

MINISTERIO DE INDUSTRIA Y ENERGIA

Registro de la Propiedad Industrial



ESPAÑA

20 JUL. 1978

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.

PATENTE DE INVENCION

19 ES

11

21

22

NUMERO

457449

FECHA DE PRESENTACION

1 ABR. 1977

10 AT

30 PRIORIDADES:		
31 NUMERO	32 FECHA	33 PAIS
NO 51-37451	3.4.1976	JAPON

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

64 TITULO DE LA INVENCION
"Procedimiento para eliminar monómero de cloruro de vinilo residual no reaccionado desde una dispersión acuosa de un polimerizado de cloruro de vinilo".

71 SOLICITANTE (S)
SHIN-ETSU CBEMICAL CO., LTD (sociedad japonesa)

DOMICILIO DEL SOLICITANTE
TOKYO (JAPON) 6-1 Otemachi 2-chome, Chiyoda-ku

72 INVENTOR (ES)
1.- Norinobu WADA 2.- Yoshitaka OKUNO (ambos de nacionalidad japonesa)

73 TITULAR (ES)
- - -

74 REPRESENTANTE
D. Carlos Roeb Ungeheuer.

1 El presente invento se relaciona con un procedimiento muy  
eficaz para la eliminación de monómero de cloruro de vi-  
nilo no reaccionado desde una dispersión acuosa de poli-  
5 merizado de cloruro de vinilo, producido por la polimeri-  
zación de suspensión o emulsión de monómero de cloruro de  
vinilo o de una mezcla de monómeros, principalmente com-  
puesta de cloruro de vinilo, en un medio acuoso y un sis-  
tema de aparatos para ello.

10 Los polimerizados de cloruro de vinilo (mencionados a con-  
tinuación como PVC para abreviar) se preparan usualmente  
por la polimerización de suspensión o emulsión de monóme-  
ro de cloruro de vinilo, opcionalmente con uno o varios  
co-monómeros en un medio acuoso. La dispersión acuosa, es  
15 decir, la mezcla pastosa o emulsión, de PVC después de  
completada la polimerización, todavía contiene una canti-  
dad considerable de monómero de cloruro de vinilo resi-  
dual, no reaccionado en la polimerización. También en el  
producto de PVC acabado, obtenido por separación desde el  
20 medio acuoso y por secado, está contenida una significa-  
tiva cantidad de monómero residual no reaccionado. Estos  
hechos tienden a causar polución ambiental y afectan ad-  
versamente a la salud de los obreros.

25 Con el fin de reducir el contenido de monómero residual  
en el producto de PVC acabado, a un nivel satisfactorio  
tan bajo como sea posible, es necesario adoptar medios  
para la eliminación de monómero de cloruro de vinilo no  
reaccionado en uno o varios pasos antes o durante la ela-  
30 boración de la dispersión acuosa de PVC incluyendo la

1 etapa de la separación de PVC desde la dispersión acuosa  
y la etapa de secar la torta húmeda de PVC. Varios méto-  
dos propuestos hasta ahora para la eliminación de monóme-  
ro de cloruro de vinilo no reaccionado han fallado en dar  
5 resultados satisfactorios.

Este ocurre porque la eliminación completa de monómero de  
cloruro de vinilo residual no reaccionado es un problema  
extremadamente difícil, por una parte, debido a la es-  
10 tructura porosa de las partículas de PVC, obtenidas espe-  
cialmente porque la polimerización de suspensión retiene  
gran cantidad de monómero no reaccionado, absorbida en  
la misma y, por otra parte, se debe a la estabilidad tér-  
mica relativamente baja, que necesita evitar temperaturas  
15 más altas en la elaboración de PVC.

Por ejemplo, la eliminación de monómero de cloruro de vi-  
nilo no reaccionado desde una dispersión acuosa se rea-  
liza generalmente calentando la dispersión en un recipien-  
te a presión reducida durante un cierto plazo de tiempo.

20 En este caso, sin embargo, no es práctico calentar la  
dispersión a temperaturas suficientemente altas durante  
un período suficientemente prolongado, permitiendo elimi-  
nación completa del monómero no reaccionado a causa de la  
decoloración del producto de PVC, que puede comenzar por  
25 el calentamiento a una temperatura por encima de cierto  
punto del límite.

Alternativamente, también se han propuesto varios métodos  
para la eliminación de monómero de cloruro de vinilo no  
30 reaccionado desde las tortas húmedas de PVC, obtenidas

1 deshidratando la dispersión acuosa del PVC por el uso de  
un aparato de deshidratación, tal como separadores cen-  
trífugos. Por ejemplo, un método eficaz se describe en  
5 el que las tortas húmedas de PVC se ponen en contacto con  
vapor, aunque con los problemas arriba descritos, que per-  
manecen sin resolver, junto con una dificultad en la cons-  
trucción y operación de los aparatos para manipular las  
tortas húmedas.

10 El presente invento es un resultado de las extensas in-  
vestigaciones emprendidas por los inventores con el pro-  
pósito de solucionar los problemas arriba descritos y  
presenta un medio muy eficaz para la eliminación del mo-  
nómero de cloruro de vinilo no reaccionado desde una dis-  
15 persión acuosa de PVC obtenida por la polimerización de  
suspensión o emulsión, especialmente de suspensión de  
monómero de cloruro de vinilo en un medio acuoso. Las  
muy notables ventajas, dadas por el método del presente  
invento, no sólo con la muy alta eficacia en la elimina-  
20 ción de monómero de cloruro de vinilo no reaccionado des-  
de el PVC, con las mínimas posibilidades de degradar la  
calidad del producto acabado de PVC, sino también por la  
excelente productividad y el bajo coste en la producción  
comercial de PVC de acuerdo con el método del invento.

25 En el método del presente invento, una dispersión acuosa  
de PVC, especialmente una mezcla pastosa acuosa de PVC,  
obtenida por la polimerización de suspensión de cloruro  
de vinilo en un medio acuoso, se introduce en la parte  
30 superior de una columna de placas con una pluralidad de

1 placas perforadas en el interior y provista de una adición de mezcla pastosa y una salida de vapor, ambas en la parte superior de la columna y una salida de mezcla pastosa y una admisión de vapor ambas en el fondo.

