



ESPAÑA

461073

10 ES	11 NUMERO 461.073	10 AI
21	22 FECHA DE PRESENTACION 27-7-77	

PATENTE DE INVENCION

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.
- 6 NOV. 1978.

30 PRIORIDADES: 31 NUMERO PC.6782 PC.7075	32 FECHA 27 de julio de 1.976 19 de agosto de 1.976	33 PAIS Australia. Australia.
--	---	-------------------------------------

47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL C08F	52 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
------------------------	--	--------------------------------------

54 TITULO DE LA INVENCION
PROCEDIMIENTO PARA LA SEPARACION DE CLORURO DE VINILO MONOMERO DE UN POLIMERO DE POLI(CLORURO DE VINILO) *

71 SOLICITANTE (S)
ICI AUSTRALIA LIMITED.

DOMICILIO DEL SOLICITANTE
1 Nicholson Street, Melbourne, Victoria, Australia 3001.

72 INVENTOR (ES)
DOUGLAS ALEXANDER TAIT y DANIEL ALEXANDER SAMSON.

73 TITULAR (ES)

74 REPRESENTANTE
GOMEZ ACEBO.

Esta invención se relaciona con un procedimiento para la separación de monómero de cloruro de vinilo (VCM) de lechadas de polímeros particulados de poli(cloruro de vinilo) (PVC) en agua.

5. Después del reconocimiento de los peligros para la salud asociados con la exposición a vapores de VCM, se ha dedicado grandes esfuerzos en todo el mundo hacia el hallazgo de medios para eliminar el desprendimiento de VCM a la atmósfera durante la producción y procesado del polímero PVC. Se han llevado a cabo avances considerables en la reducción del desprendimiento de VCM a la atmósfera durante la producción del polímero PVC, pero todavía constituye un problema sin resolver la contaminación atmosférica a través de la liberación de VCM sin reaccionar del polímero tanto durante como después del procesado.
- 10.
- 15.

20. El polímero PVC puede producirse mediante diversos métodos incluyendo los procesos de polimerización en emulsión, en fase gaseosa, en masa, en solución, en dispersión y en suspensión. Sin embargo, en todos los procesos es práctica normal terminar el ciclo de reacción antes de completarse la conversión del monómero, bien debido a que la velocidad de reacción llega a ser antieconómica de mantener o bien debido a que se requiere un polímero de elevada porosidad. De este modo, el monómero sin reaccionar permanece adsorbido, disuelto u ocluido de otro modo en el polímero. En el proceso de polimerización en suspensión, la conversión está comprendida normalmente entre 83 y 90% y la mayor parte del monómero sin reaccionar se recupera para su reciclaje por separación en vacío de la lechada de producto de reacción, bien en el recipiente de reacción o
- 25.
30. bien en un recipiente de separación especial. Sin embargo, per-

manecen aún trazas de VCM en el polímero, siendo difícil de separar éste VCM residual.

5. Se sabe que el VCM residual puede ser separado del polímero por calentamiento, realmente una de las razones del porque el VCM residual necesita ser separado del polímero PVC reside en el peligro de salud asociado con la liberación del VCM residual durante el procesado del polímero. Sin embargo, es también sabido que a temperaturas por encima de 100°C, el PVC comienza a descomponerse lentamente, aumentando la velocidad
10. de descomposición a medida que lo hace la temperatura. Cualquier degradación térmica apreciable del polímero puede afectar seriamente a sus propiedades físicas y hacerle inadecuado para el procesado. Como resultado, los procesos desarrollados para separar monómeros sin reaccionar de polímeros más estables
15. térmicamente, tal como, por ejemplo, acrilonitrilo de poli(acrilonitrilo) y estireno de caucho de estireno-butadieno, no son aplicables a la separación de VCM residual del polímero PVC relativamente sensible al calor. Por lo tanto, es de una considerable importancia el encontrar un proceso económico mediante
20. el cual el VCM residual pueda ser separado eficazmente del polímero PVC sin que se afecten las propiedades físicas del polímero.

25. En las investigaciones realizadas para encontrar dicho proceso, los productores de polímeros PVC han vuelto ahora a la separación del VCM residual del polímero PVC, bien en el recipiente reactor o bien en un recipiente de separación especial, mediante la aplicación de calor, normalmente en forma de calor vivo, al polímero. Sin embargo, dichos procesos no han resultado ser de utilidad a la hora de reducir el contenido
30. en VCM del polímero hasta los niveles requeridos inferiores a

10 partes por millón (ppm) y con preferencia por debajo de 1 ppm, sin causar una degradación térmica indeseable del polímero.

5. La separación de VCM de una lechada de polímero PVC particulado en agua, mediante el paso de la lechada descendente-mente por una columna de un diseño de bandejas tamices comunes con tubos descendentes, mientras se pasa ascendentemente vapor de agua por la columna, se traduce en una eficacia de separación mejorada en comparación con la separación discontinua en un recipiente por inyección de vapor de agua vivo. Sin embargo, en dicha columna las partículas, tienen una amplia distribución del tiempo de residencia pasando algunas de ellas a través de la columna rápidamente y no siendo separadas eficazmente, mientras que otras permanecen en la columna durante un largo tiempo con lo cual se separan eficazmente pero experimentan también una degradación térmica indeseable. El aumento del tiempo de residencia medio utilizando dicha columna incrementa el porcentaje de partículas separadas eficazmente pero, a causa de la amplia distribución del tiempo de residencia, están sujetas más partículas a una degradación térmica indeseable. De este modo, una columna del diseño de bandejas tamices comunes con tubos descendentes no es satisfactoria para la separación del VCM residual a un nivel aceptable.
- 10.
- 15.
- 20.

25. Un proceso continuo ideal para la separación de VCM residual del PVC particulado, podría ser un proceso de separación con vapor de agua utilizando una columna en la cual todas las partículas pudieran mantenerse en la columna durante el mismo periodo de tiempo, sometiendo con ello a todas las partículas a las mismas condiciones de separación.

