



PATENTE DE INVENCION

19 ES (11) NUMERO (10) A1
21 449338
22 FECHA DE PRESENTACION
28-6-76
28 JUN 1976

30 PRIORIDADES:		
31 NUMERO	32 FECHA	33 PAIS
592.119	1-7-75	Estados Unidos

47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C08F	

64 TITULO DE LA INVENCION

UN PROCEDIMIENTO PARA SEPARAR EL CLORURO DE VINILO MONOMERO RESIDUAL DE UN POLIMERO DE POLI(CLORURO DE VINILO)

71 SOLICITANTE (ES)

THE.B.F. GOODRICH COMPANY

DOMICILIO DEL SOLICITANTE

500 South Main Street, Akron, Ohio 44318 Estados Unidos

72 INVENTOR (ES)

Ronald Joseph Davis, Alan Robert Berens, George Richmond Huddleston y Donald Edward Witenhafer todos ellos de nacionalidad estadounidense se los cuales han cedido sus derechos a la compañía solicitante.

73 TITULAR (ES)

74 REPRESENTANTE

D. BERNARDO UNGRIA GOIBURU



1

RESUMEN DE LA INVENCION

Un homopolímero o copolímero de poli(cloruro de vinilo) en forma de pasta húmeda, que contiene altas proporciones de cloruro de vinilo monómero residual, se purifica del monómero residual en un procedimiento donde el polímero se pone en contacto con un gas caliente tal como vapor de agua saturado a la presión atmosférica o más alta. Pueden obtenerse bajos niveles de cloruro de vinilo monómero residual (inferiores a 1 ppm).

10

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

El polímero poli(cloruro de vinilo) (PVC), ya sea homopolímero o copolímero conteniendo predominantemente unidades interpolimerizadas de cloruro de vinilo monómero, es muy conocido en la técnica como plástico versátil. El PVC se obtiene empleando muchos tipos de procedimientos, entre los que se encuentran los procesos de polimerización en emulsión (látex), solución, suspensión y en masa. Cualquiera que sea el procedimiento empleado, sin embargo, nunca se obtiene una conversión total del cloruro de vinilo monómero en polímero. Esto da lugar a un cloruro de vinilo monómero residual (VCM) frecuentemente disuelto o atrapado en el polímero PVC.

15

20

25

Un método para separar el VCM residual del polímero consiste en calentar el PVC hasta unos 180°F (82°C) para volatilizar el VCM y separarlo por evaporación. El procedimiento se lleva a cabo a presión reducida (vacío) para facilitar



1 La separación del VCM. Como ejemplo del estado de la técnica en la sepa-
ración del VCM, una operación típica de separación se rea-
lizaría a unos 170°F (77°C) y 400 a 450 mm de mercurio abso-
lutos. No se emplean temperaturas considerablemente más
5 altas por temor a degradar el PVC. Una patente recientemente
concedida a la Solvay and Company (patente belga 793.505,
concedida el 29 de Junio de 1973) describe una técnica de
separación del VCM del PVC que consiste en condensar vapor
de agua sobre el polímero PVC calentándolo con ello por en-
10 cima de su temperatura de transición vítrea y después apli-
car vacío para evaporar el agua y el VCM. La evaporación del
agua y VCM enfría al PVC por debajo de su temperatura de
transición vítrea. También aquí la separación del VCM se rea-
liza a vacío.

15

COMPENDIO DE LA INVENCION

Un procedimiento mejorado de reducir el contenido en
VCM residual de los polímeros de PVC consiste en poner en
contacto un polímero PVC que contiene niveles inaceptable-
mente altos de VCM con un gas caliente, tal como vapor de
20 agua, a una temperatura de unos 200°F (93°C) a 270°F
(132°C) y a la presión atmosférica o más alta. Se saca la
mezcla de gas caliente y VCM y se recupera el VCM para ser
utilizado de nuevo.

25

DESCRIPCION DE LA INVENCION

Los homopolímeros o copolímeros de poli(cloruro de



1 vinilo) (denominados en lo que sigue PVC) pueden ser pre-
parados utilizando técnicas de polimerización en emulsión,
suspensión, solución o en masa conocidas en este campo. Des-
graciadamente, ninguna técnica o procedimiento de polime-
5 rización convierte la cantidad total de cloruro de vinilo
monómero (denominado en lo que sigue VCM) en polímero. Gran
parte del VCM que no ha reaccionado se disuelve o es atrapa-
do por el polímero PVC. Si no se separa, el VCM es liberado
más tarde en el procesado posterior y/o uso del polímero.
10 Debido a las recientes normas sobre contaminación y toxicidad
propuestas por la Agencia de Protección del Ambiente y
establecidas por el Consejo sobre Salud y Seguridad Ocupa-
cional de Estados Unidos, un nivel de VCM residual en PVC
del orden de centenares de partes por millón (ppm) es ina-
15 ceptablemente alto. El PVC debe ser post-tratado para sepa-
rar el VCM hasta niveles bajos (hasta 10 ppm y, preferible-
mente, hasta menos de 1 ppm).

Un procedimiento conocido para separar el VCM resi-
dual del polímero PVC consiste en calentar el polímero has-
20 ta unos 180°F (82°C) a vacío para liberar y vaporizar el
VCM. Inesperadamente se ha descubierto que el VCM residual
puede ser separado eficaz y efectivamente del polímero PVC
poniendo en contacto el polímero con un gas caliente a una
temperatura de unos 200°F (93°C) a unos 270°F (132°C) y a
25 la presión atmosférica o más alta. Utilizando el nuevo pro-



1 cedimiento se han obtenido unos contenidos de VCM residual
en el PVC tan bajos como 0,5 ppm. El polímero PVC no es de-
gradado en este proceso.

