



1975

437224

Int. Cl. C08F 6/24

P A T E N T E
D E
I N V E N C I O N

Por "PROCEDIMIENTO PARA LA REDUCCION DE LA RIQUEZA EN CLORURO DE VINILO MONOMERO EN LOS POLIMERIZADOS DEL CLORURO DE VINILO", a favor de la firma alemana CHEMISCHE WERKE - HÜLS AKTIENGESELLSCHAFT, domiciliado en Postfach 1180, - Kreis Recklinghausen; 4370 MARL (Alemania).

MEMORIA DESCRIPTIVA

La invención se refiere a procedimiento para la reducción de la riqueza en cloruro de de vinilo monómero en los polimerizados del cloruro de vinilo:

5. La fabricación de homopolimerizados, copolimerizados y polimerizados por injertos es bien conocida (véase por ejemplo la monografía de Kainer, Cloruro de polivinilo y Copolimerizados de cloruro de vinilo, Editorial Springer, Berlin/Heidelberg/Nueva York, 1965, páginas 12 ff y página 111 ff.).

10. Los polimerizados de suspensión fabricados según el procedimiento usual contienen cloruro de vinilo monómero en una



- proporción de varios miles ppm. Por la DT-OS 2 331.895 ya se conoce el sistema de eliminar los monómeros de cloruro de vinilo del polimerizado mediante un tratamiento con vapor de agua. Según el método descrito en este texto se condensa vapor de agua sobre el polimerizado seco, para eliminarlo finalmente por evacuación, después de haberlo dejado durante cierto tiempo. Siguiendo este método se obtienen productos que aún contienen cloruro de vinilo monómero en cantidades de 500 (l.c. ejemplo 3) Hasta 3000 ppm (l.c. ejemplo 1). En el marco de los siempre mayores intentos de reducir las influencias - del ambiente, la reducción de la riqueza en cloruro de vinilo del polimerizado acabado es la petición urgente del fabricante de cloruro de polivinilo. En este sentido debe tenerse en cuenta que los polimerizados de cloruro de vinilo también han encontrado amplia aceptación en la fabricación de tuberías de agua y de envases para alimentos (fabricación de tuberías).
5. Por lo tanto es necesario que el contenido de cloruro de vinilo monómero se reduzca prácticamente por completo en el producto final, o que por lo menos se reduzca a unos valores mínimos de ppm.
- 10.
- 15.
- 20.

Con el presente procedimiento según la invención se observa también otro problema.

- En la fabricación a escala industrial de cloruro de polivinilo en suspensión, a continuación de la polimerización realizada bajo presión se suelen relajar las suspensiones de cloruro de polivinilo en un sistema cerrado, para la eliminación del cloruro de vinilo monómero no transformado, recuperándose todo el cloruro de vinilo relajado después de la precipitación del agua arrestrada en ausencia del aire según los métodos conocidos (por compresión). A continuación la suspen-
- 25.
- 30.



5. sión desgasificada, que en relación con la suspensión aún contiene hasta 7000 ppm de cloruro de vinilo, se pasa de forma continua por centrífugas, obteniéndose - aparte de - las aguas de desecho de centrifugado, que se conducen a una desgasificación por separado - un PVC húmedo con un porcentaje de agua del 10 al 40 por cien del peso y un contenido de cloruro de vinilo de hasta 6000 ppm, respecto al producto húmedo después del centrifugado.

10. El cloruro de polivinilo húmedo se seca después en un secador por suspensión en aire caliente (o dos secadores por suspensión conectados en serie), en un desecador de tambor o un sistema combinado de secador por suspensión-secador de tambor, en un secador de lecho fluidizado o en un secador combinado de secador por suspensión y de lecho fluidizado, y se obtiene como producto final un cloruro de polivinilo con un contenido de cloruro de vinilo de 200 hasta - 2000 ppm.

20. Con el aire de escape del proceso de secado sale a la atmósfera cloruro de vinilo, porque una recuperación del cloruro de vinilo rarificado con grandes cantidades de agua es técnicamente imposible en condiciones económicas aceptables.