5 La mezcla pastosa acuosa introducida desciende a través de las perforaciones o aberturas en las placas perforadas y se pone en contacto de contra-corriente con el vapor insuflado dentro de la columna en el fondo para ascender en la columna a través de las mismas aberturas. El monómero de cloruro de vinilo no reaccionado, contenido en la mezcla pastosa acuosa de PVC se disipa en la columna y el vapor transportando el monómero de cloruro de vinilo, así liberado, alcanza la cima de la columna, donde se descarga fuera de la columna.

10 En un ejemplo del invento, el contenido del monómero en el PVC pueda reducirse desde 2300 partes por millón a menos de una parte por millón con la temperatura de elaboración de 102°C no causando problemas a la calidad del producto acabado de PVC.

15 Con el fin de obtener la más alta eficacia en el procedimiento del presente invento, los valores óptimos en los parámetros dimensionales y en las condiciones operacionales de la columna de placas, se han determinado por experimentos. De acuerdo con los experimentos, la "proporción de aberturas" es decir, la proporción del área total de las aberturas en una placa respecto al área de sección transversal de la columna, está en el alcance de

20 de 3 a 20% ó, preferentemente, desde 5 a 15%; el diámetro

25

30

1 de cada abertura en las placas está en el alcance desde  
3 a 50 mm., ó, preferentemente, de 4 a 30 mm.; la tempe-  
ratura en el interior de la columna se mantiene en el  
alcance de 60 a 120°C ó, con preferencia, desde 80 a  
110°C.; y la presión en el interior de la columna se man-  
5 tiene alrededor de, por ejemplo, 1,0 a 1,5 veces la pre-  
sión de vapor saturado de agua a aquella temperatura.  
Más abajo se indicará una ulterior descripción detallada  
del procedimiento y de los aparatos del invento.

10 Una mezcla pastosa acuosa de PVC, obtenida por la poli-  
merización de suspensión de cloruro de vinilo en un me-  
dio acuoso, del que el contenido de materia sólida está  
usualmente en el alcance de 20 a 50% de peso, contiene  
una considerable cantidad de monómero de cloruro de vi-  
15 nilo no reaccionado. En la mayoría de los casos, la mez-  
cla pastosa acuosa de PVC, después de completada la po-  
limerización en el reactor de polimerización, primero se  
transfiere a un tanque de mezcla pastosa y después a la  
20 columna de placas. Sin embargo, es opcional que la mez-  
cla pastosa acuosa se envíe desde el reactor de polime-  
rización directamente a la columna de placas, no por vía  
del tanque de mezcla pastosa. Puesto que la polimeriza-  
ción de suspensión de cloruro de vinilo se efectúa ge-  
25 neralmente en el alcance de temperatura de 50 a 65°C, la  
mezcla pastosa acuosa de PVC se encuentra naturalmente  
a una temperatura en el mismo alcance de temperatura du-  
rante o directamente después de completar la polimeri-  
30 zación. Sin embargo, cuando la mezcla pastosa ha sido

1 alimentada a la columna, la misma ya está enfriada por  
pérdida de calor dentro de la tubería a una temperatura  
algo más baja que la arriba indicada temperatura de po-  
limerización. Es muy aconsejable que la mezcla pastosa  
5 acuosa de PVC se caliente antes de que alcance la colum-  
na de placas, por algún medio calentador a temperaturas  
por encima de 70°C ó, preferentemente, en el alcance des-  
de 70 hasta 100°C. No se establece ninguna limitación es-  
pecífica sobre el método de realizar tal calentamiento  
10 previo; por ejemplo, puede ser tal que la mezcla pastosa  
se caliente por medio de un así llamado calentador en  
línea, instalado en la tubería, usando vapor insuflado  
dentro, o de tal modo que la mezcla pastosa se caliente  
por algún otro medio empleando calentamiento desde el  
15 exterior de la tubería. El método más preferido es, sin  
embargo, aquel en el que la mezcla pastosa acuosa de PVC  
que se suministra a la columna de placas se caliente en  
un separador de niebla por contacto directo con el vapor  
una vez descargada fuera de la columna desde su parte su-  
20 perior. Este método de calentamiento es ventajoso desde  
el punto de vista de la economía de energía térmica, así  
como por las ventajas adicionales de que partículas arras-  
tradas en la corriente de gas, se eliminan al recogerse  
por la mezcla pastosa y porque se reduce grandemente la  
25 calpicadura o espumación en la columna.

La mezcla pastosa acuosa de PVC a una temperatura algo  
inferior a la temperatura de polimerización o más bien  
30 calentada a una temperatura entre 70 y 100°C, se alimenta

1 a la columna de placas desde su parte superior, bien sea  
por vertido de la mezcla pastosa desde la abertura extre-  
ma de la tubería o expulsando la mezcla pastosa por pre-  
sión desde toberas pulverizadoras conectadas al extremo  
5 de la tubería. Por este método de pulverización puede ob-  
tenerse una ventaja adicional en la eficacia de la elimi-  
nación del monómero, puesto que la mezcla pastosa pulve-  
rizada desciende sobre toda la superficie de la placa  
perforada más superior, no concentrándose a una área li-  
mitada y también puesto que una porción considerable del  
10 monómero de cloruro de vinilo no reaccionado puede disi-  
parse, antes de que la mezcla pastosa descienda y alcan-  
ce la placa perforada más superior.