5 En el procedimiento puede utilizarse cualquier polí-
mero PVC, ya sea homopolímero o copolímero o un polímero
superior. Naturalmente, el uso de un polímero PVC con po-
ca estabilidad térmica o un punto de fusión o de ablandamien-
to muy por debajo de 200°F (93°C) no es favorable. El peso
molecular del polímero PVC no es crítico. Preferiblemente,
10 el polímero PVC utilizado ha de ser poroso y se han obtenido
excelentes resultados utilizando un polímero PVC de porosi-
dad uniforme.

15 Los polímeros de unidades interpolimerizadas de clo-
ruro de vinilo monómero con monómeros vinilidénicos copoli-
merizables tales como bromuro de vinilo, cloruro de vinili-
deno, α -olefinas como etileno y propileno, ácidos acrílico
y metacrílico, acrilatos y metacrilatos como acrilato de eti-
lo y metacrilato de metilo, vinilaromáticos como estireno
y viniltolueno y similares y mezclas de estos monómeros, son
20 conocidos en la técnica o pueden ser preparados por procedi-
mientos conocidos. Uno cualquier o todos estos polímeros PVC
puede contener niveles inaceptablemente altos de VCM. Por lo
tanto, puede utilizarse el nuevo procedimiento de esta in-
vención para separar el VCM residual.

25 El polímero PVC puede ser preparado empleando cual-



1 quier método o técnica conocidos en este campo. Pueden em-
plearse procedimientos de polimerización en emulsión, sus-
pensión, solución y en masa. El procedimiento de la inven-
5 ción se aplica al PVC en partículas conteniendo cantidades
residuales de VCM y el método de polimerización utilizado
para preparar el PVC no es crítico. Sin embargo, si el po-
límico PVC no se prepara mediante una polimerización que
una vez completada forme partículas de PVC, el polímero
debe ser aislado en forma de partículas antes de utilizar
10 el procedimiento de separación del VCM. El tamaño real de
la partícula no es crítico ya que la separación del VCM se
producirá en todos los casos. Sin embargo, la separación
del VCM es más rápida si el tamaño de partícula del PVC
es inferior a 200 micras. Típicamente, el polímero PVC
15 utilizado en el proceso de separación tiene un contenido en
VCM residual superior a 1000 ppm en peso de VCM en el polí-
mero y puede contener hasta 100.000 ppm de VCM y más.

El intervalo de temperaturas empleado en el proce-
dimiento está comprendido aproximadamente entre 200°F (93°C)
20 y 270°F (132°C) y todavía mejor entre unos 212°F (100°C) y
240°F (118°C). La separación se realiza a la presión atmos-
férica o más alta. Un intervalo de presión normal es el de
0 psig a unas 25 psig (0 a 1,75 kg/cm² manométricos). El po-
límico PVC se pone en contacto con un gas caliente que sir-
25 ve para calentar al polímero y actuar como vehículo del VCM.



1 El gas es preferiblemente un gas inerte tal como nitrógeno
o helio y no es un gas que provoque la oxidación del polí-
mero como oxígeno. El aire caliente, como contiene en su
mayor parte gases inertes, es útil. Un gas preferido es el
5 vapor de agua saturado. Las temperaturas y presiones del
vapor de agua saturado son muy conocidas y pueden encontrar-
se en las tablas del vapor de agua saturado (véase Chemical
Engineers Handbook, tercera edición, McGraw-Hill Book Co.,
Inc. (1950), págs. 277-278). El uso de vapor de agua satu-
10 rado como gas caliente calienta al polímero PVC, proporci-
ona una presión positiva en la zona de separación y actúa co-
mo vehículo del VCM.

El polímero PVC se utiliza en forma de suspensión de
partículas de polímero PVC en un vehículo líquido. La forma
15 de suspensión facilita el bombeo y la agitación de las par-
tículas. El vehículo líquido puede ser cualquier no disol-
vente del polímero PVC con un punto de ebullición relativa-
mente alto (superior a 70°C). Son ejemplos de estos vehícu-
los líquidos el etanol, butanol, ciclohexano, agua y simi-
20 lares. El vehículo líquido preferido es el agua. El conteni-
do total en sólidos de la suspensión de PVC puede variar
desde un porcentaje en peso muy bajo de sólidos hasta un
contenido total de sólidos para el que la suspensión apenas
puede ser bombeada. Como cuestión práctica, los sólidos to-
25 tales de la suspensión de PVC oscilan aproximadamente entre



1 5 % en peso y 80 % en peso del polímero PVC en la suspen-
sión. La suspensión de polímero PVC puede ponerse en con-
tacto con el gas caliente de diversas formas. Pueden mezclar-
se entre sí en una caldera cerrada la suspensión de PVC y el
5 gas caliente, puede mezclarse la suspensión de PVC y el gas
caliente y expulsarse juntos a una zona de presión más baja
o pueden ponerse en contacto la suspensión de PVC y el gas
caliente en una operación de flujo en contracorriente.

