

HUMBERTO RUBIO & CIA.

ABOGADOS

Cra. 7a # 74 – 64 Oficina 506
Tel: (571) 3132408 – 3132423 - 3132410 - 3131759
Fax: (571) 3131647 - 3132367
E-mail: mail@rubiolawyers.com
Apartado Aéreo 21848
Bogota, D.C. -Colombia

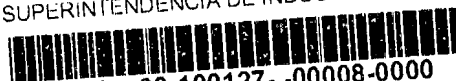
Doctor

José Luis SALAZAR LOPEZ

Jefe de la División de Nuevas Creaciones

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COM

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 08-100127 - 00008-0000

Fecha: 2012-08-28 14:02:36
Tra. 11 PATENTEIYII
Act. 523 RESPUESTA

Dep. 2020 DIR.NUEVASCR
Eve: 379 FASENACIONALII
Folios: 32

E. S. D.

RE. Expediente No.: 08-100127
Patente de Invención: "PROCESO CONTINUO PARA LA PRODUCCION DE COPOLIMEROS DE CLORURO DE VINILO"
PCT: PCT/EP2007/052612
Clasificación Int.: C 08 F 14/06, 2/08; C 08 K 5/14
Solicitante: AKZO NOBEL N.V.

CONTESTACION ACCION OFICIAL NO. 09081 NOTIFICADO POR FIJACION EN LISTA DE 1 DE JUNIO DE 2012.

Humberto RUBIO CAMACHO, mayor de edad, domiciliado en Bogotá, identificado con la Cédula de Ciudadanía No.17'192.062 de Bogotá, Abogado en Ejercicio, portador de la Tarjeta Profesional No. 50.007 expedida por el Consejo Superior de la Judicatura, actuando en carácter de apoderado de la Sociedad **AKZO NOBEL N.V.** domiciliada en Velperweg 76, 6824 BM, P.O. Box 9300, 6800 SB Arnhem, (Holanda), Países Bajos; conforme al poder que para todos los efectos relacionadas con la Propiedad Industrial me fue conferido por la citada compañía, debidamente reconocido por su Despacho; encontrándome dentro del término legal para dar contestación al auto proferido por su Despacho mediante Oficio No. 09081, notificado por Estado de 1 de junio de 2012, me permito:

I. Manifestar:

1.- En el informe pericial emitido sobre la presente invención, se han formulado las objeciones que a continuación resumimos:

a.- De las Reivindicaciones:

- Las frases "al menos" y "preferiblemente" en las reivindicaciones 1, 5, 6, 7, 8 y 9, utilizadas para definir varias características del proceso de polimerización deben

eliminarse, ya que hacen opcional la característica, no limitando el alcance de las reivindicaciones, por lo que no son claras.

- En la reivindicación 1 no es claro cuando la suspensión pasa a un segundo reactor, es decir cuál es la característica esencial en el proceso o el producto que determina la finalización del proceso en el reactor primer tanque de agitación continua. Más aún, a partir del capítulo reivindicatorio no se pueden establecer cuales son los procedimientos de iniciación y finalización del proceso continuo.

- Las reivindicaciones 1 y 2 hacen referencia a un resultado a obtener como es el nivel de conversión de cloruro de vinilo en el reactor de agitación continua de la etapa (a), por lo que las mismas incluyen no solo la solución del solicitante sino todas las soluciones presentes y futuras que lleguen a este resultado.

- La reivindicación 6 menciona: "un proceso de polimerización de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde al menos uno de los reactores de tanque de agitación continua está equipado con un condensador"; sin embargo el capítulo reivindicatorio solo hace mención a más de un reactor de agitación continua en la reivindicación 5.

- De la descripción se desprende que la temperatura de reacción en el primer RTAC, la velocidad de adición del iniciador rápido, el tipo de iniciador, la velocidad de remoción de la suspensión acuosa y tiempo de residencia de la suspensión en la serie de reactores son esenciales para la invención, puesto que forman parte de la solución del problema a resolver, pero estas características no se mencionan en las reivindicaciones. Por lo cual las reivindicaciones no definen la materia que se desea proteger y se sugiere incluir las mismas en las reivindicaciones.

- También se sugiere incluir las etapas de purga, desgasificado y/o secado en el proceso de la reivindicación 1.

b.- De la Descripción:

- La Oficina no encuentra claridad en lo que el solicitante se refiere cuando menciona: "Cuando se alcanzó nivel predefinido (65%), la válvula automática se abrió", y "cada vez que se alcanzó el nivel predefinido en el segundo reactor (65%)".

c. Análisis de los Requisitos de Patentabilidad:

- Los documentos relevantes del estado de la técnica citados en este análisis son los siguientes:

D1: US3004013

D2: ES2307011

Novedad:

- El examen de patentabilidad concluye que el proceso de polimerización de la reivindicación 1, ya era conocido el documento D1 del estado de la técnica de aquí que dicha reivindicación no es nueva.

- Las características de las reivindicaciones 3 y 4 también se divulgan previamente en D1, por lo tanto estas reivindicaciones tampoco son nuevas.

Nivel Inventivo:

- La reivindicación 5 consiste en un proceso de polimerización de acuerdo con cualquiera de las precedentes que emplea al menos 2 reactores de tanque de agitación continua conectados en serie, donde el proceso se lleva a cabo en forma continua y la suspensión acuosa resultante de la etapa a) se alimenta a través de al menos un reactor de tanque de agitación continua corriente abajo, y donde al menos se dosifica un iniciador con una vida media de 0.0001 a 0.5 horas a la temperatura de polimerización, ya sea a un reactor de tanque de agitación continua corriente abajo del primer reactor a al menos a uno de los reactores de tanque de agitación corriente abajo del primer reactor.

La combinación de los documentos D1 y D2 hace obvias las características reivindicadas en la reivindicación 5, ya que una persona versada en la materia incluiría un iniciador con un tiempo de vida media de 0.0001 a 0.5 del procedimiento de D2 en D1 para llegar al objeto de la reivindicación 1 de la presente solicitud.

2.- En contestación a las observaciones anteriores, manifestamos lo siguiente:

a. Sobre las reivindicaciones:

- Acompañamos a esta respuesta un nuevo capítulo reivindicatorio (1-9), en el cual todas las reivindicaciones se encuentran sustentadas en el contenido de la solicitud originalmente presentada.

- La característica técnica del nivel de conversión de 10-60% se ha remplazado por un valor de 10-40%, sobre la base se lo divulgado en la página 4, líneas 25-28 de la Descripción correspondiente a la solicitud internacional PCT/EP2007/052612.

- Claridad:

1. El Examinador ha objetado los términos "al menos" y "preferiblemente" por considerarlos poco claros. El término "preferiblemente" se ha eliminado del nuevo capítulo reivindicatorio que se adjunta. Sin embargo discrepamos respetuosamente de la objeción sobre falta de claridad con respecto al término "al menos".

Es muy claro, y se puede encontrar en cualquier diccionario de la lengua española, que el adverbio "al menos" significa "a lo menos", "como mínimo", "cuando menos", "lo menos", "por lo menos", "siquiera". Estas expresiones denotan que, a lo que se refiere cuando ellas se emplean, puede consistir de la cantidad de elementos que se establece luego de dichas expresiones, o una cantidad mayor a la referida.