25. Por razones de protección del medio ambiente se tiene un enorme interés de reducir o eliminar casi por completo la emisión de cloruro de vinilo durante el proceso de secado y a la vez disminuir al mínimo el contenido de cloruro de vinilo en el producto final a causa del probable inconveniente y riesgo fisiológico.

30. Ahora se ha encontrado un procedimiento para la reducción del contenido de cloruro de vinilo en los polimerizados del cloruro de vinilo por tratamiento con vapor de agua,



- que está caracterizado porque los polimerizados de suspensión húmedos del cloruro de vinilo se tratan con vapor de agua con una temperatura de entre 80 y 150°C. La duración del tratamiento con vapor es convenientemente de 5 segundos a 10 minutos. Si a través de los polimerizados húmedos por agua pasa vapor de agua a una temperatura de entre 80 y 125°C, la duración del tratamiento con vapor es convenientemente de 10 segundos a 10 minutos y preferentemente de 30 segundos a 5 minutos. Cuando el polimerizado húmedo por agua se trata con vapor de agua con una temperatura de entre 125 y 150°C, la duración del tratamiento con vapor es convenientemente de 5 segundos a 5 minutos y preferentemente de 15 segundos a 2 minutos. Es conveniente que el contenido del agua del polimerizado húmedo sea el 15 al 35 por cien del peso. En la realización de la invención que goza de preferencia, la relación entre el peso del polimerizado húmedo y el vapor de agua es de 50 : 2 hasta 50 : 50. En otra forma de realización de la invención se recupera el cloruro de vinilo de los vapores del tratamiento con vapor de agua. Esto puede lograrse por ejemplo por enfriamiento, condensación y desgasificación o lavado con un disolvente apropiado, por ejemplo N-metilpirrolidona.

El contenido de cloruro de vinilo del cloruro de polivinilo tratado con vapor de agua según la invención ya solo es de unos pocos ppm. en algunos tipos de polimerizados incluso de menos de 1 ppm. como se podrá ver en los siguientes ejemplos.

En la elaboración del cloruro de polivinilo tratado de esta forma, es decir durante el secado que se realiza a continuación, ya no puede emitirse cloruro de vinilo monómero



a la atmósfera.

5. Resulta además que los productos tratados según la invención quedan sorprendentemente en su contenido de cloruro de vinilo dos dimensiones por debajo de los polimerizados obtenidos según el estado de la técnica en la DT-OS 2 331.-895. Los productos tratados según la invención pueden emplearse sin ningún inconveniente en el sector de tuberías y en el sector de envases y embalajes.

10. Por medio del procedimiento según la invención pueden resolverse de forma elegante y en una sola etapa del proceso dos importantes problemas técnicos de la producción moderna de PVC.

15. Con ello el procedimiento según la invención es un procedimiento de una etapa. Bajo la denominación de polimerizado de suspensión granulado, que se obtiene después de la polimerización y del centrifugado con un porcentaje de agua que corresponde al 15 a 35 cien de peso.

20. En la fabricación de los polimerizados pueden emplearse todos los catalizadores monómero-solubles usuales, estabilizadores de suspensiones y, si es es caso, productos auxiliares de suspensión. Las descripciones de tales procedimientos de polimerización ya conocidos, inclusive de las sustancias para ello necesarias, las encontrarán en la monografía de Kainer antes mencionada en la página 12 ff.

25. La descripción de los estabilizadores de suspensión conocidos se encuentra en las páginas 16 a 25.

30. Convienen principalmente: Los derivados de celulosa como éter celulósico, éste celulósico, poliacetato de vinilo, poliacetato de vinilo parcialmente saponificado, pirrolidona de polivinilo, copolímeros de acetato de vinilo y pirrolidona

30



de vinilo, copolímeros de éter vinilmetílico y anhídrido maleico, gelatina.