Como realización del nuevo procedimiento, la suspen-
10 sión de PVC puede ser purificada en una caldera. La suspen-
sión de polímero de PVC se introduce en una vasija cerrada,
que puede ser una vasija de polimerización o un tanque de
retención, y se introducen gases calientes en la vasija. Pa-
ra asegurar un buen contacto entre el PVC y los gases calien-
15 tes, estos últimos se introducen normalmente en el fondo de
la vasija. Agitando el PVC puede favorecerse el contacto.
La presión en la vasija es la atmosférica o más alta y normal-
mente oscila entre 0 psig (0 kg/cm²) y unas 20 psig (1,4 kg/
cm² manométricos). Las temperaturas en la vasija y las del
20 polímero PVC oscilan aproximadamente entre 200°F (93°C) y
250°F (121°C) y preferiblemente entre unos 200°F (93°C) y
220°F (104°C). Los tiempos de contacto varían con la capaci-
dad de la vasija y oscilan entre 5 y 60 minutos o más, aproxi-
madamente. La estabilidad del PVC a temperaturas elevadas es
25 un fenómeno de tiempo-temperatura. Por lo tanto, deben emplear



1 se tiempos de contacto más cortos a medida que se eleva la
temperatura. El gas caliente y el VCM se sacan del espacio
de vapor de la vasija y se recupera el VCM. El PVC se bom-
5 a un secadero. Puede obtenerse un contenido de VCM residual
de 4 ppm o menos. Inesperadamente se ha descubierto que no
solamente el VCM residual es eficaz y efectivamente separa-
do del polímero PVC sino que el polímero PVC producido no ha
sido significativamente degradado en el proceso. Antes de es-
10 te descubrimiento se creía en general que cualquier opera-
ción de proceso que calentara el PVC por encima de 180°F
(82°C) ejercería un intenso efecto perjudicial sobre el PVC
y su estabilidad posterior. En las condiciones preferidas
de operación, se observa poca o ninguna degradación del PVC.

15 Otra realización de este procedimiento consiste en
mezclar la suspensión de polímero PVC y el gas caliente a
las temperaturas y presiones antes descritas e inyectar la
mezcla en una zona (por ejemplo una caldera) de presión
más baja (no a vacío). El procedimiento puede utilizar una
20 operación de evaporación instantánea individual, una evapo-
ración instantánea con reciclado donde el gas caliente y el
VCM se sacan del espacio de vapor de la caldera después de
la inyección en la caldera y el PVC se bombea de nuevo a
una zona donde vuelve a ser mezclado con el gas caliente
25 o evaporación instantánea en fases múltiples donde la sus-



1 pensión de PVC se mezcla con el gas caliente y la mezcla
se inyecta en una primera caldera y después se repite el
proceso en calderas subsiguientes. Se han estudiado tempe-
raturas de hasta 250°F (121°C) y más altas utilizando la
5 operación de evaporación instantánea. La mezcla de gas ca-
liente y suspensión de PVC se evapora en una caldera a la
presión atmosférica. La suspensión de PVC se utiliza con
un contenido total en sólidos del orden del 35 % en peso.

10 Una realización preferida del nuevo procedimiento
consiste en poner en contacto la suspensión de polímero PVC
y el gas caliente en una columna de destilación. El gas ca-
liente empleado es vapor de agua saturado. En oposición con
el procedimiento discontinuo realizado en una caldera, aquí
el polímero PVC, en forma de suspensión, se bombea a la co-
15 lumna de destilación en la parte superior de la columna o
próxima a ella. El caudal puede variar con la capacidad de
la columna, el nivel de VCM residual en el PVC, el tamaño de
partícula y la porosidad del polímero PVC y con las tempera-
turas y presiones de operación. Los caudales empleados en las
20 instalaciones de producción pueden variar entre unas 100 li-
bras (45 kg) de resina por hora y 20.000 libras (9080 kg) de
resina por hora y más. El vapor de agua se introduce en la
columna en su parte inferior o próxima a ella. Por lo tanto,
el PVC y el vapor de agua se mueven en contracorriente. La
25 presión y la temperatura dentro de la columna pueden ser con-



1 troladas empleando cualquier técnica conocida como camisa
externa, serpentines de calefacción internos y gases compri-
midos. Sin embargo, es práctico y cómodo utilizar vapor de
agua saturado en una columna que pueda resistir la presión
5 para calentar y presurizar el PVC y la columna. Por ejemplo,
el vapor de agua saturado a una presión absoluta de 20 psi
(1,4 kg/cm²) tiene una temperatura de 228°F (109°C) y a 25
psi absolutos (1,76 kg/cm² absolutos) tiene una temperatura
de 240°F (116°C). La cantidad de vapor de agua introducida
10 en la columna varía con el caudal de la suspensión de PVC
y con el diseño de la columna.

El vapor de agua y el polímero PVC entran en contacto
en la columna de destilación. Se prefiere que la columna de
destilación sea una columna de platos para contribuir a con-
15 trolar el flujo y favorecer un contacto más uniforme. La
altura y anchura de la columna y el número de platos y su se-
paración y diseño son todos ellos variables de diseño fácil-
mente calculables con un conocimiento de los caudales y pro-
piedades de la suspensión de PVC.