15 El régimen de alimentación de la mezcla pastosa acuosa  
de PVC a la columna de placas, naturalmente, debería de-  
terminarse en consideración a los varios parámetros, ta-  
les como la composición de la mezcla pastosa, el diáme-  
tro y la altura de la columna de placa empleada, método  
20 de la introducción de la mezcla pastosa dentro de la co-  
lumna de placas, proporción de aberturas de las placas  
perforadas, condiciones operacionales, por ejemplo, tem-  
peratura y presión, extensión deseada de la eliminación  
de monómero y semejantes. En un ejemplo, más de 25 tone-  
25 ladas por hora de la mezcla pastosa acuosa de PVC pueden  
elaborarse con una columna de placas de 1,15 metros de  
diámetro y 15 metros de altura. Como se ha indicado an-  
teriormente, la proporción de aberturas de las placas  
perforadas en la columna de placas está limitada de 30

1 a 20% del área de sección transversal de la columna. Esto  
es porque una proporción menor de 3% da por resultado el  
5 incremento en la resistencia ejercida al paso de la mezcla  
pastosa acuosa, que desciende y de la corriente de  
vapor que asciende dentro de la columna, produciendo la  
disminución de la capacidad elaboradora de la columna de  
placas como una consecuencia natural, así como ciertas  
10 dificultades en el funcionamiento de la columna, debido  
al alcance estrechado en las condiciones para el movimien-  
to suave de la mezcla pastosa en el interior de la co-  
luna. Por otra parte, una proporción de aberturas mayor  
de 20% conduce a una desventaja económica de excesivo  
15 consumo de vapor por encima de la cantidad necesaria pa-  
ra la eliminación del monómero de cloruro de vinilo, aun-  
que con las ventajas de capacidad elaboradora incremen-  
tada de la columna, así como de libertad ampliada en las  
condiciones operacionales para el movimiento suave de la  
mezcla pastosa.

20 El diámetro de las aberturas en las placas perforadas,  
se limita de 3 a 50 mm., porque aberturas menores de 3  
mm. de diámetro se bloquean fácilmente, no permitiendo  
la materia sólida atascada ningún funcionamiento suave  
de la columna mientras que, por el contrario, aberturas  
25 mayores de 50 mm. de diámetro producen un contacto menor  
íntimo entre la mezcla pastosa, que desciende y el vapor  
que asciende en contracorriente de contacto entre sí,  
produciendo, por consiguiente, una eliminación de monó-  
30 mero insuficiente en una extensión inferior a la nece-

1 seria.

5 La columna de placas, empleada en el método del presente  
invento, es similar en diseño a aquellas empleadas am-  
pliamente como columnas de destilación convencionales. La  
diferencia característica entre ellas está en el diseño  
de las placas perforadas. Las placas perforadas en una  
columna de placas convencional en la mayoría de los casos  
10 tienen un representamiento a lo largo de la circunferencia  
de cada placa o alrededor de cada abertura, con el fin  
de retener ciertos volúmenes del líquido bajo destilación  
sobre la placa. Por el contrario, la columna de placas,  
empleada en el método del presente invento tiene placas  
perforadas preferentemente sin ninguna clase de repres-  
15 mientos. La razón de esta diferencia es que, de modo dis-  
tinto a la columna de destilación para el tratamiento de  
un líquido de flujo libremente, las placas perforadas  
con representamientos producen dificultades para controlar  
el tiempo de retención de la mezcla pastosa sobre la pla-  
ca para seguir la fluctuación en el régimen de alimenta-  
20 ción de la mezcla pastosa a la columna y también producen  
el fenómeno de canalización, es decir, de descenso, irre-  
gular de la mezcla pastosa en la columna lo que conduce  
a la segregación de materia sólida desde el medio acuoso  
25 en la mezcla pastosa. Sin embargo, también se causan in-  
convenientes por la tendencia incrementada hacia la depo-  
sición de la materia sólida en la columna, así como en el  
coste incrementado para la construcción de la columna de  
30 placas debido a la complicada estructura de las placas

1 perforadas con represamientos.

5 El tiempo de retención de la mezcla pastosa en la columna de placas debería controlarse de tal modo, que pueda impedirse la decoloración del PVC por excesivo calentamiento. Por ejemplo, es permisible calentamiento durante alrededor de 5 minutos o menos como promedio cuando la temperatura de elaboración sea de 120°C, siendo tolerable un tiempo más prolongado a una temperatura más baja.

10 Se recomienda que las placas perforadas sin represamiento se diseñen de tal modo, que se procure una pequeña holgura entre el contorno de cada placa y la pared interna de la columna. A través de tal holgura la mezcla pastosa fluye descendiendo continuamente para lavar eficazmente hacia abajo cualquier materia sólida, que se hubiera depositado sobre las paredes de la columna. La amplitud de la holgura puede ser tan pequeña como 10 mm. ó menos, o con preferencia de 1 a 5 mm.

15 El número de placas perforadas en una columna de placas usada en el procedimiento según el invento naturalmente deberá ser lo mayor posible para dar la máxima eficacia de la eliminación de monómero. Sin embargo, una columna de placas con por lo menos 3 ó preferentemente 5 a 50 placas, es satisfactoria.

20 Un mayor número de placas perforadas no puede conceder ningún beneficio sustancial en vista de los costes incrementados en la construcción y operación de la columna.

25 El número óptimo de las placas debería determinarse en consideración a varios factores, tales como las clases  
30

1 del producto de PVC, que deban tratarse y la temperatura de elaboración.

5 Además, la distancia entre dos placas adyacentes en la columna se determina en el alcance de 30 a 80 cms. en consideración a los problemas del costo incrementado de construcción con mayor distancia entre placas y de la dificultad en el funcionamiento de la columna con menor distancia entre placas, debido a la tendencia incrementada hacia la inundación.

10 La temperatura en el interior de la columna de placas durante el funcionamiento, como se menciona anteriormente, mantenida deseablemente en el alcance de 60 a 120°C, o es más preferentemente de 80 a 110°C. Esta exigencia no significa una distribución uniforme de temperatura a través de la columna. Por ejemplo, una diferencia de temperatura de 20°C aproximadamente es permisible entre la cima y el fondo de la columna.