En el caso de la presente invención, la reacción adicional en la etapa (b) de la reivindicación 1, se puede realizar en uno o más -o lo que es lo mismo, en al menos un- segundos reactores. Entendemos que no hay ningún término oscuro en esta redacción.

Además no se debe restringir el concepto inventivo a un solo valor como pide el examinador, pues el solicitante se perjudicaría en cuanto al alcance legal de su invención y por consiguiente a la posibilidad de hacer valer sus derechos de propiedad intelectual frente a terceros, y esto no justo.

2. Por otra parte el examinador considera que no está claro cuando la suspensión pasa al segundo reactor, y se pregunta cuando la reacción en el primer reactor finaliza. El examinador parece no comprender que la invención se trata de un proceso continuo, y que la etapa (a) se lleva a cabo en un reactor de tanque de agitación continua (referido en lo adelante como RTAC). Como se explica en la página de Wikipedia que se adjunta a esta respuesta, una corriente continua entra y sale del RTAC, lo que significa que hay un flujo continuo hacia el segundo reactor.

3. En cuanto a la tercera objeción de falta de claridad, no la comprendemos bien. ¿El examinador considera que no está claro cómo se establece este nivel de conversión? Como se mencionó anteriormente, la suspensión fluye continuamente dentro y fuera del RTAC. Así, el monómero de cloruro de vinilo (MCV) fresco, sin reaccionar, se añade continuamente a la suspensión en el RTAC y parte de esta suspensión se extrae continuamente a partir del RTAC. El resultado es que la suspensión presente en el RTAC contendrá un nivel constante de ambos, MCV sin reaccionar y MCV que ha reaccionado (= cloruro de polivinilo, CPV), o lo que es lo mismo, se mantendrá un nivel de conversión constante. Este nivel de conversión puede ser fácilmente determinado y fijado por una persona experta en el campo técnico.

Adicionalmente las reivindicaciones pertenecientes a la categoría de proceso, son reivindicaciones que definen una secuencia de pasos que completan una tarea o logran

un resultado. Ese resultado no enmarca el alcance de la reivindicación, sino la secuencia de pasos que debe seguirse para lograrlo, por lo tanto, la objeción del examinador de que dichas reivindicaciones incluyen no solo la solución propuesta por el solicitante sino todas las alternativas presentes y futuras que lleguen a este resultado es errada. Considérese que diferentes procesos pueden llegar al mismo resultado y no por ello dejan de ser patentables, siempre y cuando ellos defieran en sus características técnicas (en el caso de las reivindicaciones de proceso, en los pasos o etapas que se siguen para lograr el resultado) y esa diferencia no sea obvia a partir del estado de la técnica.

4. En cuanto a la objeción con respecto al número de reactores de agitación continua que se refieren en las reivindicaciones 5 y 6, aclaramos que al aparecer no existe una correcta interpretación de ambas reivindicaciones por parte del examinador. La cantidad de reactores que se menciona en la reivindicación 5, es con referencia a los reactores de tanques de agitación continua que se conectan en serie (al menos dos), en tanto que la reivindicación 6 se refiere a los reactores que están equipados con un condensador (al menos uno).

5. El examinador exige que todos los parámetros que se incluyen en la descripción y que se relacionan con el proceso de la invención sean también incluidos en las reivindicaciones. Discrepamos de esta objeción, ya que los parámetros esenciales para que la invención se lleve a cabo, y que la hacen distintiva y superior con respecto al estado de la técnica, ya se encuentran establecidos en las reivindicaciones. Incluir parámetros adicionales en las mismas restringiría innecesariamente su alcance y por tanto perjudicaría al solicitante. La superioridad propuesta por la invención se puede obtener a diversas temperaturas, usando diferentes iniciadores, tiempos de residencia, etc., siempre y cuando las características esenciales de la reivindicación 1 se cumplan.

b.- De la Descripción:

En cuanto al pasaje de la Descripción mencionado en el examen de patentabilidad y el cual se ha objetado por falta de claridad, aclaramos que la referencia en el Ejemplo 1 para el nivel establecido del 65% se refiere al nivel de líquido en el reactor. La válvula automática se abrió después de alcanzar este nivel de líquido en el reactor, lo que permite que la suspensión fluya al siguiente recipiente.

c. Análisis de la novedad y el nivel inventivo:

- El examen de patentabilidad ha concluido que la presente invención carece de novedad y nivel inventivo a la luz de los documentos D1 y D2 del estado de la técnica. A continuación argumentaremos porqué esta conclusión es errada.

- La presente invención se refiere a un procedimiento para la polimerización de cloruro de vinilo (MCV) usando al menos 2 reactores, y al menos uno de ellos es un RTAC. Tal procedimiento se describe por D1 en la reivindicación 2 y en la Figura 1. De acuerdo con la reivindicación 2 y dicha figura de D1, el MCV, el agua, el agente de suspensión y un iniciador (peróxido de lauroilo) se añaden a un primer reactor, la dispersión resultante se hace circular continuamente hacia fuera y de nuevo dentro de este primer reactor, y parte de la dispersión se transfiere continuamente desde el primero al segundo reactor para continuar posteriormente la polimerización en dicho segundo reactor. Los Ejemplos presentados por D1, sin embargo, todos usan de un solo reactor y en una manera no continua, ya que la mezcla de reacción se hace reaccionar en este único reactor durante 16.5 horas antes de que el producto sea extraído y secado. Por lo tanto, si el proceso de D1 de hecho funciona satisfactoriamente cuando se utiliza de una manera continua usando más de un reactor, no se ha demostrado en dicho documento.

Para sostener una objeción por falta de novedad, el examinador tiene que demostrar que las características técnicas de la invención que se evalúa están claramente mostradas en un único documento del estado de la técnica, y este no es el caso.

Un requisito del proceso de la presente invención es que el RTAC de la etapa (a) funciona a una conversión en el rango de 10 a 40% en peso. El solicitante encontró que cuando el RTAC de la etapa (a) funciona a un nivel de conversión fuera de este rango, el tamaño de partícula del CPV producido seguirá aumentando durante el proceso. Este aumento del tamaño de las partículas puede limitarse operando dicho reactor dentro del rango de conversión reivindicado. Por ejemplo, se menciona en el Ejemplo 1 de la presente solicitud que el tamaño de partícula (D50) del CPV resultante fue de 150 micras. Las partículas con el mismo tamaño promedio se obtuvieron en los Ejemplos 2 y 3 (todos usando un primer RTAC que opera a un nivel de conversión de entre 10 y 40% en peso). Al realizar el mismo experimento con un primer RTAC que opera, ya sea a un nivel de conversión a 5 ó a 47% en peso, resultó en partículas de CPV que se mantuvieron creciendo hasta mucho más allá de 190 micras:

Exp.no.	Conversión en el 1er reactor aprox. (%)	Valor de K	Tx187 (ppm)	D50 (µm)	BD (g/l)	Porosidad (%)	VCM (total) g	Rendimiento (%)	Tiempo (%)	Notas
070123ME	5	71	670	incrementando a >190#	<460	11	15115	67	10.2	
070116ME	28	69	780	151	430	22.7	17860	67	12.6	
070205ME	26	71-72	810	150	457	21.7	18610	64	12.9	
070220ME	21	71	780	150	510	19	17140	64	10.8	además PVA en 2do Reactor
070215ME	47	69	950	incrementando a >190##	480	21.5	14020	74	9.6	

D50 de muestras tomadas en tiempo 113-128-147-171-200-190-193-n3-nd-nd
D50 de muestras tomadas en tiempo 79-101-119-138-154-164-175-186-183-191-216

= PS D50 vs tiempo
= PS D50 vs tiempo

Por todo lo anteriormente argumentado considero que muchas de las objeciones emitidas en el examen de patentabilidad de la presente solicitud deben retirarse y reconocerse los verdaderos méritos que tiene la invención.