20 En un método preferido de operación del proceso en
columna de destilación, el polímero PVC es bombeado desde un
tanque de alimentación de suspensión de PVC a una columna de
destilación de platos, cerca de su parte superior. Cerca del
fondo de la columna se introduce vapor de agua saturado a
25 unos 235°F (113°C). La presión absoluta en la columna es



1 alrededor de 22 psi (1,55 kg/cm²). El tiempo total de contac-
to en la columna varía con el caudal y con la capacidad de la
misma. Con una columna con un diámetro externo de 30" (76,2
cm), con 17 platos y un caudal de alrededor de 5000 libras
5 (2268 kg) de PVC por hora, el tiempo de residencia total en
la columna es de unos 3 minutos a 15 minutos. El polímero
PVC sale de la columna por su parte inferior y es bombeado
a un tanque de retención o a un secadero. El vapor de agua
con el monómero VCM sale por la parte superior de la columna
10 y pasa a un receptáculo de condensado donde el vapor de agua
es después condensado a agua y el VCM es recuperado. El polí-
mero PVC que entra en la columna contiene un promedio de alre-
dedor de 20.000 ppm de VCM residual. El polímero PVC que sa-
le de la columna contiene un promedio de alrededor de 10 ppm
15 de VCM residual en el polímero. Puede obtenerse un contenido
en VCM residual en el polímero PVC inferior a 1 ppm.

El contenido en VCM residual en el polímero PVC se
determinó por análisis cromatográfico de gases del PVC en
partículas, utilizando un calibrado previamente establecido.
20 La estabilidad de la resina PVC antes y después de la opera-
ción de separación puede ser determinada empleando ensayos
comparativos de envejecimiento en estufa, realizados frente
a un control o utilizando un ensayo de estabilidad térmica
en el viscosímetro capilar, donde la resina se mezcla con
25 una cierta cantidad de estabilizante (si se desea), se intro-



1 duce en el bulbo del viscosímetro capilar, se calienta a
210°C y se extruye lentamente. El oscurecimiento de la re-
sina al extruirla indica que se ha producido degradación del
polímero PVC. Los ensayos comparativos entre un polímero PVC
5 no sometido al nuevo procedimiento de separación y un PVC
purificado por el procedimiento de esta invención presentan
poco o ningún cambio en el tiempo necesario para desarrollar
color (oscurecimiento de la resina).

Los siguientes ejemplos ilustran la invención.

10

EJEMPLOS

Los experimentos donde la suspensión de polímero PVC
y gas caliente (vapor de agua) se mezclan utilizando un apa-
rato del tipo de caldera han demostrado la posibilidad de
utilizar este método para eliminar el VCM residual del polí-
15 mero PVC a temperaturas superiores a 200°F (93°C) y presio-
nes iguales a la atmosférica y más altas, sin degradar al po-
límero. Pueden obtenerse unos contenidos en VCM residual en
el PVC inferiores a 10 ppm. Aunque se cree que podría obte-
nerse una separación del VCM más eficiente con un flujo en
20 contracorriente de la suspensión de PVC y el gas caliente, con
lo que puede provocarse la difusión máxima del VCM. Además,
utilizando una operación de separación continua en lugar de
la operación discontinua en un aparato del tipo de caldera,
es necesaria una menor capacidad y se consigue una mayor pro-
25 ductividad. Por lo tanto, los experimentos se han centrado en



1 el uso de una columna de destilación para poner en práctica
el nuevo procedimiento. Estos experimentos se realizaron en
dos fases; a saber: a nivel de escala de laboratorio y a ni-
vel de planta piloto.

5 A nivel de laboratorio, el aparato utilizado era una
columna de destilación de 6" (15,2 cm) de diámetro y 8 platos.
La columna contenía diferentes diseños de platos y se evalua-
ron 6 diseños diferentes (un diseño de plato borboteador y
cinco variantes de platos de rejilla con áreas abiertas com-
10 prendidas entre 1 y aproximadamente 10 %, determinadas por
el tamaño y el número de los orificios). El nivel de líquido
en todos los platos, independientemente de su diseño, era
alrededor de 1,5" (38,1 mm) para todas las pruebas experimen-
tales. La suspensión de PVC se utilizó a una concentración
15 de sólidos totales del 25 % en peso en agua como vehículo
líquido. La suspensión de PVC fué bombeada a la columna por
encima del primer plato a un caudal de alrededor de 2 a 45
libras (0,908 a 20,4 kg) de resina por hora. El caudal con-
trola el tiempo de residencia. Como la capacidad de la co-
20 lumna era alrededor de 1,4 galones (5,30 litros), el tiempo
de residencia en la columna, basado sobre los caudales antes
dados, osciló entre 2 y 45 minutos aproximadamente. El VCM
residual inicial en el polímero PVC era alrededor de 1000
a 2000 ppm. Se obtuvieron unos niveles de VCM residual en
25 el PVC purificado tan bajos como 10 ppm. Se determinó el con



1 tenido en VCM por análisis cromatográfico de gases.

Experimento A

5 Se realizó una serie de pruebas en la columna de
destilación utilizando un diseño corriente de platos de re-
jilla en toda la serie. Las operaciones se realizaron a
unos 215°F (102°C) y una presión absoluta de unas 16 psi
(1,12 kg/cm²). El PVC utilizado era una suspensión de homo-
polímero PVC con un tamaño promedio de partícula de alrede-
dor de 130 micras y una porosidad de alrededor de 0,14 cc/g.
10 A caudales de la suspensión de PVC de aproximadamente 12 a
44 libras (5,44 a 19,96 kg) de PVC por hora, el tiempo de
residencia varió entre 2 minutos y unos 8 minutos. Se evaluó
la eficiencia de separación del VCM, a los diferentes caudales,
midiendo el contenido en VCM antes de la entrada en la colum-
15 na y después de la salida. El porcentaje de eliminación de
VCM residual varió entre alrededor de 60 % y 98 % en peso
(calculado sobre el contenido original en VCM en el polí-
mero PVC). Con tiempos de residencia mayores (6 a 8 minutos)
se obtuvo una mayor eficiencia de separación, indicando que
20 existe un equilibrio entre el caudal y las condiciones de
operación para la separación óptima de VCM en la operación
de destilado.