15 La presión en el interior de la columna de placas, como se ha mencionado anteriormente, se mantiene en el alcance desde 1,0 a 1,5 veces la presión de vapor de agua saturado, a la temperatura naturalmente con una caída de presión desde el fondo de la columna hacia la cima de la columna. Cuando sea necesario hacer que la presión en el interior de la columna tenga una presión reducida inferior a la atmosférica, el vapor, descargado desde la cima de la columna, arrastrando el vapor de monómero disipado, se extrae por un medio adecuado tal como un soplador.

20

25

30

1 El vapor soplado dentro de la columna de placas en el  
fondo sirve de tres modos. Primeramente, la temperatura  
en el interior de la columna de placas se mantiene por el  
calor del vapor dentro del alcance arriba especificado.  
5 En segundo lugar, la disipación del vapor de monómero no  
reaccionado desde la mezcla pastosa acuosa de PVC se  
promueve por un contacto de contracorriente íntimo entre  
la mezcla pastosa acuosa, que corre descendiendo en la  
columna y el vapor que asciende en la columna, ambos a  
10 través de aberturas en las placas perforadas. En tercer  
lugar, el vapor sirve como gas portador para llevar el  
vapor de monómero disipado fuera de la columna de pla-  
cas. Como es natural, la temperatura y la cantidad de va-  
por insuflado en la columna, deberían determinarse de  
15 modo que las funciones arriba descritas del vapor puedan  
realizarse suficientemente. Es opcional que, si fuera ne-  
cesario, la columna se diseñase para tener un medio ca-  
lentador exterior auxiliar, tal como una camisa para ha-  
cer pasar vapor o agua caliente, por lo que la tempera-  
20 tura en el interior de la columna de placas pueda con-  
trolarse más fácilmente en el deseado alcance de tempe-  
raturas.

25 En un diseño preferido de la columna de placas, se insta-  
la un separador de niebla de ciclón sobre la cima o den-  
tro de la parte superior de la columna. El vapor, que ha  
sido insuflado en la columna desde su fondo y asciende  
hacia la cima de la columna a través de las aberturas en  
30 las placas perforadas en contacto de contra-corriente

1 con la mezcla pastosa acuosa descendente para efectuar  
intercambio térmico y en compañía con el monómero dissi-  
pado, se introduce dentro del separador de niebla, donde  
se pone en contacto en torbellino concurrente con la mez-  
5 cula pastosa acuosa suministradas desde el tanque de mez-  
cla pastosa, para efectuar la eliminación de las particu-  
las arrastradas y supresión de salpicaduras y espumas,  
así como precalentamiento de la mezcla pastosa. Junto con  
la economía de calor, conseguida por el intercambio tér-  
10 mico, este medio puede procurar una ventaja adicional,  
porque el equipo al exterior de la columna de placas para  
la separación de monómero desde el vapor que sale de la  
columna, puede ser menor que de otro modo. En el diseño  
15 preferido del separador de niebla de ciclón, están pre-  
vistas toberas pulverizadoras dentro del separador de  
niebla, de modo que agua lavadora se rocía de modo con-  
tinuo o intermitente para lavar arrastrando cualquier ma-  
teria sólida depositada sobre las paredes. El vapor des-  
20 cargado fuera de la cima de la columna de placas, arras-  
trando el vapor de monómero, entonces se condensa por  
cualquier método conocido, tal como refrigeración en un  
condensador, y el vapor del monómero liberado del vapor  
de agua se recupera subsiguientemente. Por otra parte,  
25 la mezcla pastosa de PVC acuosa, calentada en la columna  
de placas a una temperatura más alta y descargada fuera  
del fondo de la columna, con contenido de monómero muy  
disminuido, se envía inmediatamente a un tanque de flujo  
30 donde la mezcla pastosa es enfriada rápidamente por de-

1       bajo de 70°C ó inferior, con la presión reducida. El vapor  
generado en el tanque de flujo desde la mezcla pastosa,  
acuosa, se aspira por un eyector de vapor y se insufla en  
5       el fondo de la columna de placas, junto con el vapor usado  
para impulsar el eyector de vapor. El uso del tanque en-  
juagador, como se ha citado arriba, tiene la ventaja de  
que la cantidad residual de monómero de cloruro de vini-  
lo, no reaccionado, en la mezcla pastosa, se disminuye  
10       ulteriormente, disipándose en el tanque de flujo y tam-  
bién porque el vapor se recupera económicamente para nue-  
vo uso.

15       La mezcla pastosa acuosa, así refrigerada, que sale del  
tanque de flujo, entonces se envía a un aparato para se-  
paración de sólido-líquido tal como un separador centri-  
fugo, donde la misma se deshidrata en tortas húmedas de  
PVC seguido de desecación para dar productos secos de  
PVC.

20       Ahora, el método del presente invento se ilustra con ul-  
terior detalle con referencia al dibujo adjunto.

25       La figura es un diagrama esquemático de una instalación  
a título de ejemplo para la realización del método del  
presente invento con una columna de placas, teniendo una  
pluralidad de placas perforadas en la misma y un separa-  
dor de niebla del tipo de ciclón, en su parte superior,  
para lo que está conectado un tanque de flujo en la sa-  
lida de descarga para la mezcla    pastosa en el fondo  
de la columna. En la instalación ilustrada en el dibujo,  
30       la mezcla pastosa l acuosa de PVC, contenida en el tanque

1 de mezcla pastosa 2, habiendo sido introducida allí des  
de un reactor de polimerización (no ilustrado) después se  
envía por una bomba 3 para mezcla pastosa a la cima de  
la columna 4 de placas provista de placas 7 perforadas  
5 sin represamiento. En el camino desde el tanque 2 para  
mezcla pastosa hacia la cima de la columna 4 de placas,  
la mezcla pastosa acuosa de PVC se precalienta a una  
temperatura predeterminada por vapor insuflado directa-  
mente dentro de la mezcla pastosa en un calentador 5 en  
10 línea conectado a la tubería en serie. La mezcla pastosa  
acuosa, habiendo alcanzado la cima de la columna 4 de  
placas, se expulsa en una niebla 6 en una dirección tan-  
gencial, donde la mezcla pastosa es ulteriormente calen-  
15 tada, sometiéndose a intercambio térmico con vapor so-  
plado dentro del separador 6 de niebla después de ascen-  
der en la columna 4 de placas. La mezcla pastosa acuosa  
entonces se traslada bajando sobre la placa perforada  
más alta de la columna 4 de placas para marchar descen-  
20 diendo en el interior de la columna 4, a través de las  
aberturas en las placas 7 perforadas. Habiendo alcanzado  
el fondo de la columna, la mezcla pastosa, se extrae  
fuera de la columna 4 y se envía al tanque de flujo 12,  
25 por medio de la bomba 11, donde la mezcla pastosa es en-  
friada. La mezcla pastosa enfriada se almacena en otro  
tanque para mezcla pastosa (no ilustrado).