En consecuencia solicito que, sobre la base de las nuevas reivindicaciones que aquí se adjuntan, se proceda a la concesión de la patente colombiana correspondiente.

Una divulgación del porcentaje de conversión en el primer reactor, y mucho menos una divulgación del 10-40% en peso, no se puede encontrar en D1. Tampoco D1 reconoce la importancia de dicho nivel de conversión. Lo que es aún más, D1 incluso no demuestra que su proceso funciona satisfactoriamente cuando se utiliza en una forma continua con más de un reactor. Por estas razones, el proceso reivindicado en la presente solicitud no solo es nuevo, sino que además no puede considerarse en modo alguno como obvio, incluso combinando dicho documento D1 con el documento D2, el cual es totalmente silente en cuanto a las características técnicas reivindicadas en la presente solicitud, tal como se puede observar en la tabla comparativa correspondiente utilizada por el examinador en el análisis del nivel inventivo de la solicitud.

Por todo lo anteriormente argumentado consideramos que la solicitud cumple los requisitos de patentabilidad a la luz de los documentos del estado de la técnica citados en el examen de patentabilidad, y por lo tanto, las objeciones sobre la falta de novedad y nivel inventivo de la misma deben reconsiderarse.

En consecuencia solicito que, sobre la base de las nuevas reivindicaciones que aquí se adjuntan, se proceda a la concesión de la presente solicitud de patente de invención.

Por lo anteriormente expuesto, las reivindicaciones definen la materia que se desea proteger siendo claras, concisas y debidamente sustentadas en la descripción y no está comprendida en el estado de la técnica, conforme lo establece el Art. 14, 16, 18, 28 y 30 de la Decisión 486.

De manera atenta solicito a su Despacho, tener en cuenta todos y cada una de las consideraciones expuestas anteriormente, al momento de estudiar el presente caso.

II. Anexo:

- 2.1. Capítulo descriptivo.
- 2.2. Capítulo reivindicatorio.
- 2.3. Documento de Wikipedia

III. Petición:

Conforme a lo anterior, una vez atendidos los requerimientos y exigencias del examinador y al tener en cuenta el nuevo capítulo descriptivo y reivindicatorio presentado, solicito muy amablemente a su Despacho, llevar a cabo un nuevo estudio de patentabilidad teniendo en cuenta los nuevos capítulos descriptivos y reivindicatorios, y en caso contrario se hagan las correspondientes observaciones con el ánimo de hacer lo pertinente dentro del presente trámite.

Atentamente,



HUMBERTO RUBIO CAMACHO

C.C. 17'192.062 de Bogotá

**T.P. 50.007 de Consejo Superior
de la Judicatura.**

COD. 4134

PROCESO CONTINUO PARA LA PRODUCCION DE COPOLIMEROS DE CLORURO DE VINILO

5 La presente invención se refiere a un proceso para la polimerización en suspensión de cloruro de vinilo, y opcionalmente, uno o más co-monómeros.

El cloruro de vinilo usualmente se polimeriza por medio de un proceso de polimerización en masa, un proceso de polimerización en solución, un
10 proceso de polimerización en emulsión o un proceso de polimerización en suspensión.

En un proceso de polimerización en masa, la porción líquida de la mezcla de reacción, contiene predominantemente monómero. El polímero resultante
15 estará presente en la mezcla de reacción en forma de partículas sólidas suspendidas en el monómero líquido.

En un proceso de suspensión, la porción líquida de la mezcla de reacción es una suspensión del monómero en agua. La polimerización se lleva a cabo en
20 las gotas de monómero suspendido. Para este proceso, se selecciona un iniciador, el cual es muy poco soluble en la fase acuosa o al menos de preferencia soluble en la fase del monómero.

En un proceso de polimerización en emulsión, la polimerización se lleva a
25 cabo en la fase acuosa, formando partículas de polímero a partir del monómero disuelto en dicha fase. Las gotas de monómero están igualmente presentes, pero esencialmente no se lleva a cabo polimerización en estas gotas de monómero. Se requiere un iniciador esencialmente soluble en agua e insoluble en monómero, para este proceso.

30

El proceso de polimerización en suspensión con frecuencia se prefiere al proceso de polimerización en masa, debido a la mejor transferencia de calor y la mayor conversión que pueden alcanzarse en la polimerización en suspensión.

La desventaja de los procesos de polimerización en solución, es que estos requieren la remoción de solvente de polímero. La desventaja de los procesos en emulsión, es que estos requieren grandes cantidades de tensoactivo.

5

Además, polimerización en emulsión del cloruro de vinilo, generalmente resulta en propiedades el PVC diferentes a las de los otros tipos de polimerización.

- 10 Comparando con otros tipos de procesos de polimerización, el desarrollo de un proceso de polimerización en suspensión no es sencillo. Especialmente, si el iniciador se dosifica en el reactor a la temperatura de reacción, se forman fácilmente los llamados “geles” u “ojos de pescado”, si el iniciador tiene una baja solubilidad en agua. En tal caso, el iniciador no se distribuye
- 15 uniformemente sobre las gotas del monómero, dentro del tiempo requerido para formar una cantidad significativa de radicales.

En la US 3,004,013 se revela un proceso continuo para polimerización en suspensión de cloruro de vinilo. Este proceso de la técnica anterior usa dos

20 reactores con agitación. Se hace la adición de monómero de cloruro de vinilo, peróxido de lauroilo, alcohol polivinílico y agua al primero reactor donde se lleva a cabo parte de la reacción de polimerización. En el segundo reactor, la reacción continúa y se completa. La temperatura de polimerización usada es de 50°C.

25

La desventaja de este proceso de la técnica anterior es que, o bien casi todo el peróxido usado termina en el producto final, o –si se elige un tiempo de residencia medio lo suficientemente largo, para obtener un bajo nivel de peróxido residual- el nivel de peróxido, y por tanto, la velocidad de

30 conversión en el segundo reactor será muy baja. Esto último hace que el proceso sea poco atractivo económicamente.

El documento WO 03/054040 revela un proceso para polimerizar el monómero de cloruro de vinilo y, opcionalmente monómeros adicionales

35 mediante el uso de uno o más iniciadores, se dosifica un iniciador orgánico a

la mezcla de polimerización, con una vida media de entre 0.0001 horas a 0.050 horas a la temperatura de polimerización. Este documento sugiere llevar a cabo la polimerización de forma semicontinua, mediante el uso de un reactor tipo tubular continuo y adición del iniciador en varios puntos de adición en el reactor, de tal forma que la velocidad de polimerización es adecuada hasta el siguiente punto de inyección. Tal proceso requiere una multitud de controles y puntos de adición, y es por tanto muy complicado.

Tales procesos de polimerización semicontinua también se describen en la US 4,424.301. Esta referencia describe un proceso de polimerización multi-etapas donde se hace uso de reactores tubulares con una longitud respecto al diámetro de al menos 4. El proceso de polimerización de la US 4,424,301 se lleva a cabo en modo de flujo de tapón, lo cual significa que el nivel de conversión depende de la posición en el (los) reactor (es) tubular(es) y se incrementa a medida que progresa la mezcla de reacción en el reactor tubular.