Experimento B

25 Se realizó una serie de pruebas en la columna de des-
tilación utilizando un diseño corriente de platos de rejilla



1 y un caudal común para todas las operaciones. En estas prue-
bas también se empleó el polímero PVC y la suspensión utili-
zados en el Experimento A. El objeto de esta serie de pruebas
era explorar los efectos de la temperatura y de la presión
5 sobre la separación del VCM del polímero PVC. Como gas ca-
liente se utilizó vapor de agua saturado. De nuevo se midió
el VCM residual en el PVC a la entrada y a la salida de la
columna. Los resultados de las pruebas se encuentran en la
siguiente tabla.

10

<u>Temperatura</u> (°C)	<u>Presión</u> (mm de Hg)	<u>Porcentaje de</u> <u>eliminación</u> <u>del VCM residual</u>
Tiempo de residencia de 4 minutos		
77	300	20
94	630	55
15 100	760	75
109	1100	97,5
110	1150	98,5
Tiempo de residencia de 12 minutos		
20 77	300	50
94	630	85
100	760	93
109	1100	>99
110	1150	>99

25 Estos datos ponen de manifiesto el inesperado resul-
tado de que se consigue una separación mucho más efectiva y



1 eficiente del VCM residual en condiciones de temperatura
y presión más altas. Antes de este descubrimiento, se creía
en general que era necesario separar el VCM a presión redu-
cida (vacío) para eliminar eficazmente el monómero residual
5 del polímero. Se evaluaron unas condiciones de operación de
unos 200°F (93°C) a unos 270°F (132°C), a presiones compren-
didas entre la atmosférica y unas 40 psi absolutas (2,8 kg/
cm² absolutos). Dentro de este intervalo se observó poca o
ninguna degradación del polímero PVC.

10 Escala de planta piloto

Basándose en los favorables resultados obtenidos en
los experimentos con columna de destilación a escala de la-
boratorio, se proyectaron unas pruebas para evaluar la posi-
bilidad de utilizar el método a mayor escala. De nuevo se
15 seleccionó una columna de destilación en la que realizar y
evaluar el nuevo procedimiento. La columna utilizada era una
columna de destilación de 30" (76,2 cm) de diámetro con 18 pla-
tos (del tipo de rejilla). La capacidad de la columna estaba
limitada por su punto de inundación que era alrededor de 50
20 galones/minuto (189 litros/minuto) de alimentación líquida.
La suspensión de PVC se utilizó a un contenido total de só-
lidos de alrededor del 30 % en peso en agua. Los caudales
de polímero PVC fueron alrededor de 1700 libras a 6600 li-
bras (771 a 2994 kg) por hora. El caudal de vapor de agua
25 oscilaba entre 1000 y 4500 libras/hora aproximadamente (454



1 y 2041 kg/hora). Los tiempos de residencia en la columna
variaron entre 1 minuto y 10 minutos aproximadamente (basán-
dose en una capacidad de la columna de unos 98 galones o
371 litros). Se realizaron amplios ensayos a diversos cauda-
5 les de suspensión de polímero PVC y/o vapor de agua y a di-
ferentes temperaturas y presiones de operación.

EJEMPLO 1

Un homopolímero PVC, utilizado como suspensión al
30 % en peso en agua, se introduce en la columna de destila-
10 ción que opera a 212°F (100°C) y a la presión atmosférica.
El polímero tiene un tamaño promedio de partícula de unas
100 micras y una porosidad de 0,12 cc/g aproximadamente. Los
resultados de los ensayos indican que se ha separado del polí-
mero PVC alrededor del 80 al 90 % del VCM residual.

15	Op.	Caudal de la suspen- sión de PVC ¹ (g/min.)	Caudal de vapor de agua (#/ hora)	Tiempo de residen- cia (mi- nutos)	Contenido en VCM Alimen- tación (ppm)	Salida (ppm)
	1	25	2250	4	460	45
	2	31	3600	3	520	90
20	3	38	4250	2,5	490	80

1 - Para #/hora de PVC, multiplicar g/minuto por 165.