Por otra parte, el vapor que debe usarse principalmente  
al fin del presente invento se insufla dentro de la co-  
30 lonna 4 de placas en el fondo desde un eyector 13 de

1 vapor a través de la tubería 9, junto con el otro vapor  
que se ha evaporado desde la mezcla pastosa acuosa en el  
tanque de flujo 12 y unido al vapor principal en el eyeo-  
tor 13 para vapor. El vapor, todo junto, en la columna 4  
5 de placas, asciende a través de las aberturas en las pla-  
cas perforadas 7, en contacto de contracorriente con la  
mezcla pastosa acuosa de FVC, que marcha bajando por la  
columna 4. La temperatura en el interior de la columna 4  
de placas se mantiene en el alcance deseado por el vapor  
10 con un gradiente de temperaturas más altas en el fondo  
y temperaturas inferiores en la cima. Sin embargo, el  
control de las temperaturas puede facilitarse por la capa  
aislante térmica rodeando la columna 4, 6, si fuera nece-  
sario, haciendo pasar vapor o agua caliente a través de  
15 una camisa 8 circundando la columna 4. La presión en el  
interior de la columna 4 se regula en el alcance deseado,  
si fuera necesario, por medio de un soplador (no ilus-  
trado) conectado a un condensador (no ilustrado). Esta  
20 presión está en íntima inter-relación con la temperatura  
y como una consecuencia natural, está alrededor de la  
presión del vapor saturado de agua a la temperatura en el  
fondo y a 1,0 hasta 1,5 veces la presión de agua de vapor  
saturado a la temperatura en la cima.  
25 El vapor, arrastrando el vapor de monómero disipado des-  
de la mezcla pastosa acuosa, en la columna 4, se insufla  
dentro del separador 6 de niebla, a través del paso deri-  
vado 10, teniendo una abertura por encima de la placa  
30 perforada superior y la otra abertura en el separador 6

1 de niebla en una dirección tangencial para producir un  
torbellino concurrente con la mezcla pastosa acuosa, don-  
de el vapor se libera de cualesquiera partículas arras-  
tradas y simultáneamente, se somete a intercambio térmico  
5 con la mezcla pastosa acuosa de PVC procedente del  
tanque 2 de mezcla pastosa y después se descarga fuera  
de la columna 4, seguido de condensación en el conden-  
sador (no ilustrado) para dejar el vapor de monómero no  
condensado para que se recupere subsecuentemente.

10 La deposición de cualquier materia sólida en el separa-  
dor 6 de niebla se lava, alejándose por medio de agua  
rociada desde toberas pulverizadoras 14, previstas en  
el separador 6 de niebla.

15 El procedimiento del presente invento es aplicable, no  
sólo a la mezcla pastosa acuosa, obtenida por la  
homopolimerización de cloruro de vinilo en una suspen-  
sión acuosa, sino, naturalmente también a las mezclas  
pastosas acuosas obtenidas por la copolimerización de  
20 cloruro de vinilo con una ó varios de los monómeros co-  
polimerizables, tales como cloruro de vinilideno y ace-  
tato de vinilo. El procedimiento del presente invento  
puede dar varias ventajas, según se resumirá abajo, en  
comparación con los métodos convencionales:

25 (1) Los costes de la construcción y explotación de la  
instalación, incluyendo la conservación, son bajos, por-  
que la columna de placas, como equipo principal de la  
instalación, tiene una estructura muy simple de placas  
perforadas sin represamiento y no tiene partes móviles o

30

1 rotativas.

5 (2) El flujo descendente de la mezcla pastosa acuosa, que va bajando por la columna de placas, es muy uniforme sin canalización, no produciendo peligro de degradación térmica del producto de PVC, causando por la estancia prolongada y localizada de la mezcla pastosa dentro de la columna. La uniformidad del flujo descendente de la mezcla pastosa, por una parte, se fomenta por la holgura prevista entre los contornos de las placas perforadas y las paredes internas de la columna de placas.

10 (3) El consumo de vapor es relativamente bajo, porque el vapor, que asciende en la columna de placas es, si se condensa en una parte inferior de la columna, utilizado repetidamente evaporándose en la parte superior de la columna debido al descenso de presión allí, puesto que la columna se hace funcionar con un gradiente de presión, que resulta más bajo cada vez desde el fondo hacia la cima.

20 (4) Se consigue ulterior ahorro de energía térmica por el intercambio térmico entre el vapor y la mezcla pastosa acuosa de PVC, que se suministra a la columna en el separador de niebla, instalado en la cima de la columna de placas.

25 (5) No existe peligro de bloqueo en las etapas de elaboración siguiendo la columna de placas, porque las partículas arrastradas en el vapor se eliminan casi completamente y se destruyen espumas en el separador de niebla  
30 instalado en la cima de la columna.

1 (6) La mezcla pastosa acuosa de PVC, a elevada tempera-  
tura y descargada fuera de la columna de placas en el  
fondo, se enfría rápidamente en el tanque de flujo, no  
dando ocasión a ningún problema en la calidad del pro-  
5 ducto de PVC, en paralelo con el ulterior descenso en el  
contenido de monómero en la mezcla pastosa. El tanque de  
flujo también contribuye a la economía de energía térmi-  
ca por la recuperación de vapor desde la mezcla pastosa  
con aspiración por el eyector de vapor para devolver al  
10 ciclo el vapor recuperado.