30. Se ha encontrado ahora un procedimiento por el cual el VCM se puede separar eficazmente del polímero PVC, pasan-

- do una lechada de las partículas poliméricas en agua a través de una columna dotada de placas perforadas pero no tubos descendentes, manteniéndose en efecto la lechada sobre las placas perforadas mediante un flujo de vapor de agua ascendente por
5. la columna a través de los agujeros de las placas, ajustándose el flujo de vapor de agua para permitir que la lechada se mueva descendentemente por la columna mediante "lagrimeo" a través de los agujeros de las placas perforadas. Sorprendentemente, la distribución del tiempo de residencia de las partículas en
10. el proceso de la invención es mucho más estrecha que la que puede obtenerse utilizando una columna de diseño de bandejas tamices comunes con tubos descendentes y, como resultado, las partículas pueden ser separadas a un contenido VCM muy bajo sin causar una degradación térmica indeseable del polímero.
15. En consecuencia, se proporciona un procedimiento para la separación del monómero cloruro de vinilo de un polímero de poli(cloruro de vinilo), que comprende pasar una lechada de partículas de dicho polímero de poli (cloruro de vinilo) en agua a través de una columna sustancialmente vertical proporcionada con una serie de placas perforadas horizontales, pero
20. sin tubos descendentes para líquidos, siendo alimentada la lechada sobre la columna en o cerca de la cabeza de la misma y alimentándose un flujo de vapor de agua a la columna en o cerca del pie de la columna a una velocidad suficiente para permitir
25. que la lechada "lagrimee" a través de las perforaciones contra el flujo de vapor de agua sin inundar la columna y en donde: la temperatura de la lechada en la columna es de 90 a 150°C; el tiempo de residencia medio de las partículas en la columna es de 1 a 20 min; el recorrido semi-intercuartílico del tiempo
30. de residencia de las partículas en la columna es inferior a

5 min; la lechada separada se extrae de la columna en o cerca del pie de la misma; y el vapor de agua y cloruro de vinilo monómero se separan de la columna en o cerca de la cabeza de la misma.

5. El polímero PVC puede ser un homopolímero de cloruro de vinilo o un copolímero de cloruro de vinilo con uno o más monómeros vinílicos copolimerizables distintos, tales como, por ejemplo acetato de vinilo, vinilbenceno, cloruro de vinilideno, bromuro de vinilo, ácidos acrílico y metacrílico y sus ésteres, etileno y propileno. Sin embargo, debe prestarse atención al punto de reblandecimiento y estabilidad térmica del polímero cuando se determina la temperatura operativa y el tiempo de residencia medio. Un polímero que reblandece apreciablemente o se descompone a una velocidad apreciable por debajo de 90°C, no es adecuado para el tratamiento mediante el proceso de la invención. El proceso de la invención encuentra su mejor aplicación en la separación del VCM residual del homopolímero PVC.
- 10.
- 15.

20. El proceso de la invención se puede emplear para separar VCM residual del polímero PVC preparado por cualquiera de los métodos conocidos de polimerización de PVC incluyendo, por ejemplo, los procesos de polimerización en emulsión, en fase gaseosa, en masa, en solución, en dispersión y en suspensión. Sin embargo, para el tratamiento por el proceso de la invención, el polímero PVC debe estar en forma de una lechada de partículas de polímero PVC en agua y, por tanto, si el polímero PVC no se produce en forma particulada debe ser reducido a dicha forma antes del tratamiento. En el proceso de polimerización en suspensión, el polímero PVC se produce en forma
- 25.
30. de una lechada de partículas en agua, y, de este modo, el pro-

ceso de la invención es particularmente conveniente para separar VCM residual del polímero PVC producido por polimerización en suspensión.

5. El tamaño de las partículas del polímero PVC no es crítico con respecto a la eficacia de separación. Por ejemplo, las partículas de un homopolímero de PVC preparado por el proceso de polimerización en suspensión, son agregados de partículas primarias y, en el proceso de la invención, la velocidad de separación del VCM depende de la velocidad de difusión del VCM a partir de las partículas primarias y, por lo tanto, no depende del tamaño global de las partículas, medido mediante un análisis de tamices típico. Sin embargo en el proceso de la invención, las partículas "lagrimean" a través de las perforaciones de las placas y, por lo tanto, es importante que las partículas se tamicen antes de introducirse en la columna, para asegurar que las partículas se muevan libremente a través de las perforaciones.
- 10.
- 15.

20. La proporción de PVC sólido en la lechada no es crítica y puede oscilar desde un porcentaje muy pequeño hasta un porcentaje elevado, limitado por las características de bombeo de la lechada. Normalmente, el porcentaje de polímero de PVC en la lechada varía de 10 a 60% en peso aproximadamente y, en la práctica, es con preferencia de 20 a 45% en peso.

25. El tamaño de la columna no es estrechamente crítico, determinándose básicamente el diámetro de la columna y número de placas por el tamaño de la operación. Se han obtenido resultados satisfactorios a partir del proceso de la invención, empleando columnas que contienen de 15 a 60 placas perforadas y columnas de 16 a 61 cm de diámetro, pero estas cifras no deben ser consideradas como limitativas. Para ciertas operaciones, en donde
- 30.

no es importante el procesado continuo, puede ser preferible pasar varias veces un lote de lechada a través de una columna con un pequeño número de placas, en lugar de hacer un solo paso a través de una columna de placas múltiples.

5. La columna de separación usada en el proceso de la invención está proyectada para obtener un caudal deseado y una reducción en el contenido en VCM del polímero, sin la degradación térmica del polímero. La reducción del contenido en VCM de un polímero se controla por la temperatura de operación y periodo de tiempo durante el cual se calientan las partículas.

10. Idealmente, todas las partículas deben calentarse durante el mismo periodo de tiempo y, en la práctica, la distribución del tiempo de residencia de las partículas, alrededor del tiempo de residencia medio, deberá ser tan estrecho como sea posible.

15. En términos prácticos, esto significa que la columna debe construirse al objeto de evitar espacios muertos, para asegurar que las paredes de la columna y las partes inferiores de las placas se laven y que se agite bien la lechada mantenida en las placas por el flujo de vapor de agua.