EJEMPLO 2

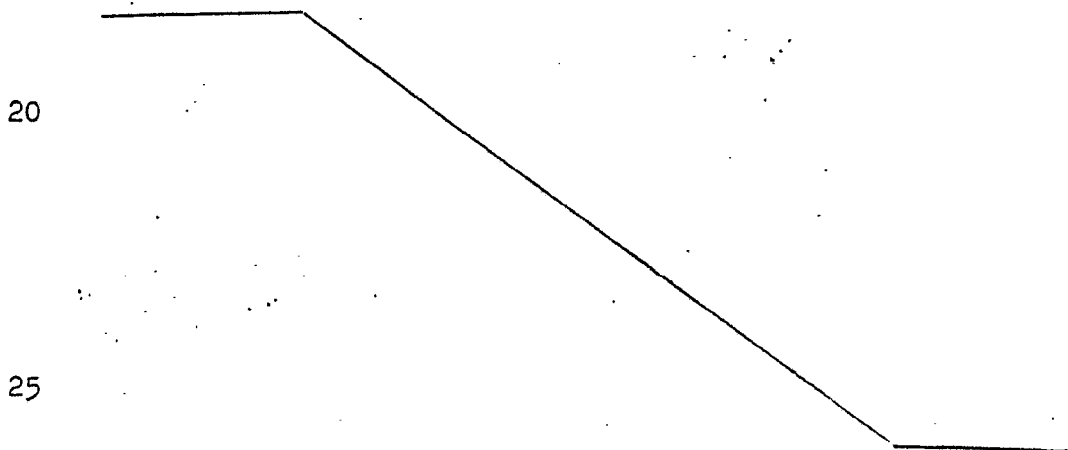
La suspensión de homopolímero PVC utilizada en el
Ejemplo 1 se introduce en la columna a razón de 15 gal/min (56,7
25 gal/min) (2500 #/hora de PVC). El caudal de alimentación de



1 vapor de agua es de 1500 #/hora y el tiempo de residencia
es alrededor de 6,5 minutos. Las condiciones de operación
son 215°F (102°C) y unas 15 psi absolutas (1,05 kg/cm²
absolutos). El contenido inicial en VCM del polímero PVC
5 es de 2460 ppm y el contenido final de VCM residual después
de destilar es de 330 ppm, indicando una separación del
86 % en peso de VCM.

EJEMPLO 3

10 La suspensión de homopolímero PVC empleada en los
ejemplos anteriores se utiliza en una serie de operaciones a
temperaturas, presiones, caudales de la suspensión de PVC y
caudales de vapor de agua variables. Los resultados de es-
tas operaciones se encuentran en la siguiente tabla. En
15 todos los casos, hasta la operación n°5 donde el caudal de
la suspensión de PVC era próximo a 40 gal/min (151,2 l/min)
se separó más del 90% del VCM .





1

Op.	Caudal de la suspensión				Caudal del vapor de agua, #/hora.	Tiempo de residencia, minutos	Contenido en VCM, ppm		Porcentaje de separación
	Temperatura, F (°C)	Presión, psia (kg/cm ² abs.)	de PVC, gal/min (l./min)	de PVC, gal/min (l./min)			Entrada	Salida	
1	221 (105,0)	18 (1,27)	15 (56,7)	1500	6,5	2810	130	95	
2	225 (107,2)	20 (1,41)	15 (56,7)	1500	6,5	2210	130	94	
3	231 (110,5)	22 (1,55)	10 (37,3)	1500	8	2600	120 ¹	96	
4	236 (113,3)	23 (1,62)	25 (94,5)	2000	4	1550	100	94	
5	237 (113,9)	24 (1,69)	38 (143,6)	3250	2,5	950	140	86	

1 - Cerca del fondo de la columna.

10

15

20

25

1

			Caudal de la		
	Tempera-	Presión, psia	suspensión	Caudal del	Tiempo de res:
Op.	tura, °F (°C)	(kg/cm ² abs.)	de PVC, gal/ min (l/min)	vapor de agua, #/hora.	dencia, minu- tos
	221 (105,0)	18 (1,27)	15 (56,7)	1500	6,5
5	225 (107,2)	20 (1,41)	15 (56,7)	1500	6,5
	231 (110,5)	22 (1,55)	10 (37,8)	1500	8
	236 (113,3)	23 (1,62)	25 (94,5)	2000	4
	237 (113,9)	24 (1,69)	38 (143,6)	3250	2,5

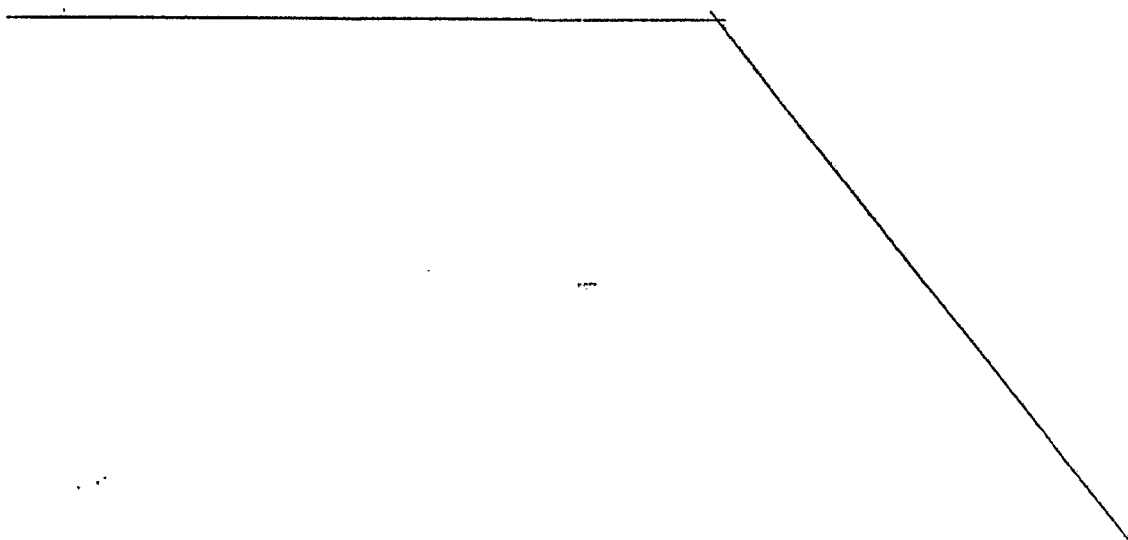
1 - Cerca del fondo de la columna.