A continuación se citarán ejemplos para ilustrar ulte-  
riormente el procedimiento del presente invento. En los  
experimentos ilustrados en los ejemplos no ocurrió rebo-  
samiento de la mezcla pastosa o de espumas en absoluto  
15 con el vapor por descargado en la cima de la columna y  
no tuvieron lugar inconvenientes durante 24 horas ó 168  
horas de operación continua, por el bloqueo en las pla-  
cas perforadas o en el separador de niebla. En los ejem-  
20 plos, la coloración inicial y estabilidad al calor del  
producto de PVC, obtenido en cada uno de los experimentos  
mostrados en la tabla, se evaluaron por los métodos si-  
guientes:

25 Coloración inicial: 100 partes de peso de la resina de  
PVC, que debe ensayarse, una parte de peso de dibutil  
estaño dilaurato, 0,5 parte de peso de estearato de cad-  
mio, 50 partes de peso de dioctil ftalato se mezclaron  
uniformemente.

30 La mezcla resultante fué molida en un molino de rodillos

1 calientes a 170°C para obtener una lámina de 160 mm. de  
ancho y 1 mm. de grueso. La lámina fué colocada en un mol-  
da metálico con las dimensiones de 40 x 40 x 15 mm. y se  
5 prensó a 170°C durante 3 minutos a una presión de 250 kg/  
cm<sup>2</sup> después de precalentar a 170°C durante 7 minutos. El  
color de la pieza de ensayo, así preparada, fue comparado  
con el color de una pieza de ensayo de control preparada  
de resina de PVC de grado comercial (TK 1000, producto  
de Shin-Etsu Chemical Co., Ltd., Japón) por un procedimien-  
10 to similar. El grado de coloración fue expresado por las  
anotación de "bueno" que es para el mismo nivel o menor  
que aquel de las mercancías de grado comercial, y la ano-  
tación de "pobre", que es para coloración aparentemente  
más baja, que las mercancías de grado comercial.

15 Estabilidad al calor: 100 partes de peso de la resina de  
PVC, que debe ensayarse, 3 partes de peso de maleato de  
estaño y 0,5 partes de peso de ácido esteárico se mezcla-  
ron uniformemente en un molino de rodillos a 170°C para  
20 obtener una lámina de 160 mm. de ancho y 0,7 mm. de grueso.  
La lámina fue cortada en piezas de 30 mm. x 60mm.,  
cada uno y las piezas de ensayo, así preparadas, fueron  
calentadas en un horno de Geer a 190°C. Simultáneamente,  
5 piezas de control de ensayo preparadas de resina de  
25 PVC del grado comercial (TK 1000, producto de Shin-Etsu  
Chemical Co., Ltd., Japón) de una manera similar se colo-  
caron en el mismo horno. Las piezas de ensayo de este  
ejemplo fueron extraídas del horno una a una, a un inter-  
30 valo de 20 minutos junto con una de las piezas de ensayo

1 de control, y las dos piezas de ensayo comparables se  
observaron visualmente respecto a la coloración o a la  
distorsión debida a descomposición térmica. Los resulta-  
5 dos se ilustraron por la anotación de "bueno", que se re-  
fiere a una estabilidad térmica igual o mejor que las  
mercancías de grado comercial y la anotación de "pobre"  
se dedica a una estabilidad térmica inferior a las mer-  
cancías de grado comercial.

Ejemplo 1 (experimentos nº 1 hasta nº 4).

10 Una columna de placas de 310 mm. de diámetro interno con  
un separador de niebla del tipo de ciclón en la parte su-  
perior y 5 placas perforadas colocadas a una distancia de  
800 mm. entre sí en la columna. Las placas no tuvieron  
ningún resquebrajamiento y la proporción de abertura y el  
15 diámetro de las aberturas fueron variados según se indi-  
ca en la tabla para darse al final del ejemplo 3 compara-  
tivo de la misma. La holgura entre el contorno de cada  
placa y la superficie de la pared interna de la columna,  
se estableció en 1,5 mm.

20 Una mezcla pastosa acuosa con 40% de peso de contenido  
de sólidos de PVC y con el grado de polimerización de al-  
rededor de 1000, se alimentó continuamente a la columna  
en la cima, a un régimen de 1650 kg por hora, mientras  
25 que la mezcla pastosa, así introducida, fué descargada  
desde el fondo de la columna y enviada al tanque de flu-  
jo, donde se enfrió rápidamente a 70°C.

30 El vapor generado desde la mezcla pastosa acuosa en el  
tanque de flujo fué aspirado por el eyector de vapor im-

1 pulsado con vapor a presión de 7 kg/cm<sup>2</sup> G, a 163°C. El vapor de escape fué insuflado en la columna, en el fondo, en combinación con el vapor recuperado desde la mezcla pastosa acuosa en el tanque de flujo y se descargó fuera de la columna, en la cima, por vía del separador de niebla, en que un anillo pulverizador, con varias toberas, estuvo previsto para lavar cualquier materia sólida depositada sobre la pared. Otros detalles de cada experimento y los resultados se ilustran en la tabla. Después de una operación continua durante 24 horas, fué descompuesta la columna de placas y se encontró que ninguna materia sólida tuvo deposición en el interior del separador de niebla. Por el contrario, una cantidad considerable de deposición de PVC de color parduzco decolorado se encontró, cuando no se había suministrado agua al anillo pulverizador en el separador de niebla.

15 Ejemplo comparativo 1 (experimentos nº 5 y nº 6).

20 El procedimiento experimental fué el mismo que en el ejemplo 1, exceptuando los cambios en alguna de las condiciones experimentales, según se indica en la tabla. Estos experimentos fueron emprendidos para demostrar cómo los diámetros variables de las aberturas en las placas perforadas serían eficaces. Cuando el diámetro fué de 2 mm., fue imposible una operación a largo plazo, debido al bloqueo de las aberturas por materia sólida atascada, mientras que cuando el diámetro fue de 50 mm., la eliminación de monómero desde la mezcla pastosa acuosa fue insatisfactoria a causa del contacto insuficiente entre la

25  
30

1 mezcla pastosa acuosa y el vapor. Los resultados se ilustran en la tabla.