La desventaja de los reactores tipo tubular es que son difíciles de limpiar y las operaciones de agitación en un reactor tipo tubular son muy complicadas. Sin embargo, se requiere mezcla dinámica (agitación) al menos durante la conversión del primer 20-50%, del monómero adicionado, para obtener un polímero con las propiedades deseadas, tales como una buena distribución del tamaño de partícula. El ensuciamiento de la pared del reactor ocurre fácilmente durante el primer 20-50% de conversión, a pesar de tratamientos especiales tales como la aplicación de agentes anti-suciedad.

Es objeto de la presente invención, es suministrar un proceso mejorado para la copolimerización del cloruro de vinilo.

Este objetivo se alcanza por medio de un proceso de polimerización que comprende las siguientes etapas:

- a) reaccionar una suspensión acuosa que consta de iniciador, cloruro de vinilo y opcionalmente uno o más co-monómeros en un reactor de tanque de agitación continua y,

- b) Posteriormente la reacción de la suspensión resultante en al menos un segundo reactor, en donde el nivel de conversión de cloruro de vinilo en el reactor de tanque de agitación continua del paso (a) es entre el 10 y el 60% de peso.

5

El proceso de la invención y en particular el nivel de conversión en el reactor de tanque de agitación continua (RTAC), permite un mayor valor K para la producción de cloruro de polivinilo o copolímero del mismo, comparado con polímeros obtenidos con procesos convencionales operados a la misma temperatura promedio de polimerización. Por lo tanto, el proceso puede llevarse a cabo a una mayor temperatura, causando que la velocidad de reacción de la polimerización, sea mayor y la capacidad de las instalaciones de producción se incremente. Otra ventaja es el consumo reducido de iniciador comparado con otros procesos donde se alcanza el mismo nivel de conversión usando el mismo tiempo de residencia/tiempo por lote. Al inicio de la reacción de polimerización, por ejemplo a bajos niveles de conversión, el consumo de iniciador es considerablemente mayor que cuando la reacción de polimerización se lleva a cabo en el modo continuo, a ciertos niveles de conversión. En el proceso de la invención, esta iniciación se lleva a cabo solamente una vez, mientras que en procesos llevados a cabo en el modo tipo lote se lleva a cabo la iniciación cada vez que se comienza un nuevo lote, haciendo que el consumo de iniciador en el proceso continuo, sea significativamente menor. Adicionalmente, los procesos continuos donde parte de la reacción de polimerización se lleva a cabo a niveles de conversión por debajo del 10% en peso, consumen más iniciador que los procesos continuos llevados a cabo con niveles de conversión de esta invención. Este es el caso, por ejemplo, del proceso descrito en la US 4,424,301.

- Una ventaja adicional del presente proceso, es que la capacidad adicional de enfriamiento puede obtenerse de la adición de una alimentación, por ejemplo, del primer RTAC que tiene una temperatura mas baja que la temperatura de polimerización en el siguiente reactor. Esto permite una mayor velocidad de polimerización en el siguiente reactor, y un incremento en la capacidad global de producción.

35

En el contexto de la presente invención, "nivel de conversión" o "nivel de conversión de cloruro de vinilo", se refiere a la proporción en peso de la cantidad de polímero y la cantidad de polímero y monómero de cloruro de vinilo. Si hay co-monómeros presentes, el nivel de conversión se refiere a la proporción en peso de la cantidad de copolímero y la cantidad total de cloruro de vinilo, co-monómeros y copolímero. El nivel de conversión se expresa en peso o % en peso. Los niveles de conversión pueden determinarse usando el balance térmico en todo el sistema, o tomando muestras de la suspensión acuosa en el reactor, seguido de análisis gravimétrico.

En el proceso de la invención, el nivel de conversión en el RTAC generalmente es de al menos el 10% en peso, preferiblemente de al menos 15% en peso y con mayor preferencia de al menos el 20% en peso, y máximo del 60% en peso, preferiblemente de máximo el 50% en peso, y con mayor preferencia de máximo el 40% en peso. Se polimeriza monómero adicional en el(los) reactor(es) corriente abajo del primer reactor. El nivel de conversión en el primer RTAC es el nivel de conversión en estado estacionario en la operación continua del RTAC, lo cual significa que la velocidad elegida de adición de iniciador de co-monómero(s), iniciador, y opcionalmente otros integrantes, al RTAC, y la velocidad elegida de remoción de la suspensión acuosa del RTAC resulta en un nivel de conversión deseado del (los) co-monómeros en el RTAC.

En una realización de la presente invención, el proceso usa al menos dos reactores de tanque de agitación continua (RTAC) conectados en serie, donde una suspensión acuosa que consta de un iniciador, cloruro de vinilo y, opcionalmente, uno o mas co-monómeros, reacciona en parte en un primer RTAC y la suspensión resultante se alimenta hasta al menos un RTAC corriente abajo, donde se dosifica al menos un iniciador con una vida media de 0.0001 a 1.0 hora, preferiblemente al menos un iniciador con una vida media de entre 0.0001 y 0.5 horas, a la temperatura de polimerización, sea al RTAC corriente abajo del primer reactor, o al menos a uno de los RTAC corriente abajo del primer reactor.

Esta realización suministra un proceso en el cual la cantidad de peróxido remanente en el producto final, es relativamente baja y el cual no tiene las desventajas asociadas con los reactores tipo tubular agitados.

- 5 Adicionalmente, la mayor parte de la capacidad de enfriamiento de los reactores, puede utilizarse obteniendo como resultado una buena economía.

- El segundo reactor, puede ser cualquier reactor conocido en la técnica. Generalmente, este segundo reactor es adecuado para la producción continua de polímeros, de acuerdo con la invención. Ejemplos de reactores adecuados son los reactores de tanque de agitación continua y los reactores tubulares. Se prefiere un segundo reactor de tanque de agitación continua.
- 10

- Los diversos reactores utilizados en el proceso, pueden tener el mismo tamaño o pueden diferenciarse en tamaño. El tamaño del reactor se puede determinar según el nivel de conversión deseado y/o la velocidad de transferencia en dicho reactor, lo cual permite optimizaciones posteriores del presente proceso.
- 15

- 20 Si el segundo reactor es un RTAC, la suspensión se transporta desde el primer RTAC hasta entrada de un segundo RTAC y, después de ello, opcionalmente a través de reactores posteriores, todos conectados en serie. Este transporte se puede llevar a cabo por medio del uso de una bomba de alimentación, o haciendo uso de una diferencia de presión entre los reactores. Una diferencia de presión sobre la línea de transporte desde un reactor hasta el siguiente, puede resultar automáticamente cuando el reactor corriente arriba se llena completamente con líquido, asumiendo que se hace uso de una bomba de alimentación corriente arriba del reactor, que excede la (más alta) presión de vapor. Es también posible operar uno o más reactores que no estén completamente llenos. En tales casos, pueden usarse otras fuentes capaces de crear una diferencia de presión entre reactores. Se crea una diferencia de presión si la temperatura de la suspensión en un reactor difiere de la del siguiente, o a unos mayores niveles de conversión, cuando cae la presión; a serie de reactores contiene preferiblemente 2 a 5 RTAC.
- 25
- 30

Alternativa o adicionalmente, el transporte de la suspensión, desde un reactor al siguiente, se facilita mediante bombas de transporte. En una realización posterior, el transporte se controla por medio de válvulas que reaccionan a los niveles de suspensión en el reactor, o por medio de válvulas de liberación presión.

