

②2 Ingediend 8 november 1985.

③2 Voorrang vanaf 10 november 1984.

③3 Land van voorrang: Tsjechoslowakije (CS).

③1 Nummer van de voorrangsaanvraag: 8572/84 .

⑥2 - -

④3 Ter inzage gelegd 2 juni 1986.

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

Werkwijze voor het in een stap vervaardigen van vinylpolymeren en reactievat voor het uitvoeren van de werkwijze.

De uitvinding heeft betrekking op een werkwijze voor het in een
5 stap vervaardigen van vinylpolymeren door een heterogene polymerisatie van grote hoeveelheden monomeren in, onder invloed van organo-metaalkatalysatoren; verder verschaft de uitvinding een oplossing voor het probleem van het bereiken van een hoge conversiegraad bij polymerisatie. Tegelijkertijd heeft de uitvinding betrekking op een uitvoering van het
10 reactievat voor het uitvoeren van de genoemde polymerisatiemerkwijze.

In het Tsjechische octrooi nr. 150.853 wordt de werkwijze voor het vervaardigen van een thermisch stabiel poly(vinylchloride), door middel van heterogene polymerisatie van een grote hoeveelheid monomeer onder invloed van een organometaal-katalysator beschreven, waarbij het ge-
15 bruikte reactievat voorzien is van een verhoudingsgewijze eenvoudige roerinrichting, bijvoorbeeld een bladvormig roerorgaan, of een hoefijzervormig roerorgaan en dergelijke. Een nadeel van de werkwijze volgens de vroegere uitvinding ligt in het feit dat ofwel een hogere conversie en verhoudingsgewijze lage moleculaire massa, of daarentegen,
20 een hogere moleculaire massa en een verhoudingsgewijze lage conversiegraad worden bereikt. Dit treedt duidelijk naar voren in grensgevallen, die vervat zijn in de voorbeelden 1 en 6 van het Tsjechische octrooi nr. 150.858, waar een conversie van 17,3% en een moleculaire massa van 62.000 en, respectievelijk, een conversie van 2,3% en moleculaire massa
25 van 134.000 werden bereikt.

Het hierboven genoemde nadeel wordt verminderd door een werkwijze volgens de onderhavige uitvinding, waarbij een vinylmonomeer in een verticaal reactievat gebracht wordt, dat voorzien is van planetaire roerinrichtingen die buiten de as van het reactievat geplaatst zijn, en
30 dat vervolgens, tijdens het roeren, een organo-metaalkatalysator ingebracht wordt in aparte doseringen van 10^{-5} tot 10^{-3} mol, tot een uiteindelijke hoeveelheid van 5×10^{-4} tot 5×10^{-2} mol katalysator per mol monomeer bereikt is, en de hoeveelheid gemengd wordt waarbij de gevormde compacte massa gesneden wordt door de planetaire
35 roerinrichtingen en uiteenvalt, en het polymeer tegelijkertijd van het inwendig oppervlak van het reactievat afgeveegd wordt door veegbladen. De lading krijgt geleidelijk een poedervorm zoals volkoren, en het uiteindelijke produkt wordt afgevoerd uit het reactievat teneinde verder verwerkt te worden.

40 De uitvinding heeft ook betrekking op een verticaal reactievat

voor het uitvoeren van de werkwijze volgens de uitvinding, waarbij het genoemde reactievat voorzien is van een combinatie van een planetaire roeruitrusting en een veeguitrusting. De planetaire roeruitrusting bestaat uit ten minste twee planetaire roerinrichtingen, die elk gevormd worden door platte, uit twee bladen bestaande roerorganen die symmetrisch ten opzichte van elkaar zijn. De langsas van de roerorganen loopt door een draaias van de roerinrichting, en deze sluiten ten opzichte van een vlak loodrecht op deze as een hoek van $\pm\beta$ die 15 tot 20° bedraagt. De roerorganen worden rond hun assen gedraaid naar een vlak loodrecht op de draaias van de roerinrichting over een hoek $\pm\alpha$ die 25 tot 35° bedraagt. De roerorganen van de roerinrichtingen overlappen elkaar in het gebied van 15 tot 20% van een fictief cilindrisch oppervlak dat beschreven wordt door een weg van de aan de uiteinden gelegen punten van de roerorganen. De assen van de roerinrichtingen zijn in een aandrijfinrichting gemonteerd die ook de veeguitrusting draagt, die gevormd door ten minste twee veegbladen.