Ejemplo comparativo 2 (experimentos nº 7 y nº 8).

5 El procedimiento experimental fué el mismo que en el ejemplo 1, exceptuando los cambios en algunas de las condiciones experimentales, como se indica en la tabla. Estos experimentos fueron comprendidos para demostrar el efecto de la proporción de abertura de las placas perforadas. Con la proporción de abertura de 2% el régimen de flujo del vapor no puede ser tan alto, de modo que se encontraron algunas dificultades en la operación de la columna de placas, mientras que con la proporción de abertura de 25%, el consumo de vapor fué excesivamente alto respecto al ejemplo 1. Los resultados también se ilustran en la tabla.

10 Ejemplo 2 (experimento nº 9). Se repitió un procedimiento experimental similar de la misma manera que en el ejemplo 1, excepto que el lodo acuoso, suministrado a la columna de placas, contenía 34% de peso de un copolimerizado, producido de una mezcla de monómero de 15% de peso de acetato de vinilo y 85% de peso de cloruro de vinilo por polimerización de suspensión. Los detalles de las condiciones experimentales y los resultados fueron como se ilustra en la tabla. La coloración inicial y la estabilidad térmica de la resina se compararon con aquellos de la correspondiente resina copolímera de grado comercial (SC 500, producto de Shin-Etsu Chemical Co., Japón) y no se encontraron diferencias.

30

1 Ejemplo 3 (experimentos nº 10 y nº 11).

5 La columna de placas empleada en este ejemplo tuvo un diámetro interno de 1.150 mm. y 24 placas perforadas sin represamientos, estando colocada cada placa a una distancia de 550 mm. de la adyacente. El diámetro de las aberturas en las placas perforadas fué de 18 mm., y la proporción de abertura fué de 9%. La amplitud de holgura entre el contorno de la placa y la pared interna de la columna fué de 3 mm. Un separador de niebla de tipo de ciclón con 3 anillos pulverizadores para agua lavadora, se instaló en la parte superior de la columna de placas.

10 La misma mezcla pastosa acuosa de PVC, que se empleó en el ejemplo 1, se alimentó a un régimen de 16.500 kgs. por hora a la columna de placas en la cima, mientras la mezcla pastosa fué descargada fuera de la columna de placas desde el fondo. La diferencia en las temperaturas del fondo de la columna y de la cima de la columna fué de alrededor de 10°C en el experimento nº 10, ó 4°C en el experimento nº 11 y la caída de presión desde el fondo hacia la cima de la columna fué de alrededor de 140 mm.Hg. en cada experimento. La mezcla pastosa descargada fué enviada inmediatamente al tanque de flujo continuamente, donde la mezcla pastosa fué enfriada rápidamente a 70°C, privándose del calor latente de evaporación de parte del agua. El vapor generado en el tanque de flujo, fué aspirado por el eyector de vapor, impulsado con vapor a presión de 6 kg/cm<sup>2</sup> G. a 159°C y el vapor de escape fué insuflado en la columna de placas en el fondo

15

20

25

30

1 en combinación con el vapor recuperado en el tanque de  
flujo desde la mezcla pastosa acuosa y después se hizo as-  
cender en la columna en contacto de contracorriente con  
la mezcla pastosa, descendente seguido de descarga a tra-  
5 vés del separador de niebla fuera de la columna de placas  
desde la cima. Los detalles del experimento y los resul-  
tados se ilustran en la tabla.

Ejemplo comparativo 3 (experimento nº 12).

10 Se repitió el mismo procedimiento experimental que en  
el experimento 1, cambiándose alguno de los parámetros  
como se indica en la tabla. Las condiciones y los resul-  
tados se ilustran en la tabla. Está claro de los datos  
que temperaturas más altas que 120°C dan por resultados  
15 calidades inferiores de los productos de PVC, no obstan-  
te a los buenos resultados obtenidos en la eliminación  
de monómero.

Ejemplo 4 (experimento nº 13 y nº 14).

20 La disposición de los equipos y las condiciones experimen-  
tales fueron casi las mismas que en el experimento nº 1  
excepto que la holgura entre el contorno de cada placa  
perforada y la pared interior de la columna fué de 10 mm  
en el experimento nº 13 ó ninguna holgura se dispuso en  
absoluto en el experimento nº 14.

25 En el experimento nº 13 la eliminación de monómero fué  
algo insatisfactoria en comparación con el experimento  
nº 1, pero el consumo de vapor fué excesivamente alto, de  
modo que el régimen de flujo de vapor en la columna fué  
30 de alrededor de 40<sup>u</sup> kg/hora.

En el experimento nº 14, los resultados experimentales fueron casi idénticos a aquellos del experimento nº 1, pero después de 24 horas de funcionamiento continuado, se encontró que se había depositado materia sólida justamente debajo de los ángulos donde el contorno de cada placa y la pared de la columna estuvieron en contacto mutuo.

Tabla

Experimento No.	1	2	3	4	5	6
Diámetro de columna mm	310	310	310	310	310	310
Número de placas	5	5	5	5	5	5
Diámetro de abertura mm.	6	6	9	18	2	60
Proporción de abertura %	10	10	12.2	9	5	18.7
Régimen de alimentación de mezcla pastosa, kg/hora	1650	1650	1650	1650	800	1650
Temperatura de mezcla pastosa alimentada, °C	60	81	59	85	60	85
Temperatura dentro de la columna, promedio, °C	85	100	90	85	85	85
Presión en el fondo de la columna.	-320	0	-230	-320	-320	-320
Retención de mezcla pastosa en columna, min.	0.96	0.49	0.85	0.82	*	1.20
Régimen de flujo de vapor en columna, kg/hora	85	92	190	36	60	380
Recuperación de vapor en separador de niebla kg/kg PVC	0.080	0.060	0.082	0	*	0
Recuperación de vapor en tanque de flujo, kg/kg PVC	**	**	0.049	0.048	*	**
Contenido de monómero en mezcla pastosa antes de elaborar, p.p.m.	1734	6017	2500	1960	*	2500