20. La distribución del tiempo de residencia de las partículas en la columna según el proceso de la invención, se influencia también por el nivel de líquido sobre las placas.

25. Para un caudal determinado de la columna, un bajo nivel de líquido sobre un gran número de placas, se traduce en una distribución más estrecha del tiempo de residencia de las partículas que cuando se dispone de un mayor nivel de líquido sobre un número de placas correspondientemente más pequeño.

30. La capacidad de la columna y el tiempo de residencia medio de las partículas sobre la columna, se determinan en gran medida por el tamaño de la columna, número de placas en la

5. misma, porcentaje de área libre de las placas y flujo de vapor de agua por la columna. Las características de diseño que afectan a la operación de una columna, incluyen el tamaño de las perforaciones de las placas, porcentaje de área libre de las placas, naturaleza de las perforaciones, espesor de las placas y espacio entre las placas.

10. El tamaño de las perforaciones de las placas deberá ser lo suficientemente grande para permitir que la lechada lagrimee a través de las mismas fácilmente pero, por razones económicas no deberán ser tan grandes que la velocidad del vapor de agua requerida para mantener la lechada sobre las placas sea extremadamente grande. El porcentaje de área libre o área de perforación de las placas se determina en gran medida por un balance entre el tiempo de residencia medio requerido (para lograr una buena separación del polímero) y utilización de vapor de agua (factor económico). En la práctica, si el tamaño de las perforaciones es demasiado pequeño, las mismas estarán expuestas a bloqueos y en el caso de que sean demasiado grandes se requieren menos perforaciones para el mismo porcentaje de área libre, resultando en una disminución de la agitación de la lechada y en el correspondiente aumento de la distribución del tiempo de residencia de las partículas. Con el fin de obtener una buena agitación de la lechada, las perforaciones están espaciadas homogéneamente sustancialmente sobre la superficie de la placa.

15. Por el término espaciadas homogéneamente de forma sustancial se quiere dar a entender que las perforaciones no deben estar todas ellas agrupadas en una sección de la placa, sino que deben estar espaciadas sobre toda la superficie de la placa.

20. Un tamaño de perforación equivalente a un agujero que tiene un diámetro del orden de 2 a 20 ml (es decir, un área

25.

30.

de 3 a 300 mm²) es satisfactorio con un área libre de placa que oscila entre 5 y 15%. Con preferencia, se emplean perforaciones de un diámetro de agujero del orden de 5 a 15 mm (es decir, un área de 20 a 180mm²), más preferiblemente unos 10 mm (es decir, un área de unos 80 mm²) y un área libre de 5 a 10%, más preferiblemente 7%, aproximadamente, junto con una velocidad de vapor de agua por los agujeros de 3 a 20 m/sg. Sin embargo, utilizando las enseñanzas de esta invención, los expertos en la técnica serán capaces de determinar otras combinaciones por simple experimentación.

Con el fin de evitar la acumulación de partículas de polímero PVC sobre la superficie de las caras inferiores de cada placa, es preferible que parte de la lechada que lagrimea a través de las perforaciones se haga correr a lo largo de la superficie de la cara inferior de la placa, de modo que la cara inferior de la placa se lave continuamente. De este modo, y aunque las perforaciones pueden ser de cualquier forma deseada, se ha encontrado que resultan particularmente satisfactorio los agujeros de bordes agudos, cilíndricos, sin achaflanar, sin piezas proyectantes de metal, perforados verticalmente a través de las placas y espaciados sustancialmente de forma homogénea por toda la superficie de cada placa, ya que dichas configuraciones hacen que se laven los lados inferiores de las placas. Los expertos en la técnica serán capaces de utilizar otras soluciones para hacer que se laven la superficie inferior de las placas y espacios muertos de la columna.

El espesor de las placas perforadas usadas en el proceso de la invención, no es crítico, Sin embargo, a medida que la lechada lagrimea a través de las perforaciones de la placa contra el flujo de vapor de agua a través de las perfora-

ciones, para un tamaño dado de perforaciones y para un porcentaje de área libre y velocidad de vapor de agua determinados, la velocidad de lagrimeo será más lenta para una placa gruesa que para una placa delgada. En la práctica, se ha encontrado que resultan satisfactorias las placas con un espesor de 3 a 10 mm, sin embargo, este espesor no debe ser considerado como limitativo ya que el espesor de las placas se determinará en cierta medida por el tamaño de la columna y material de las placas.

10. El espaciamiento de las placas en la columna no es estrechamente crítico. Sin embargo, las placas deben espaciarse lo suficiente entre sí para evitar una inundación prematura de la columna pero deben estar lo suficientemente próximas entre sí para permitir que las salpicaduras de una placa

15. laven las paredes de la columna hasta la próxima placa, al objeto de evitar la acumulación de polímero PVC sobre las paredes de la columna. En la práctica, se ha encontrado que una separación de placas del orden de 10 a 40 cm es satisfactorio, siendo preferible una separación de 15 a 20 cm.

20. Por el término "inundación" se quiere dar a entender la situación en la cual el espacio existente entre placas adyacentes de la columna se llena con una cantidad tan grande de lechada que no existe espacio libre entre la parte superior de la lechada y la superficie inferior de la placa superior.

25. En una columna inundada, el espacio existente entre placas adyacentes está lleno totalmente de una espuma de lechada y de fluido de separación.

30. Deberá observarse que cuando se introduce el polímero PVC sobre la columna, por encima de la placa más superior de la columna, puede ser necesario proporcionar un medio

5. para lavar las paredes de la columna por encima de la placa más superior, al objeto de asegurar que no exista acumulación de polímeros sobre las paredes de la columna por encima de dicha placa más superior. Medios adecuados incluyen el dirigir un flujo de agua, preferiblemente agua caliente, sobre las paredes de la columna por encima de la placa más superior, para asegurar que las partículas de polímeros salpicadas sobre las paredes sean lavadas de nuevo sobre la placa perforada. Los expertos en la técnica podrán reconocer otros medios.