Door de werkwijze volgens de uitvinding en met de gecombineerde planetaire uitrusting en veeguitrusting volgens de uitvinding worden intensieve roereffecten en werveleffecten bereikt, welke het samenklonteren van het polymeer verhinderen aangezien de gevormde kaasachtige klompen reeds bij het begin vernietigd worden waardoor een klonterig of poederig produkt ontstaat. Er wordt een zeer goede dispergering van de katalysator verkregen en diensgevolge wordt een groot aantal centra gevormd, waar de reactie op gang gebracht wordt door een intense turbulentie in het gehele volume van het reactiemengsel, zelfs bij een lage draaisnelheid. De vereiste homogeniteit van chemische en fysische toestanden wordt in het hele reactievolume gehandhaafd. Dit leidt tot een hogere conversiegraad van monomeer naar polymeer en tegelijkertijd wordt een polymeer met een hogere moleculaire massa en grotere thermische stabiliteit verkregen. Het kleven van de polymeerdeeltjes aan de inwendige wand van het reactievat wordt ook onderdrukt, en het neerslaan daarvan op de roerinrichtingen en de veegbladen wordt verminderd. De veegbladen dragen ook bij tot een snellere overdracht van warmte tussen een thermostatisch medium en het reactiemengsel, door het verwijderen van de neerslag van de inwendige wand van het reactievat, waardoor het rendement van de uitrusting wordt verbeterd.

Het effect van de werkwijze volgens de uitvinding wordt verder toegelicht aan de hand van voorbeelden van de werking, welke echter de omvang van de uitvinding op geen enkele manier beperken.

Voorbeeld 1

Het reactievat, afgebeeld in fig. 1, werd geladen met 14,5 kg vinylchloride en door middel van een thermostaat op een temperatuur gebracht van 0°C tot 5°C, welke temperatuur gehandhaafd bleef gedurende de gehele tijd dat polymerisatie optrad. Vervolgens werd tert.butyllithium, opgelost in zuiver heptaan, stapsgewijze in 6 porties toegevoegd als katalysator in het reactievat gedurende 19 uren, waarbij tegelijkertijd gemengd werd, tot de totale concentratie van 2×10^{-3} mol per mol vinylchloride bereikt was. De opbrengst was 3,4 kg polymeer, d.w.z. dat de conversie 23,5% bedroeg. Het polymeer bezat een moleculaire massa $M_n=148.000$.

Voorbeeld 2

Het in fig. 1 afgebeelde reactievat werd geladen met 10,5 kg vinylchloride en de reactietemperatuur werd tussen 0 en 5°C gehouden. De katalysator - een pentaanoplossing van tert.butyllithium - werd gedurende 20 uren toegevoegd tot de totale concentratie 3×10^{-3} mol per mol vinylchloride was bereikt. De opbrengst was 3,2 kg poly(vinylchloride), d.w.z. dat de conversie 30,5% bedroeg. Het polymeer bezat een moleculaire massa $M_n=155.000$.

Fig. 1 toont het inwendige van het reactievat, met de twee-bladige roerorganen van de planetaire roerinrichtingen en de vegers van de bodem van het reactievat in doorsnede.

Fig. 2 toont een dwarsdoorsnede van het inwendige van het reactievat volgens vlak A-A'.

Fig. 3 toont een twee-bladig roerorgaan in de draairichting.

Fig. 4 toont een dwarsdoorsnede van het dubbele blad van het roerorgaan in het vlak B-B'.

Fig. 5 toont een zijaanzicht van het tweebladige roerorgaan.

De samenstelling van de gecombineerde planetaire roeruitrusting en de veeguitrusting wordt in het verticale reactievat 1 geplaatst, waarvan de inwendige wand in fig. 1 gestreept getekend is. In het betreffende geval bestaat de planetaire roeruitrusting uit twee planetaire roerinrichtingen 2, die draaibaar gemonteerd zijn in een aandrijfinrichting 5 en die draaiend aangedreven worden met een tandwielsysteem. Twee veegbladen 6 zijn bevestigd aan de zijkant van de aandrijfinrichting 5, en de vegers 7 draaien rond de verticale as van het reactievat 1, zoals duidelijk is uit fig. 2. Details van het ontwerp van de planetaire roerinrichting zijn afgebeeld in fig. 2 t/m 5, waarbij het punt S op de verticale as 0 het symmetriecentrum voorstelt van het twee-bladige roerorgaan 3. In de tekeningen is de hoek α 25° en de hoek β 15°. De

twee-bladige roerorganen 3 van de planetaire roerinrichting 2 zijn boven elkaar geplaatst en de aangrenzende stellen van de twee-bladige roerorganen 3 zijn symmetrisch aangebracht in een vlak door hun symmetriecentra S loodrecht op de as van de spil 4 van de planetaire roerinrichting 2, d.w.z. dat zij naar elkaar toe of van elkaar af hellen. Het zijaanzicht van het twee-bladige roerorgaan 3 toont duidelijk de verplaatsing van de aparte bladen naar het vlak loodrecht ten opzichte van de as van de spil 4. Het zichtbare blad wordt over de hoek $\alpha = -25^\circ$ gedraaid, en het onzichtbare blad wordt over een hoek $\alpha = +25^\circ$ gedraaid met betrekking tot het genoemde vlak.