1	Experimento						
	nº	1	2	3	4	5	6
5	Contenido de monomero en mezcla pastosa después de elaborar, g.p.m.	717	732	914	950	*	1600
	Coloración inicial	buena	buena	buena	buena	---	buena
10	Estabilidad térmica.	buena	buena	buena	buena	---	buena
	Notas : * No disponible						
	† † Tanque de flujo, no usado.						
15	Experimento						
	No.	7	8	9	10	11	12
20	Diámetro de columna mm.	310	310	310	1150	1150	310
	Número de placas	5	5	5	24	24	5
25	Diámetro de abertura mm.	6	6	18	18	18	6
	Proporción de aberturas y Régimen de alimentación de mezcla pastosa, kg/hora	2	25	9	9	9	10
30		800	1650	1650	16500	16500	400
	Temperatura de mezcla pastosa alimentada, °C	85	85	98	55	55	110
30	Temperatura dentro de la columna, promedio °C	85	85	100	85	102	125
	Presión en fondo de columna, mmHg	-320	-320	0	-320	*115	* 980
	Retención de lodo en la columna, min.	0.75	0.72	0.8	6.5	6.9	2.5
	Régimen de flujo de vapor en columna, kg/hr.	9.5	475	130	1220	1250	98

1	Experimento No.	7	8	9	10	11	12
	Recuperación de vapor en separador de niebla, kg/kg PVC	0	0	lit- tle	0.08	0.144	Lit- tle
5	Recuperación de vapor en tanque de flujo kg/kg PVC	**	**	**	0.048	0.082	**
10	Contenido de monómero en mezcla pasta- sa antes de elaborar p.p. m.	1850	3300	2100	7500	2300	920
15	Contenido de monómero en mezcla pasta- sa después de elaborar, p.p. m.	1200	830	470	140	< 0.4	< 0.4
	Cobración ini- cial	buena	buena	---	buena	buena	buena
	Estabilidad térmica	buena	buena	---	buena	buena	pobre
	Notas: F No disponible						
20	F F Tanque de flujo, no usado						
	La presente patente de invención recaerá sobre las si- guientes reivindicaciones.						
25							
30							

REIVINDICACIONES

1  
5  
10  
15  
20  
25  
30

1.- Procedimiento para eliminar monómero de cloruro de vinilo residual, no reaccionado, desde una dispersión acuosa de un polimerizado de cloruro de vinilo, producido por la polimerización de cloruro de vinilo o una mezcla de monómero compuesta principalmente de cloruro de vinilo en un medio acuoso, caracterizado porque comprende (a) la operación de alimentar la dispersión acuosa a la cima de una columna de placas, teniendo una pluralidad de placas perforadas, con aberturas de 3 a 50 mm de diámetro estando el área total de las aberturas en una placa perforada en el alcance desde 3 a 20% del área de sección transversal de la columna de placas, para permitir descender en la columna de placas a través de las aberturas en las placas perforadas, (b) insuflar vapor en la columna de placas en el fondo, para permitir ascender en la columna de placas a través de las mismas aberturas, para poner en contacto de contracorriente con la dispersión acuosa descendente y (c) mantener una temperatura en el interior de la columna de placa, en el alcance desde 60 a 120°C y una presión en el interior de la columna de placas de alrededor de la presión de agua del vapor saturado a aquella temperatura.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la dispersión acuosa se alimenta a la columna de placas por medio de un separador de niebla del tipo ciclón instalado en la cima al exterior o en la parte superior dentro de la columna de placa, donde la dis-

1      persión acuosa se pone en contacto con el vapor ascen-  
dente.

3.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracteri-  
zado porque la dispersión acuosa en el separador de niebla  
5      se calienta a una temperatura en el alcance de 70 a  
100°C por intercambio térmico con el vapor.

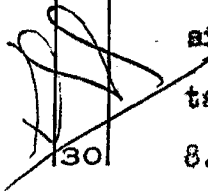
4.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracteri-  
zado porque la dispersión acuosa, habiendo alcanzado el  
10     fondo de la columna de placas, se descarga fuera de la  
columna de placas y se transfiere a un tanque de flujo,  
donde la dispersión acuosa se somete a refrigeración  
rápida y evaporación de agua a presión reducida para ge-  
nerar vapor.

5.- Procedimiento según la reivindicación 3, caracte-  
15     rizado porque el vapor generado por la evaporación de agua  
desde la dispersión acuosa en el tanque de flujo, se  
succiona por un eyector de vapor y desde el mismo se in-  
suffla en la columna de placas para reciclización.

6.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracte-  
20     rizado porque cada placa perforada está colocada para pro-  
curar una holgura entre su contorno y la pared interior  
de la columna de placas.

7.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracte-  
25     rizado porque la presión en el interior de la columna de  
placas está en el alcance desde 1,0 a 1,5 veces la pre-  
sión de agua del vapor saturado a la temperatura adop-  
tada en la posición, en que se mide la presión.

8.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracte-  
30



1 sado porque la dispersión acuosa alimentada a la columna de placas se somete a precalentamiento a una temperatura en el alcance desde 70 hasta 100°C.

5 9.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la placa perforada no tiene represamientos.

10 10.- Procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado porque la amplitud de la holgura no excede de 10 mm.

15 11.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la distancia perpendicular entre dos placas perforadas está en el alcance de 30 a 80 cm.

20 12.- Procedimiento para eliminar monómero de cloruro de vinilo residual no reaccionado desde una dispersión acuosa de un polimerizado de cloruro de vinilo.

25 Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva.

Se detalla e ilustra con los dibujos que se acompañan.

Y cuya memoria descriptiva consta de 31 hojas de texto, foliadas y escritas a máquina por una solada de sus car- ras.

Madrid, 1 ABR. 1977

CARLOS ROEB  
P. R.

Fdo: Pedro Malameres

Fdo: Pedro Malameres