- Como catalizadores pueden utilizarse también todos los catalizadores solubles en aceite conocidos para la polimerización en suspensión como los anhídridos de ácidos persulfúricos y ácidos percarbónicos orgánicos, por ejemplo acetilciclohexilsulfonilperóxido, peróxidos orgánicos como diacetilperóxido, acetilbenzoilperóxido, dibenzoilperóxido, dilauroilperóxido, 2,4 diclorobenzoilperóxido, peréster -
5. como isopropilperacetato, tert.-butilperacetato, tert.-butilperoctoato, tert.-butilperneodecanoato, tert.-butilperpivalato, dialquilperoxidicarbonatos como diisopropil-, dietilhexil-, dicitclohexil-, dietilciclohexil, dicetil-, di-tert.-butilciclohexilperoxidicarbonato, compuestos azoicos como
10. dinitrilos de azodiiso-ácido butírico y valerodinitrilos de azobisdimetilo. Los catalizadores pueden emplearse solos o mezclados. Como productos auxiliares de suspensión pueden utilizarse los tensioactivos, como: sales alcalinas de ácidos alquilsulfónicos de cadenas largas, sales alcalinas
15. de ácidos alquilarilsulfónicos, éster o éster parcial del glicol, glicerina o un poliolo, por ejemplo sorbita, con ácidos carbónicos de larga cadenas, éster o éster parcial de ácidos policarbónicos, por ejemplo ácido cítrico, ácido itacónico, con alcoholes de cadenas largas.
- 20.
25. Como comonomeros pueden emplearse principalmente compuestos monoclefínicos no saturados como por ejemplo éster vinílico de ácidos carbónicos de cadenas rectas o ramificados con 2 a 20, preferentemente 2 a 4 átomos de carbono, como acetato de vinilo, propionato de vinilo, butirato de vinilo,
30. cloruro de vinilideno; además ácidos no saturados como por



ejemplo ácido maleico, ácido fumárico, ácido itacónico, ácido crotónico, ácido acrílico, ácido metacrílico así como sus monoésteres con monolcoholes o dialcoholes con 1 a 10 átomos de carbono, α -olefinas como por ejemplo etileno, propileno, isobutileno, estírol, nitrilos acrílicos pero también compues

5. tos varias veces no saturados. Los comonomeros pueden polimerizarse al 1 a 50 por cien del peso respecto a los copolímeros.

Como sustancias para la polimerización por injertos se emplean polibutadieno, polivinilpropionato, caucho natural, copolímeros de etileno y acetato de vinilo, copolímeros de etileno y propileno, terpolímeros de nitrilo acrílico, butadieno y estírol, etc. formando las sustancias empleadas un 1 a 50 por cien del peso respecto a la totalidad de polímeros.

10.

La polimerización se realiza habitualmente y según el valor-K deseado en autoclaves de agitación por presión a temperaturas usuales de 40 a 70° C.

15.

La polimerización se realiza en una suspensión acuosa. La relación monómeros: agua puede ser de 1 : 1 hasta 1 : 3. Durante la polimerización pueden añadirse tanto agua como monómeros, según la contracción del volumen.

20.

La estabilidad de los productos tratados según la invención se verificó de la siguiente forma, Como sabe el experto el cloruro de polivinilo tiene la tendencia de descomponerse bajo la influencia de temperaturas más altas, con el desdoblamiento de gas clorhídrico. Una vez iniciada la descomposición, ésta continua catalíticamente y cada vez más rápido - bajo la formación de estructuras de polieno.

25.

Por lo tanto pudo suponerse que durante un calentamiento a más de 80° C ó más de 100° C por un tiempo de varios minu-

30.



tos, como el del procedimiento según la invención, se daña-
ría la estructura del cloruro de polivinilo, con lo que
disminuiría su elaborabilidad.