De werkwijze en het reactievat volgens de onderhavige uitvinding dienen voor het polymeriseren van vinylmonomeren, doch bovenal voor het vervaardigen van een thermisch stabiel poly(vinylchloride).

Conclusies

1. Werkwijze voor het in een stap vervaardigen van vinylpolymeren door middel van heterogene polymerisatie in grote hoeveelheden onder invloed van een organo-metaalkatalysator tot een hoge mate van conversie bereikt is, in het bijzonder het vervaardigen van thermisch stabiel poly(vinylchloride), waarin een vinylmonomeer in een verticaal reactievat geladen wordt dat voorzien is van planetaire roerinrichtingen die buiten de as van het reactievat geplaatst zijn, waarbij een oplossing van een organo-metaalkatalysator terwijl geroerd wordt ingebracht wordt, in aparte doses van 10^{-5} tot 10^{-3} mol tot de uiteindelijke hoeveelheid van 5×10^{-4} tot 5×10^{-2} mol katalysator per mol monomeer, waarbij de lading wordt geroerd, de gevormde compacte massa gesneden wordt door middel van de planetaire roerinrichtingen en uiteenvalt en tegelijkertijd afgeveegd wordt van het oppervlak van een reactievat met de veegbladen totdat de lading een poederige vorm heeft gekregen, waarna het produkt wordt afgevoerd.

2. Reactievat voor het uitvoeren van de werkwijze volgens conclusie 1, waarbij het genoemde reactorvat (1) voorzien is van de combinatie van een planetaire roeruitrusting en een veeguitrusting, waarbij de genoemde planetaire roeruitrusting uit ten minste twee planetaire roerinrichtingen (2) bestaat die buiten de as van het reactievat geplaatst zijn en elk van deze planetaire roerinrichtingen (2) bestaan uit platte symmetrische twee-bladige roerorganen (3) bestaat, waarvan de langsas door de rotatie-as van de planetaire roerinrichting (2) loopt en een hoek $\pm\beta$, welke 15 tot 20° bedraagt, maken met een vlak loodrecht op de draaias, die rond hun langsas gedraaid worden naar het vlak loodrecht op de draaias van de planetaire roerinrichting (2) over een hoek $\pm\alpha$, die 25 tot 35° bedraagt, terwijl de twee-bladige roerorganen (3) van de planetaire roerinrichtingen (2) elkaar overlappen in het gebied van 15 tot 20% van de diameter van de fictieve cilindrische oppervlakken die beschreven worden door de weg van de aan de uiteinden gelegen punten van de twee-bladige roerorganen (3), en waarbij de assen (4) van de planetaire roerinrichtingen (2) in een aandrijfinrichting (5) bevestigd zijn welke ook de veeguitrusting draagt die gevormd wordt door ten minste twee veegbladen (6).

3. Reactievat volgens conclusie 2, waarbij de planetaire roerinrichtingen (2) in stellen in een reactievat (1) geplaatst zijn.

4. Reactievat volgens conclusie 2 en 3 waarbij de veegbladen vervaardigd zijn van poly(tetrafluoretheen).

5. Reactievat volgens conclusie 2 t/m 4, waarbij de aandrijfinrichting (5) ook een veger (7) draagt voor de bodem van het reactievat (1).