10. Para una columna determinada, los parámetros que controlan la operación de la misma, incluyen temperatura de la columna, velocidad de alimentación de la lechada y velocidad de vapor de agua.

15. En la separación de VCM del polímero PVC según el proceso de la invención, la velocidad de separación se determina por la velocidad de difusión del VCM a partir del polímero. La velocidad de difusión es una función de la naturaleza del polímero y de la temperatura de la operación de separación. De este modo, la cantidad de VCM separado de un polímero dependerá de la temperatura a la cual se separe y del tiempo durante el cual se mantiene a dicha temperatura. La velocidad de separación aumenta a medida que lo hace la temperatura, pero el polímero PVC experimenta una lenta descomposición a temperaturas por encima de 100°C y, por lo tanto, es esencial que el polímero no se caliente por encima de 100°C durante un largo periodo de tiempo.

20. En un proceso de separación en columna es posible controlar el tiempo de residencia medio de las partículas sobre la columna. Sin embargo, si la distribución del tiempo de residencia de las partículas es amplia, algunas de las partículas

30.

- pasarán rápidamente a través de la columna sin separarse eficazmente, mientras que otras permanecerán sobre la columna durante un periodo de tiempo considerablemente más largo que el tiempo de residencia medio. Una medida conveniente de la distribución del tiempo de residencia es el recorrido semi-intercuartílico que se define como la mitad de la diferencia de tiempo entre los cuartiles primero y segundo y el último del tercer cuartile para pasar a través de la columna. Por consiguiente, es evidente que al objeto de separar eficazmente VCM del polímero PVC sin degradación térmica del polímero, es esencial que la temperatura de la columna y el tiempo de residencia medio de las partículas en la columna, se controlen cuidadosamente y que la distribución del tiempo de residencia de las partículas sobre la columna sea tan estrecha como sea posible. En la práctica, se ha encontrado que resultan satisfactorias las temperaturas de columna que oscilan entre 90 y 140°C, los tiempos de residencia medios de 1 a 20min y el tiempo de residencia semi-intercuartílico inferior a 5 min. Sin embargo, debe reconocerse que la temperatura de operación, el tiempo de residencia medio y el recorrido semi-intercuartílico, están interrelacionados. En el extremo más elevado de la gama de temperatura, la velocidad de degradación térmica del polímero será más rápida. De este modo, y con el fin de separar eficazmente VCM del polímero PVC sin degradación térmica del polímero, cuando se utiliza una temperatura en la parte más elevada de la gama de temperaturas, el tiempo de residencia medio y el recorrido semi-intercuartílico deberán estar preferiblemente en la parte más inferior de dicha gama de temperaturas.
- Por el contrario, cuando se emplea una temperatura en la parte inferior de la gama de temperaturas, el tiempo de
- 5.
 - 10.
 - 15.
 - 20.
 - 25.
 - 30.

- residencia medio puede estar, si es necesario, en la parte más elevada de dicha gama. La limitación precisa de la temperatura, tiempo de residencia medio y recorrido semi-intercuartílico, no es posible ya que estos parámetros dependerán de la columna, calidad del polímero PVC a tratar y de los agentes estabilizantes y otros aditivos presentes en el polímero.
5. Sin embargo, se ha encontrado que las temperaturas de columna de 100 a 120°C se combinan preferiblemente con los tiempos de residencia medios necesarios para dar el grado requerido de separación sin degradación térmica del polímero. Para calidades de polímero PVC altamente sensibles a la temperatura, se prefiere utilizar temperaturas en la parte inferior de la gama y condiciones operativas tales que el tiempo de residencia semi-intercuartílico sea inferior a 2 min. Dichas condiciones pueden ser conseguidas fácilmente usando el proceso de la invención.
- 10.
- 15.

En el caso de un polímero fácilmente separado, puede ser deseable reducir el tiempo de residencia introduciendo la alimentación de lechada descendientemente por la columna a una velocidad más baja en lugar de correr la columna con vapor de agua a velocidad muy baja.

- 20.
- La presión en la columna es prácticamente la atmosférica, sin embargo, la presión puede ser superior o inferior a la atmosférica con el fin de obtener la temperatura operativa deseada. Se prefieren las presiones moderadamente super-atmosféricas, tales, por ejemplo entre 1 y 1,5 atmósferas. Con preferencia, la caída de presión desde el pie a la cabeza de la columna, se mantiene baja de modo que el gradiente de temperatura sea pequeño.
- 25.

- 30.
- En la columna de placas perforadas, sin tubos descendentes, de acuerdo con el proceso de la invención, para una

columna determinada, el tiempo de residencia medio de las partículas sobre la columna se determina tanto por la velocidad de alimentación de la lechada sobre la columna como por la velocidad de vapor de agua. Esto se encuentra en directo contraste con una columna de placas tamices normales con tubos descendentes en donde, para una columna determinada, el tiempo de residencia medio se determina solamente por la velocidad de alimentación.

En el control del tiempo de residencia medio de las partículas de la columna, velocidad de alimentación y velocidad de vapor de agua, se debe controlar la carga de líquido y vapor a la columna. Se ha encontrado que pueden obtenerse condiciones operativas estables de la columna según el proceso de la invención cuando la velocidad de alimentación de la lechada y la velocidad del vapor de agua se ajustan para dar una carga de vapor y líquido a la columna comprendida entre 50 y 90% del punto de inundación de la columna a condición de que la carga de vapor sea siempre superior a la carga de líquido.

Bajo ciertas condiciones de operación de la columna y temperatura de alimentación de la lechada, la cantidad de vapor de agua requerida para mantener condiciones operativas estables es insuficiente para elevar la temperatura de la lechada a la temperatura operativa deseada. Bajo estas condiciones, es ventajoso calentar la lechada entrante antes de alimentarla en la columna. Esto se puede realizar simplemente inyectando vapor de agua vivo en la línea de alimentación de la lechada inmediatamente antes de alimentar la lechada a la columna.