5. Pero sorprendentemente los productos tratados según la
invención tenían la misma estabilidad térmica como los pro-
ductos no tratados, como se ve por los siguientes ensayos:
100 g de PVC se mezclan con 30 g de plastificante DOP, 0,5 g
de deslizador cera E y 1 g de un estabilizador sólido de -
Ba/Cd. A continuación se lamina la mezcla a 165°C a un espe-
10. sor de hoja homogeneizada de 1 mm. Las hojitas estampadas -
de la hoja homogeneizada se templan a 190°C en el horno. Se
determina el tiempo del comienzo del cambio de color de las
hojitas. Resulta la siguiente imagen:

Muestra	Duración de trata- miento con vapor (min) 90°C	Tiempo cuando se inicia el cambio de color (min)
15. PVC en suspensión valor-K 70 (para la elaboración blanda)	0	40
" " "	1	40
" " "	2	40
20. " " "	5	40
PVC en suspensión valor-K 68 (para la elaboración dura)	0	40
" " "	1	40
" " "	2	40
25. " " "	5	40
Polimerizado por injertos valor-K 77	0	40
" " "	1	40
" " "	2	40
30. " " "	5	40



30 APR 1975

Se ve que la estabilidad térmica de las muestras tratadas con vapor de agua no varia frente a las muestras de partida no tratadas.

5. En el caso de los sistemas heterogéneos de gas se realiza el tratamiento del cloruro de polivinilo con corriente continua, contraria o cruzada. El sistema heterogéneo de gas de vapor/ cloruro de polivinilo puede producirse por ejemplo por la libre caída del cloruro de polivinilo en un tubo de caída, por transporté neumático o por fluidización
10. en un aparato fijo provisto de montajes móviles o en un tubo giratorio provisto de montajes.

15. En el caso del esponjamiento el tratamiento con vapor se realiza de forma discontinua o continua sobre una base porosa. Un ejemplo para un tratamiento discontinuo es la vaporización en un recipiente provisto de un fondo poroso, que también puede estar equipado con un agitador. Unos ejemplos para los aparatos de funcionamiento continuo para la vaporización los constituyen las cintas y los canales - transportadores porosos, los tornillos sin fin de transporte con recubrimiento porosos así como los filtros de cinta y giratorios.
- 20.

25. En una forma de ejecución especial de la deshidratación previa y la desmonomerización del cloruro de polivinilo pueden realizarse en el mismo aparato. Sirven como ejemplos - los filtros giratorios y de cinta así como las centrífugas de criba.

30. Para una explicación más amplia de esta invención y del progreso técnico con ella alcanzado, se ponen los siguientes ejemplos:



Ejemplo 1:

- En una autoclave de presión se polimerizan durante 8 horas a 55° C y bajo una presión de 8 atmósferas relativas mediante agitación 2700 partes de cloruro de vinilo en presencia de 4650 partes de agua, 0,2 partes de un éster de celulosa, 0,11 partes de un éster parcial de un poliolo y 0,2 partes de dilauroilperóxido. La autoclave se normaliza a tensión normal y se avacua durante 30 minutos a 150 torr. A continuación la suspensión pasa a través de un recipiente a una centrífuga, realizándose la división en el producto húmedo y el agua de desecho del centrifugado.
- 200 g. de un polimerizado de suspensión del valor-K 70 fabricado de esta forma, que contiene un 30 por cien de su peso de agua y 4100 ppm de cloruro de vinilo, se tratan con vapor de agua de 100° C en un dispositivo adecuado. La realización técnica consiste en que el PVC húmedo, mecánicamente deshidratado, que llega después de la salida del pozo de caída provisto de una esclusa de rueda celular o de una válvula de doble péndulo a una cinta transportadora porosa, donde es tratado con vapor de agua de 100 a 125°C, aportándose el vapor en una forma adecuada y vaporizándose el producto. El polvo arrastrado por el vapor se separa en un ciclón, que está bloqueado contra la cinta transportadora que se encuentra en un sistema cerrado, por medio de una esclusa de rueda celular o de una válvula de doble péndulo. El vapor de agua que pasa por encima de la cabeza del ciclón se separa en un separador conectado detrás del mismo. Este separador está conectado al sistema de desgasificación de la instalación, y el cloruro de vinilo se recupera de la forma antes descrita. Al final de la cinta de transporte se encuentra
- 5.
 - 10.
 - 15.
 - 20.
 - 25.
 - 30.