Se prevé también que la alimentación que sale de un reactor, en particular el RTAC de la etapa a) en el proceso, se usa para abastecer dos o mas reactores que pueden posicionarse uno respecto al otro en paralelo o en secuencia. También se prevé que el último reactor en la secuencia de reactores, sea un reactor por lote. En el reactor por lote, la polimerización continúa y finaliza.

En el proceso de acuerdo con la invención, se alimentan continuamente al primer RTAC, agua, iniciador, monómero de cloruro de vinilo (MCV) y opcionalmente co-monómeros. Si se desea, también pueden alimentarse aditivos convencionales para la polimerización en suspensión a este RTAC, como tensoactivos, coloides protectores, agentes antisuciedad y soluciones amortiguadores del pH. Los agentes antisuciedad también pueden aplicarse en el (los) reactor(es) previamente a la iniciación del proceso.

Los ingredientes pueden alimentarse individualmente al primer RTAC. Alternativamente, pueden mezclarse dos o mas ingrediente en un pre-reactor, después del cual, la mezcla resultante se alimente al primer RTAC. También es posible precargar los ingredientes a uno o más reactores, antes de comenzar el proceso.

Con base en el peso total del monómero en la suspensión, la concentración de MCV es preferiblemente de al menos el 50% en peso, con mayor preferencia al menos del 80% y con mayor preferencia alrededor del 100% en peso.

Los co-monómeros que pueden usarse son del tipo convencional, e incluyen cloruro de vinilideno, acetato de vinilo, etileno, propileno, acrilonitrilo, estireno y (mel) acrilatos. Como es conocido en la técnica, la temperatura de

polimerización de tales procesos en una mayor extensión, determina el peso molecular (referido comúnmente como valor K) del copolímero resultante.

El iniciador alimentado al primer RTAC puede ser cualquier iniciador adecuado para la polimerización de cloruro de vinilo. Preferiblemente, este iniciador tiene una vida media de entre 0.0001 y 1.0 hora a la temperatura de reacción, aunque también es posible adicionar uno o más iniciadores con una mayor vida media al primer RTAC. Preferiblemente, el iniciador tiene una vida media de entre 0.001 y 0.5 horas a la temperatura de reacción. También se prevé de uso de una combinación de dos o mas iniciadores, con al menos un iniciador con una vida media de entre 0.0001 y 1.0 hora, preferiblemente de entre 0.0001 y 0.5 horas a la temperatura de reacción.

La cantidad de iniciador dosificado al primer RTAC, preferiblemente es de 50 a 2,000 ppm, con base en la velocidad total de flujo de masa de monómero que entra a este reactor.

Un reactor de tanque de agitación continua (o RTAC) se define como un reactor con forma de tanque, equipado con algunos medios de perturbación (por ejemplo agitación) en el cual se introducen los reactivos y opcionalmente otros componentes y del cual la mezcla de reacción resultante se retira continua y/o intermitentemente, considerando que el RTAC no se opera bajo condiciones de flujo de tapón. Por condiciones de flujo de tapón se entiende que el proceso se lleva a cabo en un reactor con un número Peclet de 50, de manera similar al proceso llevado a cabo en un reactor tubular como se revela en la US 4,424,301. Preferiblemente, el RTAC se opera a un número Peclet inferior a 20, con mayor preferencia con un número Peclet inferior a 15, y aún con mayor preferencia con un numero Peclet menor a 10, aun con mayor preferencia con un numero Peclet menor a 5, y aun con mayor preferencia un numero Peclet inferior a 2. El número Peclet es bien conocido y aplicado en la técnica, como se explica por ejemplo por S. M. Walas en "Sección 23: Reactores quimicos" en Parry's Chemical Engineers¹ Handbook (Manual de Ingeniero Quimico de Parry), 7th Edition, McGraw Hill, 1997.

17

- En una realización, la corriente de ingredientes puede introducirse y/o retirarse con tasas de flujo variables. Esto trae como resultado niveles variables de líquido en el RTAC durante el proceso. Se desea que el nivel de líquido en RTAC durante el periodo entre (i) el llenado inicial de dicho RTAC al comienzo del proceso continuo y (ii) el final del proceso continuo, no cambia en más de un factor de 4, con mayor preferencia en más de un factor de 2, aún con mayor preferencia en no más de 30% , respecto al tiempo promedio del líquido en el RTAC durante el proceso continuo.
- 10 Si se desea, los RTAC pueden incluir cualquiera de los aspectos geométricos bien conocidos en los reactores por lote de PCV, tales como paneles refrigerados. Más aun, los RTAC segmentados, contienen ciertas zonas de mezcla que pueden ser usadas. Estas zonas de mezcla pueden crearse usando impulsores de bomba radial multi-etapas.
- 15 Previamente a la introducción en un RTAC, la(s) alimentación(es) dosificada(s) a dicho RTAC –en especial la alimentación dosificada al primer RTAC – preferiblemente se mantiene(n) a una temperatura inferior a la temperatura de la suspensión en dicho RTAC. Esto resulta en un enfriamiento incrementado del RTAC, permitiendo así una mayor velocidad de conversión en el RTAC, que opera a la temperatura deseada. Con mayor preferencia, la alimentación se mantiene a una temperatura de al menos 10° C por debajo de la temperatura de la suspensión en el RTAC. El equipo de agitación y/o los intercambiadores de calor pueden adicionarse a las líneas de alimentación y/o en tanques de dosificación, con el fin de optimizar la eficiencia.
- 20
- 25
- La temperatura en el primer RTAC se sitúa preferiblemente en el rango de 40 a 75° C.
- 30 Si se desea, una serie de RTAC puede seguirse por un reactor tubular. Preferiblemente, la temperatura promedio en este reactor tubular es de al menos 1° C, con mayor preferencia al menos 2°C, y aún con mayor preferencia de al menos 3° C por encima de la temperatura de la mayoría de

17

los RTAC corriente abajo. Esto generará el efecto de reducción posterior del nivel de peróxido en el copolímero de cloruro de vinilo resultante.

5 El calor de reacción en este reactor tubular puede usarse en parte para el incremento de la temperatura. Un incremento de temperatura es también útil para las etapas sucesivas de desgasificación de la lechada de reacción.

10 Opcionalmente, el cambio de temperatura a lo largo del reactor tubular, puede controlarse a través del medio de intercambio de calor que circula a través de una cobertura alrededor del reactor tubular. El reactor tubular puede tener la forma de una espiral en hélice que se sumerge en un tanque –opcionalmente con agitación- lleno con el medio de intercambio de calor.

15 La temperatura en el segundo reactor corriente abajo del primer RTAC, en particular del(los) siguiente(s) RTACs corriente abajo del primer RTAC, puede tener la misma temperatura del primer RTAC. Alternativamente, la temperatura en el primer RTAC y el segundo reactor, en particular en el siguiente RTAC, puede ser diferente.

20 En una realización, la temperatura corriente abajo del RTAC es inferior-preferiblemente de al menos 2° C y con mayor preferencia de al menos 3° C- que la temperatura en el RTAC precedente. Como anteriormente se explicó, esto resultará en una diferencia de presión entre los reactores, facilitando así el transporte de la suspensión de un reactor al siguiente.