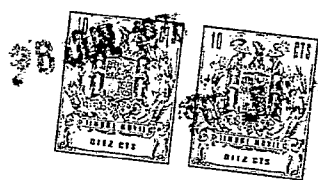
10

15

20

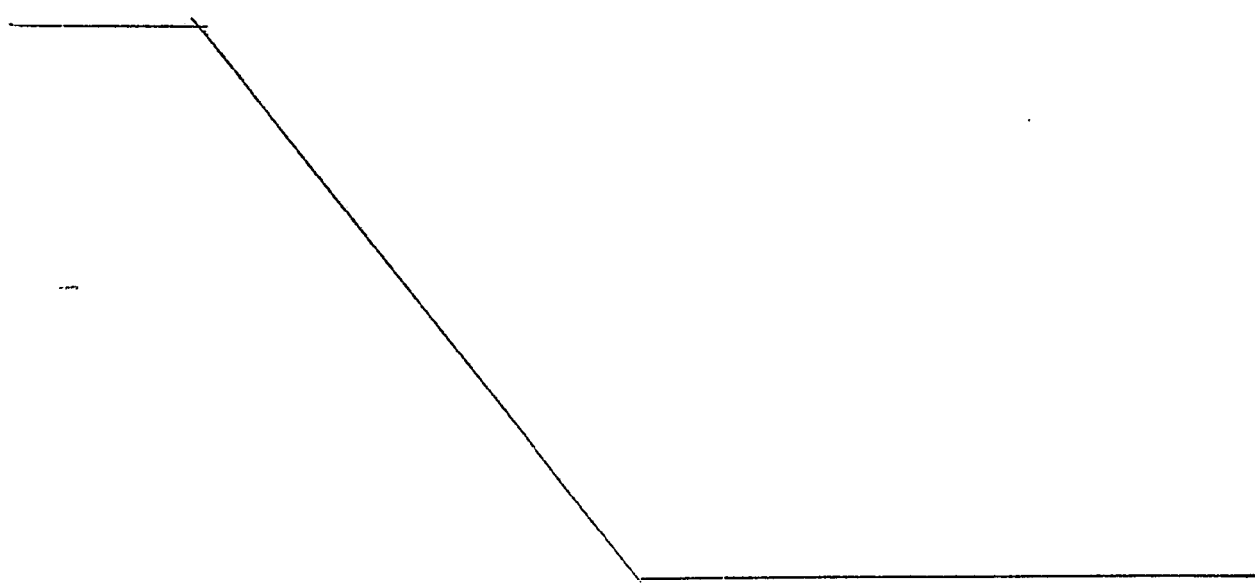
25





Caudal de la

Caudal de la suspensión, de PVC, gal/ min (l/min)	Caudal del vapor de agua, #/hora.	Tiempo de resi- dencia, minu- tos	Contenido en VCM, ppm		Porcentaje de separa- ción
			Entrada	Salida	
15 (56,7)	1500	6,5	2810	130	95
15 (56,7)	1500	6,5	2210	130	94
10 (37,8)	1500	8	2600	120 ¹	96
25 (94,5)	2000	4	1550	100	94
38 (143,6)	3250	2,5	950	140	86





1

EJEMPLO 4

Se determinó la estabilidad de un homopolímero PVC purificado a varias temperaturas y presiones, utilizando el ensayo de estabilidad térmica en viscosímetro capilar. Con fines comparativos se utilizó una muestra del mismo tipo de homopolímero PVC, que no había sido purificado utilizando este nuevo procedimiento. Los datos obtenidos indican que el proceso de purificación tiene poco o ningún efecto sobre la estabilidad térmica del polímero PVC.

10

<u>Condiciones de separación</u>		<u>Minutos para desarrollar el color</u>	
<u>Temperatura, °F (°C)</u>	<u>Presión, psia (kg/cm² abs.)</u>	<u>Control</u>	<u>Muestra purificada</u>
215 (101,7)	15 (1,05)	18	18
232 (111,1)	21 (1,48)	19	18
237 (113,9)	23 (1,62)	19	19

15

EJEMPLO 5

Se realizó una serie de operaciones utilizando un homopolímero PVC con una porosidad de alrededor de 0,15 cc/g y un tamaño promedio de partícula de alrededor de 130 micras. Todas las operaciones se realizaron a 217°F (103°C) y una presión absoluta de 15 a 16 psi (1,05 a 1,12 kg/cm²). Los caudales de la suspensión de polímero PVC y de vapor de agua variaron desde 10 gal/min (1650 libras, 748 kg, por hora de PVC) a 40 gal/min (6600 libras, 2994 kg, por hora de PVC) y los caudales de vapor de agua fueron de 1500

25



1 (680) a 4400 libras (1996 kg) por hora. El tiempo de re-
sistencia varió inversamente con el caudal de la suspen-
sión de PVC y osciló entre 2,5 y 10 minutos. El porcentaje
de separación del VCM monómero residual varió entre 86 %
5 y 99,8 % en peso. A un caudal de 25 gal/min (94,5 l/min) de suspensión
de PVC (4100 libras, 1860 kg, por hora de PVC) y 2000 li-
bras (907 kg) por hora de vapor de agua, se obtuvo un con-
tenido en VCM residual de 3 ppm de un polímero PVC con
un contenido inicial en VCM de 1500 ppm.