5. delante de la entrada al sistema de secado otra esclusa de rueda celular u otra válvula de doble péndulo, que evita la penetración del vapor de agua en el sistema de secado. En vez de la cinta transportadora puede emplearse también un canal de Polysius, lograndose aparte de la eliminación del cloruro de vinilo el transporte del polvo persoplado con vapor de agua.

	Contenido de agua de la muestra % de peso	Duración del tratamiento con vapor (min)	Contenido de VC de la muestra ppm
10.	A) 30	0	4100
	B) 31	1	2
	C) 32	2	1
	D) 32	5	1

Ejemplo 2:

15. 2450 partes de cloruro de vinilo se polimerizan, desgasifican y centrifugan tal como se describe en el primer ejemplo durante 7 horas a 58°C y bajo una presión de 8,6 atmósferas relativas en presencia de 3300 partes de agua, 0,14 partes de un éster de celulosa, 0,04 partes de un éster parcial de un poliolo y 0,2 partes de dilauroilperóxido.

20. 200 g de un polimerizado de suspensión del valor-K 68 fabricado de esta forma, que contiene el 24% de su peso de agua y 4200 ppm de cloruro de vinilo, se someten al tratamiento con vapor de agua de 100°C descritos bajo 1):

	Contenido de agua de la muestra % de peso	Duración del tratamiento con vapor min	Contenido de VC de la muestra ppm
25.	A) 24	0	4200
	B) 25	1	43
	C) 25	2	16
30.	D) 26	5	3.



Ejemplo 3:

- 1325 partes del copolímero de etileno-acetato de vinilo del valor-K 66 se polimerizan por injertos, se desgasifican y dentrifugan tal como se describe en el ejemplo 1 durante
5. 8 horas a 61° C y una presión de 9 atmósferas relativas en presencia de 3500 partes de agua, 0,6 partes de un éter de celulosa, 0,2 partes de K_2HPO_4 y 0,02 partes de nitrilo de azo-diiso-ácido butírico con 1640 partes de cloruro de vinilo.
10. 200 g del polimerizado por injertos del valor-K 77 fabricado de esta forma con un porcentaje de agua del 17 por cien de sus peso y 870 ppm de cloruro de vinilo se tratan de la forma descrita bajo 1) con vapor de agua de 100° C:

	Contenido de agua de la muestra % de peso	Duración del tratamiento con vapor min	Contenido de VC de la muestra ppm
15.	A) 17	0	870
	B) 18	1	21
	C) 18	2	14
	D) 19	5	7

20. Ejemplo 4:

- Un cloruro de polivinilo húmedo fabricado según el procedimiento descrito en el ejemplo 1, se condujo de forma continua en una cantidad de 5 t/h a través de una esclusa en la cabeza a un tubo de caída de 20 m de largo y 1000 mm de diámetro. Al encuentro del producto que cae libremente se lleva vapor sobresalentado a 95° C en una cantidad de 1 t/h.
25. El PVC desgasificado se saca al pie del tubo de caída a través de una esclusa. La mezcla de VC/vapor se retira de la cabeza del tubo de caída y se conduce a un condensador.
30. El tiempo medio de permanencia del producto en el tubo de



caída es de aproximadamente 15 segundos. El contenido de VC pudo reducirse de aprox. 4000 ppm a 40 ppm.

Ejemplo 5:

5. Se procedió como en el ejemplo 4, pero la longitud del tubo de caída era de solo 5 m y el tubo de caída desembocó abajo en un recipiente en forma de embudo con paredes porosas, a través de las cuales se condujo una corriente de vapor de 0,5 t/h al sistema. El tiempo medio de permanencia del PVC era de 5 minutos.
10. El contenido de VC bajó de 4000 ppm a <10 ppm.

Ejemplo 6:

15. 200 kg de un cloruro de polivinilo polimerizado y deshidratado previamente según el ejemplo 1, se llevaron a través de una esclusa a un secador de lecho fluidizado de funcionamiento discontinuo con un diámetro de 1,2 m. A través del fondo de solplado se añaden al producto en el plazo de 5 minutos kg de vapor de 90° C. La mezcla de VC/vapor se sace y se conduce a un condensador. El contenido de monómeros restante - disminuyó de 4000 ppm a <10 ppm.
20. El polímetro así desgasificado se seca a continuación - con aire caliente, que se conduce igualmente a través del fondo de soplado.