25

En otra realización, la temperatura en un reactor corriente abajo, es mayor preferiblemente de al menos 3° C y con mayor preferencia de al menos 5° C – que la temperatura en el reactor precedente. Esto confiere una mayor capacidad de enfriamiento en el reactor corriente abajo, debido a frío
30 suministrado por el reactor corriente arriba. Esto igualmente reduce la vida media del iniciador en el reactor corriente abajo, reduciendo así el nivel peróxido residual.

Opcionalmente, un intercambiador de calor esta presente en medio de dos reactores, con el fin de incrementar la capacidad de enfriamiento de todo el sistema.

5 El iniciador usado en el proceso de la invención puede ser cualquier iniciador conocido en la técnica. En una realización de la invención, al menos un iniciador con una vida media a la temperatura de polimerización en el rango de 0.0001 a 1.0 horas, se dosifica a cualquiera de los reactores corriente abajo en particular al segundo reactor. La vida media de este iniciador a la
10 temperatura de polimerización es preferiblemente de 0.001 a 0.5 horas, y con mayor preferencia de 0.001 a 0.4, y aún con mayor preferencia de 0.01 a 0.2 horas. En esta descripción, estos iniciadores se refieren como "iniciadores rápidos".

15 También se prevé la activación de un peróxido dosificado en un reactor corriente arriba a un reactor corriente abajo operado a una temperatura significativamente mayor. En este punto, la temperatura en un reactor corriente abajo es de de al menos 5° C, preferiblemente de al menos 8° C, y con mayor preferencia de al menos 10° C superior a la temperatura del
20 reactor en el cual se dosificó el iniciador.

Adelante se tiene una lista de iniciadores adecuados. Las vidas de los iniciadores a diferentes temperaturas, se pueden determinar por estudios convencionales de descomposición térmica en monoclorobenceno, como se
25 conoce en la técnica (ver por ejemplo el folleto "iniciadores para altos polímeros" con código 10737 disponible en Akzo Nobel). El termino "vida media a la temperatura de polimerización" en la presente descripción, se refiere a la vida media a la temperatura de suspensión en el reactor con la temperatura mas alta, asumiendo que esta temperatura no excede los 75° C.
30 Si la temperatura de la suspensión no excede los 75° C, el termino "vida media a la temperatura de polimerización" se refiere a la vida media a 75° C. De esta forma, si se usan tres reactores en el proceso de la invención, y la temperatura de la suspensión en estos reactores es de 50° C, 55° C, y 60° C, respectivamente, la vida media del iniciador rápido es preferiblemente de
35 entre 0.0001 7 1.0 a 60° C.

Iniciador	Temperatura (°C) a la cual la vida media es		
	0.01 hr	0.05hr	0.3hr
Peróxido de disobutirilo (Trigonox® 187)	78	63	48
Peroxipivalato de 1-(2-etilexanoilperoxi)-1,3-dimetilbutilo (Trigonox® 267)	84	69	53
Peroxineodecanoato de 1,1,3,3-tetrametilbutilo (Trigonox® 423)	98	82	67
Peroxineodecanoato de Tert-Butilo (Trigonox® 23)	106	90	74
Peroxineodecanoato de 1,1-Dimetil-3-hidroxibutilo (Trigonox® 193)	96	80	64
Peroxineodecanoato de α -cumilo (Trigonox® 99)	96	81	65
Peroxidicarbonato de di(4-tert-butilciclohexil) (Perkadox® 16)	102	88	73
Peroxineodecanoato de di(2-etilexilo) (Trigonox®EHP)	104	89	73
Peroxidicarbonato de di-sec-butilo (Trigonox® SBP)	103	88	73

- Aunque los peróxidos orgánicos son los iniciadores preferidos en el proceso de la invención, también pueden usarse los sistemas de iniciación redox. En tal caso el agente reductor, el agente oxidante, o ambos, pueden dosificarse de acuerdo con la invención. Más que por temperatura, la velocidad de formación de radicales libre para sistemas redox se determina frecuentemente por medio de la velocidad de dosificación de los componentes y el tiempo que toma para que los componentes se mezclen.
- Por lo tanto, en la determinación de la vida media a la temperatura de polimerización para sistemas redox, debe cuantificarse el tiempo requerido para la mezcla de los componentes. Para sistemas redox, la vida media a la temperatura de polimerización es la vida media, medida cuando todos los

componentes del sistema están presentes, más un tiempo típico de mezcla en un reactor de tanque agitado de 0.01h.

5 Sin embargo, dado el hecho que los sistemas redox típicamente contienen metales pesados y/o agentes reductores indeseables, los indicadores de la presente invención no son tales de iniciación redox.

Los iniciadores rápidos preferidos son peróxidos de diisobutilico, peroxineodecanoato de 1,1 – dimetil-3-hidroxibutilo, peroximetoxiacetato de 10 tetrametilbutilo, peroximetoxiacetato de tera-amilo, y mezclas de los mismos. El iniciador rápido de mayor preferencia es el peróxido de diisobutirilo.

Aunque de menor preferencia, es también posible adicionar, aparte del iniciador rápido, uno o más iniciadores con una vida media a la temperatura 15 de polimerización, fuera del rango de 0.0001 a 1.0 hora.

La cantidad total de iniciadores para usar en el proceso, de acuerdo con la invención, se encuentra dentro del rango convencionalmente usado en el proceso de polimerización, Típicamente, se usa entre el 0.01 y el 1% en 20 peso de iniciador, más específicamente de entre el 0.01 y el 0.05% en peso, con base en el peso de monómeros para polimerización.

Debe entenderse que la palabra “dosificación” se usa para describir la etapa de adición del iniciador a la suspensión acuosa en las condiciones de la 25 polimerización, esta dosificación puede hacerse de manera intermitente o continuamente.

Si la dosificación se hace de manera intermitente, el iniciador rápido se adiciona al RTAC u otro tipo de reactor en al menos 2, preferiblemente en al 30 menos 10 con mayor preferencia en al menos 30, y aún con mayor preferencia en al menos 100 porciones durante el proceso de la invención. Estas porciones se dosifican preferiblemente con intervalos entre porciones de menos de dos veces el tiempo medio de residencia con mayor preferencia, menos de 0.5 veces el tiempo medio de residencia, y con mayor 35 preferencia menos de 0.1 veces el tiempo medio de residencia. El tiempo

medio de residencia se define como el contenido promedio, en Kg, del reactor al que se hace la adición, dividido por la velocidad promedio de flujo en Kg/h de todas las corrientes adicionadas al reactor.

- 5 El iniciador rápido también puede adicionarse continuamente. Alternativamente, se usa una combinación de dosificación continua e intermitente. Un ejemplo de tal combinación es un proceso en el que los periodos de adición continua se alternan con periodos donde la adición de iniciador rápido se interrumpe.

10

- Preferiblemente, la dosificación del iniciador rápido puede efectuarse en el (los) reactor(es), en cualquier punto de entrada adecuado. Puede resultar ventajosos el uso de la línea a través de la cual se dosifica el agua, para también dosificar el iniciar el rápido. Debe notarse que si la formación del
- 15 iniciador es lo suficientemente rápida, se puede dosificar las materias primas para dicho iniciador dentro de las tuberías o recipientes de reserva, desde los cuales el iniciador rápido se dosifica luego al reactor. Alternativamente, pero menos deseable, se pueden adicionar las materias primas para preparar el iniciador rápido, a la suspensión acuosa.