10

EJEMPLO 6

Empleando el homopolímero PVC del Ejemplo 5 y operan-
do a 235°F (112°C) y 23 psi (1,62 kg/cm²) de presión abso-
luta, con un caudal de suspensión de 25 gal/min: y un cau-
dal de vapor de agua de 2000 #/hora, el contenido en VCM
15 del polímero se redujo desde 3020 ppm a 25 ppm, lo que
representa un 99,2 % de separación del VCM.

EJEMPLO 7

Se repitió esencialmente la serie experimental de
operaciones realizadas en el Ejemplo 5 pero utilizando
20 una resina de homopolímero PVC con una porosidad de alre-
dedor de 0,25 cc/g y un tamaño promedio de partícula de
unas 130 micras. El PVC es más poroso que los utiliza-
dos en el Ejemplo 1 (0,12 cc/g) y en el Ejemplo 5 (0,15
cc/g). Los tamaños de partícula de los tres tipos de ho-
25 mopolímeros PVC son aproximadamente iguales, del orden



1 de 100 a 130 micras por término medio. En un intervalo
de temperaturas de 215°F (102°C) a 236°F (113°C) y a
presiones comprendidas entre la atmosférica y 23 psi
absolutas (1,62 kg/cm² absolutos), unos caudales de la
5 suspensión de PVC de 15 a 30 gal/min (56,7 a 116,1 l/min) (2500 a
5800 libras, 1134 a 2631 kg, por hora de PVC) y un cau-
dal del vapor de agua de 1500 a 2500 libras (680 a 1134
kg) por hora, el contenido en VCM residual en el políme-
ro PVC, después de la separación, es inferior a 1 ppm
10 en todas las operaciones salvo en una de las 14. En es-
ta última operación, el porcentaje de separación del VCM
es todavía del 99 % en peso.

Habiendo descrito la invención, se considera como
una novedad y, por lo tanto, reclamamos como de nuestra
15 propiedad lo contenido en las siguientes:

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para separar el cloruro de
vinilo monómero residual de un polímero de poli (cloru-
ro de vinilo), que consiste en poner en contacto el polí-
20 mero de poli (cloruro de vinilo) en forma de partículas
con un gas a una temperatura de unos 200°F a unos 270°F
(93°C a 132°C), a la presión atmosférica o más alta y sepa-
rar de la zona de contacto una mezcla que comprende el gas
y el cloruro de vinilo monómero.

25 2. Un procedimiento según la reivindicación, 1 donde



1 la presión absoluta en la zona de contacto es alrededor de
(15 psi a 40 psi } 1,05 a 2,8Kg/cm²).

3. Un procedimiento según la reivindicación 2, donde
la temperatura en la zona de contacto está comprendida
5 aproximadamente entre 212°F y 240°F (100°C y 115,6°C).

4. Un procedimiento según la reivindicación 3, donde
el gas utilizado en contacto con el polímero de poli(cloruro
de vinilo) es vapor de agua saturado.

5. Un procedimiento según la reivindicación 4, donde
10 el polímero de poli(cloruro de vinilo) se utiliza en forma
de una suspensión de partículas en un vehículo líquido que
no es disolvente del polímero.

6. Un procedimiento según la reivindicación 5, donde
15 el porcentaje en peso de sólidos totales de la suspensión
es alrededor de 5 % a 80 % y el vehículo líquido es agua.

7. Un procedimiento según la reivindicación 6, donde
el polímero de poli(cloruro de vinilo) es un homopolímero
de poli(cloruro de vinilo).

8. Un procedimiento según la reivindicación 7, donde
20 el homopolímero de poli(cloruro de vinilo) tiene una porosi-
dad de alrededor de 0,1 cc/g como mínimo.

9. Un procedimiento según la reivindicación 8, donde
25 el homopolímero de poli(cloruro de vinilo) con un tamaño pro-
medio de partícula inferior a 200 micras y una porosidad
de alrededor de 0,25 cc/g se introduce en una columna de



1 destilación cerca de la parte superior de la misma, en
forma de una suspensión de partículas en agua con alre-
dedor del 30 % en peso de sólidos totales, se introduce
vapor de agua saturado en una columna de destilación cer-
ca del fondo de la misma y se establece el contacto en-
5 tre las partículas y el vapor de agua saturado a una tem-
peratura de unos (215°F a unos 240°F) (101,7°C a 115,6°C),
a una presión absoluta comprendida aproximadamente entre
(15 y 23 psi) (1,05 y 1,62 kg/cm²), durante un tiempo de
10 residencia de 1 a 10 minutos aproximadamente y se retira
de la columna de destilación, cerca de la parte superior
de la misma, una mezcla constituida por vapor de agua y
cloruro de vinilo monómero.

10. Se reivindica por último como objeto sobre el
15 que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita:
UN PROCEDIMIENTO PARA SEPARAR EL CLORURO DE VINILO MONOME-
RO RESIDUAL DE UN POLIMERO DE POLI(CLORURO DE VINILO).

Todo conforme queda descrito y reivindicado en la
presente Memoria descriptiva que consta de veintidós pági-
20 nas mecanografiadas.

Madrid, 28 de Junio de 1976
BERNARDO UNGRIA
P.P.

25