Ejemplo 7:

25. El PVC polimerizado y deshidratado previamente según el - ejemplo 1 se conduce a través de una esclusa a un tambor giratorio inclinado provisto de palas cargadoras en una cantidad de 1 t/h. El diámetro del tambor es de 800 mm. la longitud de 3000 mm y el número de revoluciones de 4 r.p.m. En - contra de la corriente del producto se llevan 200 kg/h. de
30. 85° C. Los vahos de VC/vapor se separan en la entrada del -



producto y se conducen a un condensador. El PVC desgasificado se saca a través de una esclusa. El tiempo medio de permanencia del producto es de 10 minutos. El contenido de VC bajó de 4000 ppm a <10 ppm.

5. Ejemplo 8:

El pVC polimerizado según el ejemplo 1 se conduce en una cantidad de 500 kg/h como suspensión acuosa del 25% a un filtro plano cerrado con una superficie filtrante de 0,25 m². Al filtro se adapta un vacío de 150 torr. Por encima del plato del filtro se llevan al filtro 20 kg/h de vapor de 95° C, que pasa por la torta de filtración y es retirado en el lado de aspiración junto con los monómeros. Con un tiempo medio de permanencia del PVC en el filtro de 1 minuto, el contenido de VC se redujo de unos 4500 ppm a 25 ppm.

15. Ejemplo 9:

Un cloruro de polivinilo húmedo fabricado según el procedimiento indicado en el ejemplo 1 se conduce a través de una esclusa en la cabeza y en una cantidad de 5 t/h a un tubo de caída de 20 m de largo y 1000 mm de diámetro. En contra del producto que cae libremente se lleva vapor sobrecalentado de 140° C en una cantidad de 1 t/h. El cloruro de polivinilo desgasificado se saca a través de una esclusa al pie del tubo de caída. La mezcla de cloruro de vinilo/vapor se separa en la cabeza del tubo de caída y se conduce a un condensador. El tiempo medio de permanencia del producto en el tubo de caída es de aproximadamente 15 segundos. El contenido de cloruro de vinilo pudo reducirse de aproximadamente 4000 ppm a <10 ppm.

25. Ejemplo 10:

Se procedió como en el ejemplo 1, pero la longitud del tubo de caída era de solo 5 mm y el tubo de caída desembocó abajo



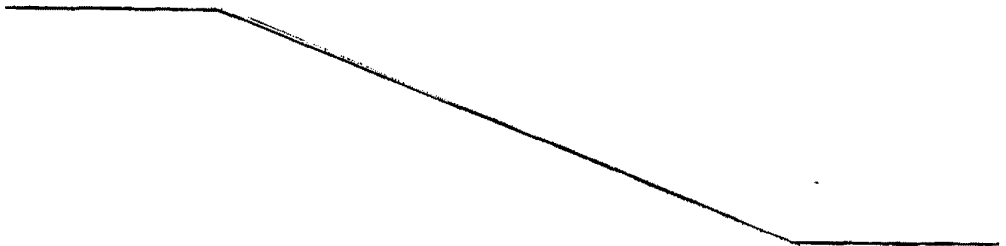
- en un recipiente en forma de embudo con paredes porosas, a través de las cuales se condujo una corriente de vapor de 0,5 t/h al sistema. El tiempo medio de permanencia del cloruro de polivinilo era de 5 minutos. El contenido de cloruro de vinilo bajó de aproximadamente 4000 ppm a < 5 ppm.
- 5.

Ejemplo 11:

- 200 kg del cloruro de polivinilo polimerizado y deshidratado previamente según el ejemplo 1 se conducen a través de una esclusa a un secador de lecho fluidizado de funcionamiento discontinuo con un diámetro de 1,2 m. A través del fondo de soplado se añaden al producto en el plazo de 1 minuto 10 kg de vapor de 130°C. La mezcla de cloruro de vinilo/vapor se separa y se conduce a un condensador. El contenido de monómeros restante se seca a continuación con aire caliente, que se conduce igualmente a través del fondo de soplado.
- 10.
- 15.