20

- El iniciador rápido se dosifica en forma pura o, preferiblemente en forma de soluciones diluidas o dispersión. Pueden utilizarse uno o más solventes adecuados para diluir el iniciador. Preferiblemente, tales solventes son fácilmente removibles durante la preparación del polímero después del
- 25 proceso de polimerización, o son de tal naturaleza que se acepta desecharlo como residuo en el polímero final. Adicionalmente, tales solventes de preferencia no afectan de manera adversa mediante el análisis de las temperaturas de la vida media del iniciador en dicho solvente. Un ejemplo de dicho solvente es isododecano. Si se dosifica una dispersión del iniciador
- 30 rápido solo o de una solución del iniciador rápido, preferiblemente en tales solventes adecuados. Preferiblemente, la dispersión es una dispersión acuosa.

Con mayor preferencia, la dispersión es una dispersión acuosa con un tamaño promedio de gota inferior a 10 micrones. Esto permite una mejor distribución del iniciador sobre las gotas de MCV.

- 5 Preferiblemente el iniciador rápido se dosifica en una concentración del 1 al 70%, con mayor preferencia entre el 20 y el 65%.

Se profiere que al menos uno, pero preferiblemente todos los iniciadores dosificados, tengan una solubilidad en agua de al menos 5ppm, con mayor
10 preferencia al menos 50ppm. Y con aún mayor preferencia, al menos 200ppm. Esto incrementara la transparencia de masa del iniciador en las gotas de MCV, reduciendo así la formación de ojos de pescado.

Aparte del iniciador, pueden adicionarse otros ingredientes al segundo y
15 posteriormente reactores, tales como MCV, co-monómeros, agua, tenso activos, coloides protectores (ej. Alcohol Polivinílico), agentes antisuciedad, soluciones amortiguadoras del pH, dispersantes , y otros aditivos que usualmente se adicionan al proceso de producción de PVC, así como para
20 obtener efectos bien conocidos en la polimerización clásica de suspensión de PVC, por ejemplo, para tener influencia en la porosidad, densidad másica, tamaño de partícula, etc.

El tiempo de residencia de la suspensión en las series de reactores, se encuentra preferiblemente en el rango de 1 a 10 horas.

25 Después de abandonar el último reactor, la suspensión resultante de copolímero se colecta en un recipiente de purga, después del cual se transporta a una sección continua de desgasificación y /o secado. Una de las ventajas del proceso de la invención es que, en combinación con el proceso
30 corriente abajo continuo, la recolección de la suspensión del copolímero en un recipiente de purga, no es necesaria.

Opcionalmente sin embargo puede usarse un recipiente de purga. En tal caso, parte del desgasificado puede llevarse a cabo en un recipiente de
35 purga.

En una realización de la invención, el nivel de conversión de monómero (esto es, el nivel de conversión, en la mayoría de los reactores corriente abajo) es inferior de lo que sería económicamente atractivo como nivel de conversión final en el proceso clásico de la polimerización por suspensión del PVC.

Típicamente, el nivel de conversión total es inferior al 80% en peso, preferiblemente inferior al 75% en peso, y aún con mayor preferencia inferior al 70% en peso. Un menor nivel de conversión final tiene la ventaja que la estabilidad térmica y de color del PVC resultante, se mejora. Adicionalmente, la capacidad del reactor se incrementa, debido al calor latente incrementando los componentes de reacción por unidad de peso (Kg) del monómero transformado.

También se contempla agua adicional a uno o más de los reactores, para incrementar la capacidad de enfriamiento (enfriamiento directo) y para incrementar la velocidad de polimerización y la capacidad de producción.

En una realización específica, uno y /o todos los reactores, por ejemplo el primero y segundo RTAC en particular RTAC posteriormente a un reactor de lote, que se usan en el proceso, están equipados con un condensador (reflujo) para suministrar enfriamiento adicional.

En una realización que comprende más de un RTAC, el reflujo de cualquiera de estos condensadores, retorna a otros reactores, Preferiblemente, el reflujo proveniente de los condensadores de uno o más reactores corrientes abajo, del primer RTAC, puede retornarse a un reactor corriente arriba, con mayor preferiblemente al primer RTAC.

En otra realización de la invención, al menos el reactor localizado más corriente abajo está equipado con un condensador del cual se retorna el reflujo a cualquiera de los demás reactores corriente arriba. Esto ayuda a operar el reactor localizador más corriente abajo con las condiciones de caída de presión establecidas. Por ejemplo, condiciones en las cuales, la

25

presión en el reactor es inferior a la presión de vapor del monómero de cloruro de vinilo.

5 Esto compensa los efectos de la distribución del tiempo de residencia, debido a que permite que el monómero proveniente de las gotas ricas en monómero, se disuelva en la fase acuosa. El retorno del reflujo de un condensador a otro reactor, se puede también hacer con el fin de influir sobre cualquiera de las propiedades del copolímero resultante, tales como la porosidad y la densidad del granel.

10

Pueden definirse varios procedimientos de iniciación y finalización del proceso continuo, con el fin de optimizar la economía del proceso y la calidad del producto. En una realización, por ejemplo, un reactor, preferiblemente un RTAC, localizado corriente arriba del CSTR de la etapa a) se opera a un
15 nivel de conversión inferior al 10% en peso.

Después de la polimerización, el copolímero resultante puede prepararse como usualmente se hace en la técnica. El copolímero obtenido por medio del proceso de la invención puede, por ejemplo, someterse a las etapas
20 usuales de secado y análisis.

Con el proceso de acuerdo con la invención, pueden prepararse copolímeros con excelente estabilidad térmica puede medirse con un horno de prueba de acuerdo con el método ASTM 1925. El copolímero se decolora
25 ostensiblemente se somete a etapas de proceso de fundición, por ejemplo, para formar artículos moldeados.

La presente invención se ilustra con los siguientes ejemplos.

30 **EJEMPLOS**

Ejemplo 1

Se llevó a cabo una polimerización de una suspensión continua de PVC,
35 mediante el uso de dos autoclaves Büchi de acero inoxidable de 10 l, con un

25

diámetro interno de 18 cm. Cada autoclave se dotó: un panel; un sensor de temperatura; dos agitadores de paleta plana de 1/3 del diámetro del recipiente, cerca de una parte del diámetro del agitador, un traductor de presión, un sensor de nivel, una línea de alimentación de monómero de cloruro de vinilo (MCV), una línea de purga con nitrógeno, una línea de alimentación de agua y una línea de alimentación de agua/PVA y una línea de alimentación de peróxido.

Se conectaron bombas de dosificación al primero para MCV, agua solución de PVA, y un iniciador. Se conectó una segunda bomba de dosificación para el iniciador, al segundo reactor.

Los dos reactores se conectaron por medio de una línea de acero inoxidable de 10mm, con un recorrido desde un tubo de descenso en el primer reactor, por medio de una válvula de bola automática hacia la parte superior de l segundo reactor. El segundo reactor también contenía una tubería de caída, conectada por medio de un tubo de acero de 10mm hacia un recipiente de medición de 30ml entre dos válvulas de bola automáticas. El recipiente de medición servía para descargar porciones de la suspensión de polímero, a una sección de remoción.