Como anteriormente se ha establecido, en la separación de VCM de polímero PVC según el proceso de la invención, la velocidad de separación se determina por la velocidad de di-

fusión de VCM a partir del polímero la cual, a su vez, depende de la temperatura de separación y de la naturaleza del polímero. Una medida empleada frecuentemente en relación con la facilidad con la cual un polímero puede ser separado, consiste en la porosidad del polímero. Se ha encontrado que el proceso de la invención se puede emplear para separar satisfactoriamente VCM de PVC que tiene una amplia gama de porosidad. La invención es particularmente adecuada a la separación de VCM de todas las calidades de PVC producido por el proceso de polimerización en suspensión, sin degradación térmica del polímero.

En la práctica, se ha separado el polímero PVC de una porosidad tan baja como 0,07 cc/g a 110°C con una utilización de vapor de agua de 0,25 a 0,35 unidades por unidad de polímero, para dar un polímero con un contenido residual en VCM inferior a 1 ppm sin degradación térmica indeseable del polímero. Los polímeros PVC más porosos se pueden separar más fácilmente con una utilización de agua correspondientemente más baja.

Como anteriormente se ha indicado, el polímero PVC está sujeto a degradación térmica cuando se calienta durante largos periodos por encima de 100°C y en un proceso de separación en columna es esencial que la distribución del tiempo de residencia sea estrecha. La figura 1 adjunta ilustra la estrecha distribución del tiempo de residencia obtenida utilizando una columna según el proceso de la invención, en comparación con la distribución del tiempo de residencia que se obtiene utilizando una columna de placas tamices con tubos descendentes. La curva 1 muestra la distribución del tiempo de residencia para una columna de 57 placas según el proceso de la invención con un tiempo medio de residencia de 18 min y un recorrido

- semi-intercuartílico de 3,9 min. La curva 2 muestra la distribución del tiempo de residencia para una columna de placas tamices de 45 placas con tubos descendentes, fuera del alcance de esta invención, con un tiempo medio de residencia de 26 min.
5. La figura ilustra claramente la estrecha distribución de tiempo de residencia obtenida empleando una columna de placas perforadas según el proceso de la invención, en comparación con la amplia distribución de tiempo de residencia de la columna de placas tamices con tubos descendentes. Es evidente que en la
10. columna de placas tamices con tubos descendentes, algunas de las partículas pasan a través de la columna bastante antes del tiempo de residencia medio y, lo que es más importante, una proporción considerable de las partículas se agregan lentamente en la columna bastante después del tiempo medio de residencia.
15. Resulta completamente inesperado que el proceso de la invención proporcione dicha distribución estrecha del tiempo de residencia. En el pasado, se han utilizado columnas similares a la empleada en el proceso de la invención y conocidas como columnas de flujo doble para la desfilación de líquidos, en donde los líquidos son de tal naturaleza que existe
20. el riesgo de bloquear los tubos descendentes a medida que se separa el desfilado, debido a la precipitación de sólidos o alquitranes indeseados. En dicha situación, no se requiere una estrecha distribución del tiempo de residencia de los sólidos y
25. nunca se ha hecho ninguna observación pertinente de esta propiedad. En adición, no existe problema alguno de bloqueo de los tubos descendentes cuando se separa una lechada de partículas de polímero PVC en una columna de bandejas tamices con tubos descendentes y, por lo tanto, no existe ninguna ventaja evidente
30. en la utilización de una columna sin tubos descendentes. Por

- otra parte, las placas normales usadas en las columnas de dbble flujo para la destilación de líquidos, están proporcionadas con agujeros punzonados normalmente con protuberancias interiores agudas para causar que el líquido que pasa a través de las placas forme gotas sobre las protuberancias agudas, para caer sobre la siguiente placa. En dicho sistema, la cara inferior de las placas no es lavada por el líquido que pasa descendentemente a través de los agujeros y, por consiguiente, si se utiliza en el proceso de la invención no se conseguiría la gama estrecha deseada de tiempos de residencia de las partículas de lechada.
5. En adición, en las columnas de doble flujo convencionales empleadas para la destilación de líquidos, las placas están normalmente espaciadas en mayor distancia que el espaciamento preferido según el proceso de la invención. Por consiguiente, si se emplean en el proceso de la invención, dicho espaciamento no permitiría que las salpicaduras de una placa lavada las paredes de la columna hasta la siguiente placa, con el fin de evitar la acumulación de polímeros sobre las paredes de la columna y, de este modo, no se conseguiría la gama estrecha deseada de tiempo de residencia de las partículas de lechada.
10. En las operaciones en columna de doble flujo convencional, cualquier acumulación de sólidos sobre la superficie inferior de la columna no es perjudicial para el proceso ya que tales sólidos solamente son productos indeseados del procedimiento.
15. Como anteriormente se ha indicado, el polímero PVC puede separarse según el proceso de la invención a un contenido final en VCM muy bajo. La eficacia del proceso de la invención se ilustra en la siguiente tabla I para la separación de homopolímero PVC de porosidad $0,07 \text{ cm}^3/\text{g}$ aproximadamente, preparado por polimerización en suspensión.
- 20.
- 25.
- 30.

TABLA I

TEMPERATURA DE SEPARACION °C	TIEMPO MEDIO DE RESIDENCIA, MINUTOS	CONCENTRACION VCM (ppm)	
		Entrada	Salida
5. 100-105	15,0	40.000	< 1
110	12,0	14.000	< 0,1
113	4,9	560	< 0,2
115	6,0	670	< 0,2
117	4,8	745	< 0,5

10. Las muestras de PVC separadas por el proceso de la invención, fueron examinadas cuidadosamente con respecto a los signos de una degradación térmica indeseable. Los ensayos incluían: color del polímero (Índice de amarilleamiento), estabilidad térmica dinámica (Ensayo de estabilidad térmica dinámica Haake) y diversos ensayos de estabilidad térmica estática.

15. Los resultados del ensayo demostraron que el proceso de la invención tenía poco efecto, si es que tenía alguno, sobre las propiedades físicas de PVC, teniendo el PVC separado un color aceptable y una estabilidad térmica también aceptable para todas las aplicaciones comerciales. De este modo, el proceso de la invención ofrece un nuevo método para separar PVC a un contenido final en VCM inferior a 1 ppm sin afectar a las propiedades físicas del polímero.