Ejemplo 12:

- El cloruro de polivinilo polimerizado según el ejemplo 1 se lleva en una cantidad de 500 Kg/h como una suspensión acuosa del 25% a un filtro plano cerrado de una superficie filtrante de 0,25 m². Al filtro se adapta un vacío de 150 torr. Por encima del plato del filtro se conducen al filtro 20 kg/h de vapor de 130°C, que pasan por la torta de filtración y se sacan por el lado de aspiración junto con los monómeros. Con un tiempo medio de permanencia del cloruro de polivinilo en el filtro de 1 minuto, se redujo el contenido de cloruro de vinilo de aproximadamente 4500 ppm a < 10 ppm.
- 20.
- 25.





N O T A

- Hecha la descripción del presente invento se hace constar que esta solicitud se acoge a las prioridades de las solicitudes alemanas números P 24 30 901.1-44, P24 41290.6 y P 24 41 289.3 depositadas en 27 Junio 1974, 29 Agosto 1974, y 29 Agosto 1974, respondiendo al principio de unidad de invención
5. Reivindicaciones 1, 7, 8 y 9, comunes a las tres; Reivindicaciones 2, corresponde a la P 24 30 901.1-44; Reivindicaciones 3 y 4, corresponden a la P 24 41 289.3 y Reivindicaciones 5 y 6 corresponden a la P 24 41 290.6., y que se declaran como
10. nuevas y de propia invención las reivindicaciones siguientes:
- 1.- Procedimiento para la reducción de la riqueza en cloruro de vinilo en los polimerizados del cloruro de vinilo, - por tratamiento con vapor de agua, caracterizado porque los polimerizados de suspensión húmedos por agua del cloruro de vinilo son traspasados por vapor de agua con unas temperaturas de 80 a 150°C.
15. 2.- Procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado porque la duración del tratamiento con vapor es de 30 segundos a 10 minutos.
20. 3.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque el polimerizado húmedo por agua es tratado con vapor de agua con una temperatura de 80 a 125°C y porque la duración del tratamiento con vapor es de 10 segundos a 10 minutos.
25. 4.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el polimerizado húmedo por agua es tratado con vapor de agua de una temperatura de 80 a 125°C y porque el tiempo de duración del tratamiento con vapor es de 30 segun-



dos a 5 minutos.

5. 5.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque el polimerizado húmedo por agua es tratado con vapor de agua de una temperatura de 125 a 150° C y porque la duración del tratamiento con vapor es de 5 segundos a 5 minutos.

10. 6.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque el polimerizado húmedo por agua es tratado con vapor de agua de una temperatura de 125 a 150° C y porque la duración del tratamiento con vapor es de 15 segundos a 2 minutos.

7.- Procedimiento, según las reivindicaciones 1 a 3, - caracterizado porque el contenido de agua del polimerizado húmedo por agua es del 15 al 35 por cien del peso.

15. 8.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque la relación del peso entre el polimerizado y el vapor de agua es de 50 : 2 hasta 50 : 50.

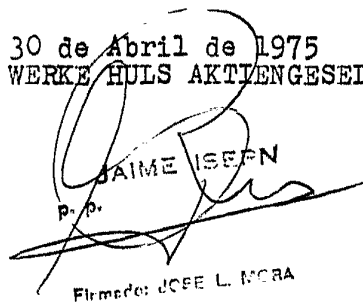
20. 9.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque de los vapores del tratamiento con vapor de agua se recupera el cloruro de vinilo.

10.- Procedimiento para la reducción de la riqueza en cloruro de vinilo monómero en los polimerizados del cloruro de vinilo.

25. Según se describe y reivindica en la presente Memoria que consta de 17 hojas foliadas y mecanografiadas por una sola cara.

Madrid, a 30 de Abril de 1975
CHEMISCHE WERKE HULS AKTIENGESELLSCHAT.

p.a.


JAIME ISEFN
p.p.
Firmado: JOSE L. MORÁ