El primer reactor se cargó con 2 L de agua con cerca de 0.47g de Alcotex B72 (PVA ex Harco) y 0.08g de Gohsenol GH 23 (PVA ex Nippon Gohsei). Posteriormente se presurizó el reactor con nitrógeno hasta alrededor de 15 bares (1.500KPa). Después de esto, se evacuó el reactor por 3 minutos a 75mm Hg (10Kpa). Después de esto, se evacuó el reactor por 3 minutos a 75 mm Hg(10KPa), y se adicionaron 700 g de MCV.

En el segundo reactor se siguió el mismo procedimiento, pero se cargó con 2L y la mitad del contenido de PVA y se adicionó alrededor de la mitad de la cantidad de PVA y se adicionó alrededor de la mitad de cantidad de MCV (300-350g). La velocidad de agitación en ambos reactores fue de 800rpm.

Cuando el reactor se había calentado hasta la temperatura de reacción deseada, se inicio la dosificación de MCV, agua, PVA y peróxido, en este

27

caso se usó un flujo de a MCV de 1.35Kg/h junto con un total de 3 L de agua/h y PVA con una relación de 700ppm de Alcotex de 115 por 115ppm Gohsenol con base en VCM/h.

- 5 El iniciador utilizado en el proceso vigente fue Tx 187-W26(una emulsión al 26% de peróxido de diisobutirilo en agua, ex Akzo Nobel Polymer Chemicals). El iniciador se dosifico a 1.56g/h (peróxido de isobutirilo puro, emulsificador en agua) por 45 minutos. Luego la velocidad de dosificación se ajusto a 0.31 g/h.

10

Durante el primer periodo, el primer reactor se activo a una temperatura mayor (por ejemplo 59° C en vez de 57° C) hasta que el segundo reactor alcanzó una caída de presión. Después de esto, los reactores se mantuvieron a 57° C).

15

Cuando se alcanzo un nivel predefinido (65%), es decir el nivel de líquido en el reactor, la válvula automática se abrió y una primera cantidad de lechada se transfirió al segundo reactor. A partir de este momento, se inicio la dosificación del iniciador al segundo reactor. Hasta que la presión cayó, se dosificaron 1.56g/h (peróxido de diisobutirilo puro), luego la velocidad de dosificación se redujo a 0.6g/h para mantener una caída de presión promedio de entre 0.5 a 1 bar (50 Kpa a 100 HPa) en el segundo reactor. Luego en el proceso de estado estacionario, la dosificación total de iniciador fue de 0.39g/h (peróxido de diisobutirilo puro) por 1.35 Kg/h de CVM.

25

Cada vez que se alcanzó el nivel predefinido, es decir, el nivel de liquido en el reactor, en el segundo reactor (65%), las válvulas automáticas del recipiente de medición se abrieron y se transfirieron cantidades fijas a un recipiente de colección, donde se desgasificó y evacuó la lechada. De esta forma se mantuvo un nivel más o menos constante (+/-5%) en ambos reactores. El tiempo promedio total de residencia en ambos reactores- Equitativamente dividido en ambos reactores- fue de 2.4 horas.

30

Después de alcanzar el estado estacionario, la distribución de tamaño de partícula del PVC producido se mantuvo constante con $D_{50} = 150$

35

27

µm(diámetro de volumen medio, medido con un contador Coulter). La porosidad DOP fue del 23%. El valor K del PVC producido fue de 69, donde, normalmente, a 57° C, se obtiene un valor K de alrededor de 67 usando el proceso clásico por lotes.

5

Ejemplo 2

En el ejemplo 2, el primer reactor se llenó con 3 l de agua que contenía 0.95g de Alcotec B 72, 0.16 G de Gohsenol GH23, y 1350 g de MCV. El segundo reactor se llenó con 3 L de agua que contenía 0.48g de Alcotec B 72, 0.08 g de Gohsenol GH23, y 300 g de MCV. El procedimiento en este ejemplo fue el mismo seguido en el ejemplo 1.

10

Ejemplo 3

Se siguió el mismo procedimiento del ejemplo 2, excepto que el segundo reactor también se dosifico PVA a una velocidad de 350 ppm, Alcotex B72 y 60 ppm de Gohsenol GH23, con base en el MCV dosificado por hora.

15

El nivel de conversión en el primer reactor, así como el consumo total de peróxido de los ejemplos 1-3, se muestran en la tabla 1.

20

Tabla 1

Ejemplo	Conversión en el 1er reactor (% en peso)	Consumo total de peróxido (ppm respecto a VCM)	Rendimiento (%)
1	28	780	67
2	26	810	64
3	21	780	64

En la tabla 2, se muestran varias propiedades del producto de PVC

25

Tabla 2

Ejemplo	Valor K	D ₅₀ (µm)	Densidad masica (g/l)	Porosidad (%)
1	69	151	430	23
2	71	150	457	22
3	70	150	510	19

REIVINDICACIONES

1. Proceso de polimerización que comprende las etapas de:

(a) hacer reaccionar una suspensión acuosa que comprende un iniciador y cloruro de vinilo, en un reactor de tanque de agitación continua, y

(b) hacer reaccionar adicionalmente la suspensión resultante en al menos un segundo reactor;

en el que el nivel de conversión de cloruro de vinilo en el reactor de tanque de agitación continua de la etapa (a) es de 10 a 40% en peso.

2. Proceso de polimerización de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el nivel de conversión es del 20% al 40% en peso.

3. Proceso de polimerización de acuerdo con las reivindicaciones 1 ó 2, en el que el segundo reactor se selecciona a partir de un reactor de tanque de agitación continua, un reactor tubular o un reactor de lotes.

4. Proceso de polimerización de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el proceso de polimerización se lleva a cabo continuamente.

5. Proceso de polimerización de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque utiliza al menos dos reactores de tanque de agitación continua conectados en serie, en el que el proceso se lleva a cabo continuamente, y la suspensión acuosa resultante de la etapa a) se alimenta a través de al menos un reactor de tanque de agitación continua corriente abajo, y en el que al menos un iniciador con una vida media de 0.0001 a 0.5 horas a la temperatura de polimerización se dosifica a cualquiera de los tanques de agitación continua corriente abajo del primer reactor o al menos a uno de los reactores de tanque de agitación continua corriente abajo del primer reactor.

6. Proceso de polimerización de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que al menos uno de los reactores de tanque de agitación continua está equipado con un condensador.

7. Proceso de polimerización de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el(los) reactor(es) de tanque de agitación continua corriente abajo del primer reactor de tanque de agitación continua, está(n) equipado(s) con un condensador de reflujo y en el que el reflujo de dicho(s) condensador(es) fluye a un reactor corriente arriba más.
5
8. Proceso de polimerización de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el iniciador que se dosifica a cualquiera de los tanques de agitación continua corriente abajo del primer reactor o a al menos uno de los segundos reactores corriente abajo del primer reactor tiene una vida media de 0.001 a 0.4 horas a la temperatura de polimerización.
10
9. Polimerización proceso de acuerdo con la reivindicación 8, en el que el iniciador que se dosifica a cualquiera de los reactores de tanque de agitación continua corriente abajo del primer reactor o al menos uno de los reactores de tanque de agitación continua corriente abajo del primer reactor, tiene una vida media de 0.01 a 0.3 horas a la temperatura de polimerización.
15