20. La mezcla de vapor de agua y monómero de cloruro de vinilo separado que sale de la cabeza de la columna, se pasa convenientemente a través de un condensador, siendo retornada el agua condensada a la columna y siendo separada finalmente con la lechada separada por el fondo de la columna. El cloruro de vinilo residual después de la separación del vapor de agua se puede alimentar a una unidad de recuperación conven-

25. 30.

cional de cloruro de vinilo. Alternativamente, la mezcla de vapor de agua y cloruro de vinilo puede pasarse a una unidad de recuperación de cloruro de vinilo sin previa condensación del vapor de agua.

5. La invención se ilustra ahora, pero no se limita por los siguientes ejemplos. Todos los análisis de VCM fueron realizados por cromatografía de gas empleando métodos convencionales.

10. Los ejemplos 1 a 4 ilustran la estrecha distribución del tiempo de residencia de las partículas obtenida utilizando el proceso de la invención para separar VCM de homopolímero PVC particulado. Los ejemplos 5 a 16 ilustran la elevada eficacia del proceso de la invención en la separación de VCM de homopolímero PVC particulado empleando una pequeña columna. Los ejemplos 17 y 18 ilustran la elevada eficacia de separación del proceso de la invención en la separación de VCM a partir de homopolímero PVC particulado utilizando una columna a escala piloto.

20. El ejemplo 19 ilustra el efecto negligible que tiene el proceso de separación de la invención sobre las propiedades físicas del homopolímero PVC.

En todos los ejemplos, el homopolímero PVC fue preparado por polimerización en suspensión y tenía un tamaño de partículas entre 100 y 200 micras.

25. EJEMPLO 1.-

30. Se establece una columna de cristal de 0,16 m de diámetro con 7 placas de acero inoxidable (5mm de espesor) separadas entre sí a 15 cm. Las placas se proporcionan con agujeros de un cm de diámetro, espaciados uniformemente. Los agujeros están taladrados verticalmente a través de las placas.

Los agujeros ocupaban el 5,5% del área de cada placa. Las placas se mantienen en posición mediante una varilla centralmente localizada. La columna está equipada con un condensador refrigerado con agua en la parte superior. El efluente de la parte superior del condensador se conduce a un sistema de recuperación de VCM. La lechada separada se retira por el fondo de la columna.

Se introduce vapor de agua por debajo de la placa más baja a 100°C. A la placa superior se añade continuamente lechada (40% de PVC en agua). Se consiguen condiciones constantes con una velocidad de alimentación de lechada de un litro/min y un consumo de vapor de agua de 0,7 kg de vapor de agua por cada kilogramo de PVC tratado. El contenido en VCM de la lechada alimentada en el producto se mide a continuación.

La eficacia de separación de VCM es tal que a medida que la concentración de VCM en la lechada alimentada a la columna varía de 900 a 280 ppm de VCM en PVC sólido, la concentración de salida de VCM varía de 11 a 2,5 ppm de VCM en PVC sólido. En la tabla II se muestra la distribución del tiempo de residencia para las partículas de PVC.

La distribución fué medida equilibrando la columna bajo las condiciones anteriores y añadiendo entonces una carga por impulsos de lechada de PVC coloreada.

Se recogieron muestras por la base de la columna y se determinó mediante recuento la concentración de las partículas coloreadas.

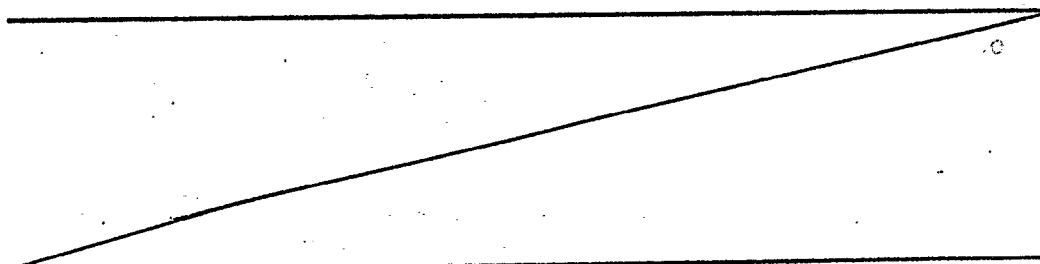


TABLA II

5.	Tiempo transcurrido desde que las partículas fueron introducidas en el punto de alimentación de lechada (min)	Concentraciones normalizadas de salida.
	0	0
	$\frac{1}{2}$	0
	1	0,0057
10.	$1\frac{1}{2}$	0,0758
	2	0,1804
	$2\frac{1}{2}$	0,2180
	3	0,1886
	$3\frac{1}{2}$	0,1351
	4	0,0862
	$4\frac{1}{2}$	0,0509
15.	5	0,0285
	$5\frac{1}{2}$	0,0154
	6	0,0081
	$6\frac{1}{2}$	0,0041
	7	0,0021
	$7\frac{1}{2}$	0,0010
20.	Tiempo de residencia medio: $2\frac{1}{2}$ minutos Tiempo de residencia medio: 3 minutos Recorrido semi-intercuartílico: $\frac{3}{4}$ minuto <u>EJEMPLO 2.-</u>	
25.	Se prepara una columna como en el ejemplo 1 excepto que se emplean 19 placas con un espaciamento de 15 cm y con un área libre de 7,5% en lugar de 5,5%. Las restantes dimensiones son las mismas.	
30.	La columna se pone en funcionamiento del mismo modo que en el ejemplo 1, excepto que en lugar de las partículas coloreadas del PVC se añade una carga por impulsos de una solu-	

ción de ión sodio radioactivo. El tiempo de residencia se monitoriza midiendo la radioactividad del producto de la columna. Se obtiene los siguientes resultados.

5. El consumo de vapor de agua es de 0,3 kg de vapor de agua por kg de PVC procesado. La velocidad de alimentación de la lechada a la columna es de 1,6 litros/min. La concentración de entrada de VCM es de 1250 ppm. La concentración de salida de VCM es de 40 ppm de VCM en PVC sólido.