+++++++

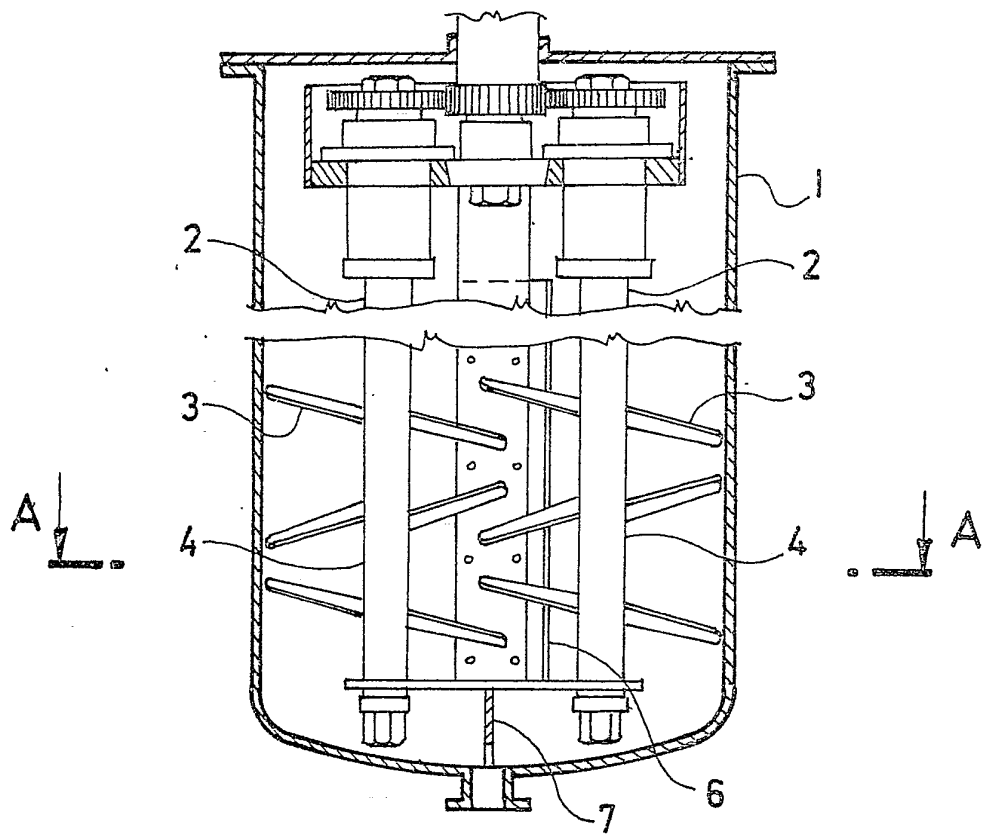


FIG. 1

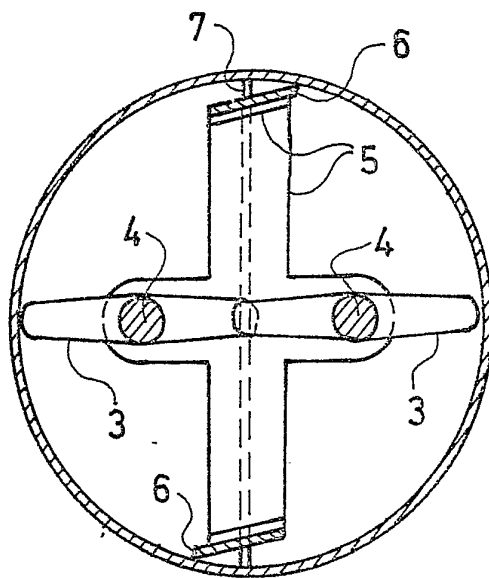


FIG. 2

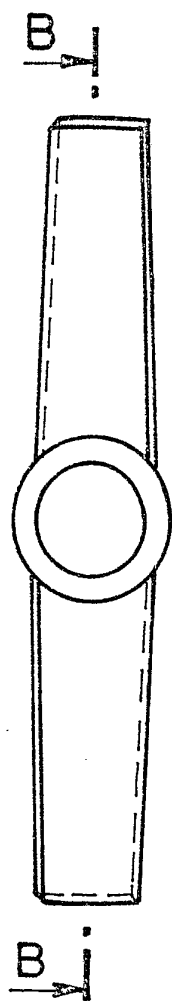


FIG. 3

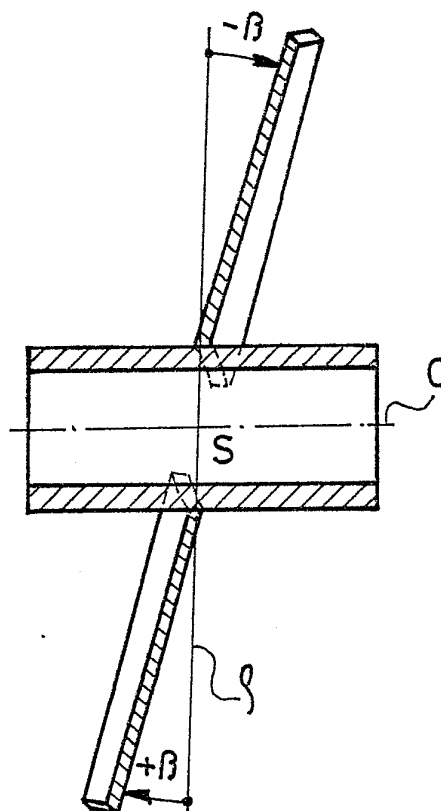


FIG. 4

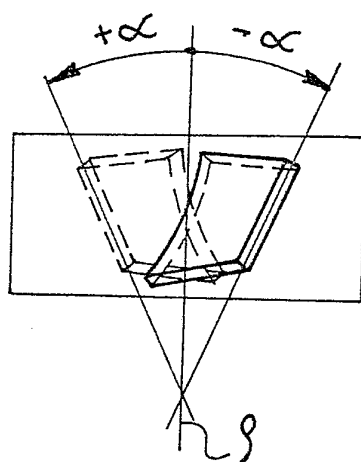


FIG. 5