10. La siguiente tabla III demuestra la distribución del tiempo de residencia para las partículas de PVC.

TABLA III

15.	Tiempo transcurrido desde que los radio isotopos fueron introducidos en el punto de alimentación de lechada (min)	Concentraciones normalizadas de salida
	0	0
	$\frac{1}{2}$	0
	1	0
	$1\frac{1}{2}$	0
	2	0
20.	$2\frac{1}{2}$	0
	3	0,045
	$3\frac{1}{2}$	0,112
	4	0,157
	$4\frac{1}{2}$	0,213
	5	0,191
25.	$5\frac{1}{2}$	0,146
	6	0,079
	$6\frac{1}{2}$	0,034
	7	0,011
	$7\frac{1}{2}$	0,011
	8	0

30. Tiempo de residencia medio: $4\frac{1}{2}$ minutos.

Tiempo de residencia medio: 4,7 minutos

Recorrido semi-intercuartílico: $\frac{3^*}{4}$ minutos

EJEMPLO 3.-

5. Se utiliza la misma columna del ejemplo 2, operada bajo las siguientes condiciones. El consumo de vapor de agua es de 1kg de vapor de agua por kg de PVC. La velocidad de alimentación de la lechada es de 0,8 l/min. La eficacia de separación de VCM es tal que la concentración de VCM en la lechada alimentada a la columna es de 550 ppm y no pudo detectarse VCM en la corriente de salida de lechada (lo que significa que la concentración de VCM era inferior a 1ppm).

10.

La distribución del tiempo de residencia se muestra en la tabla IV.

TABLA IV

15.

Tiempo transcurrido desde que los radio isotopos fueron introducidos en el punto de alimentación de lechada (min)	Concentraciones normalizadas de salida
0	0
$\frac{1}{2}$	0
1	0
$1\frac{1}{2}$	0
2	0
$2\frac{1}{2}$	0
3	0
25. $3\frac{1}{2}$	0
4	0
$4\frac{1}{2}$	0
5	0,005
$5\frac{1}{2}$	0,014
6	0,035
30. $6\frac{1}{2}$	0,062
7	0,081

TABLA IV(continuación)

5.	Tiempo transcurrido desde que los radio isotopos fueron introducidos en el punto de alimentación de lechada (min)	Concentraciones normalizadas de salida
	7½	0,119
	8	0,141
	8½	0,135
	9	0,122
	9½	0,103
10.	10	0,076
	10½	0,049
	11	0,030
	11½	0,016
	12	0,005
	12½	0,003
15.	13	0,002
	13½	0

Tiempo de residencia medio: 8 minutos

Tiempo de residencia medio: 8,5 minutos

Recorrido semi-intercuartílico: 1 minuto

20. EJEMPLO 4.-

Se repite el ejemplo 3 empleando una lechada de PVC al 40% pp/pp, una temperatura de separación de 114°C, una velocidad de alimentación de lechada de 1,7 l/min y una velocidad de vapor de agua a la columna de 14 kg/hora. El vapor de agua se inyecta en la línea de alimentación de lechada a una velocidad de 14,5 kg/ hora para precalentar la lechada antes de introducirse en la columna. La utilización global de vapor de agua es de 0,3 kg/kg de PVC. La concentración de entrada de VCM en el PVC es de 839 ppm y la concentración de salida de VCM en el PVC es de 6 ppm.

30.

La distribución del tiempo de residencia se muestra en la tabla V.

TABLA V

5.	Tiempo transcurrido desde que los radio isotopos fueron introducidos en el punto de alimentación de lechada (min)	Concentraciones normalizadas de salida.
	0,0	0,000
	0,5	0,000
10.	1,0	0,000
	1,5	0,004
	2,0	0,025
	2,5	0,097
	3,0	0,140
	3,5	0,165
15.	4,0	0,174
	4,5	0,157
	5,0	0,110
	5,5	0,058
	6,0	0,035
	6,5	0,021
	7,0	0,010
20.	7,5	0,004
	8,0	0,000

Tiempo de residencia medio: 4,2 minutos
 Tiempo de residencia medio: 4 minutos
 Recorrido semi-intercuartílico: $\frac{3}{4}$ minutos

25. EJEMPLOS 5-16.-

Se establece una columna de cristal, vertical, de 0,16 m de diámetro, con 19 placas de acero inoxidable de 5 ml de espesor, fijadas a 15 cm entre sí. Las placas se proporcionan en un espaciamiento uniforme, con agujeros de 10 ml, los cuales han sido taladrados verticalmente a través de las placas. El

30.

área total de los agujeros sobre cada placa es de 7%. Las placas se mantienen en posición mediante una varilla centralmente situada. La cabeza de la columna se dota de un condensador refrigerado con agua y el efluente de la parte superior del condensador se conduce a un sistema de recuperación de VCM. La lechada separada se retira del pie de la columna. Se introduce vapor de agua en la columna por debajo de la placa más baja y a la placa superior se añade continuamente una lechada de partículas de PVC en agua, (40% pp/pp PVC). La columna se pone en funcionamiento bajo una gama de condiciones, mostrándose en la siguiente tabla VI la operación y eficacia de separación:

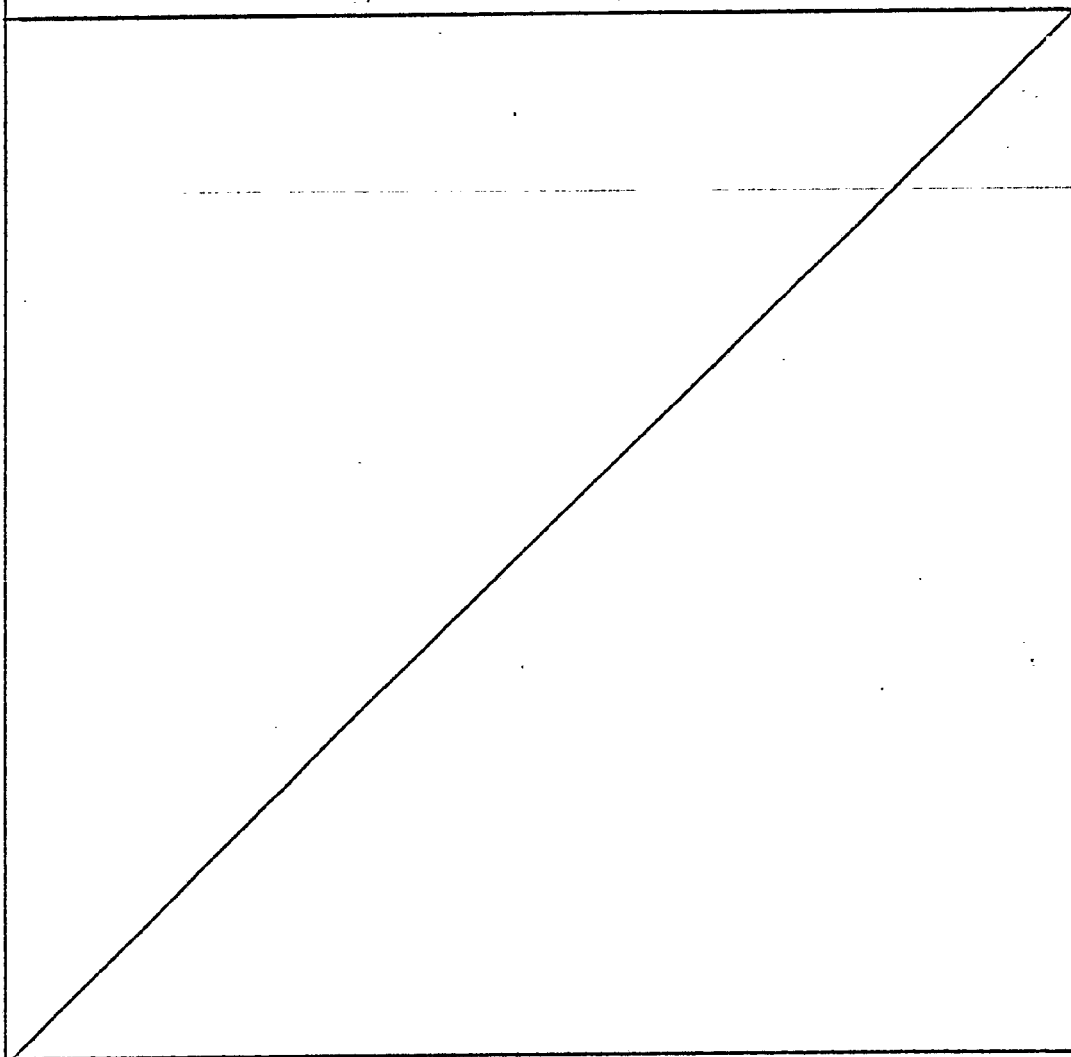


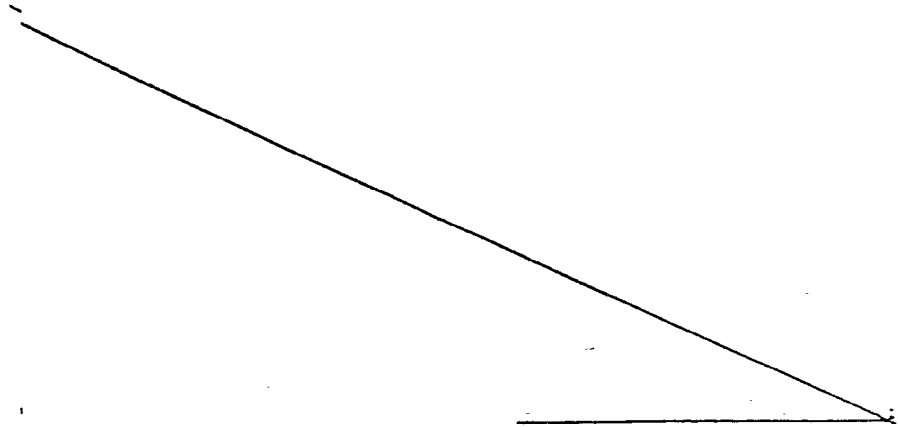
TABLA VI

Parametros operativos	EJEMPLO No.												
	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	
Porosidad del PVC (cc/g)	0,07	0,07	0,27	0,27	0,07	0,07	0,07	0,07	0,07	0,07	0,07	0,07	0,07
Velocidad alimentación lechada (l/min)	0,8	1,2	1,5	1,5	1,5	1,9	1,4	1,7	1,7	1,6	1,5	2,0	2,0
Velocidad vapor de agua de pre-calentamiento (kg/h)	0	5,85	8,10	7,20	5,85	7,65	7,65	12,15	14,40	11,25	10,35	16,20	16,20
Velocidad vapor de agua en la columna (kg/h)	21,60	12,15	21,15	17,10	21,15	21,60	12,60	12,60	13,95	12,60	13,95	10,35	10,35
Utilización vapor de agua (kg/kg PVC)	0,98	0,37	0,52	0,30	0,51	0,43	0,33	0,27	0,3	0,29	0,34	0,19	0,19
Temperatura columna (°C)	100	100	111	111	111	113	113	113	114	115	117	115	115
Tiempo de residencia medio (min)	8,5	5,8	5,3	4,7	5,9	4,9	5,4	4,4	4,0	5,1	4,8	6,0	6,0
Contenido en VCM del PVC (ppm)	550	1180	365	271	636	560	1017	898	839	1081	745	670	670
	4+	5	0,2	0,2	0,4	< 0,2	8	10	6	0,1	< 0,5	< 0,2	< 0,2

TABLA VI

Parametros operativos						
	5	6	7	8	9	10
Porosidad del PVC (cc/g)	0,07	0,07	0,27	0,27	0,07	0,07
Velocidad alimentación lechada (l/min)	0,8	1,2	1,5	1,5	1,5	1,9
Velocidad vapor de agua de precalentamiento (kg/h)	0	5,85	8,10	7,20	5,85	7,65
Velocidad vapor de agua en la columna (kg/h)	21,60	12,15	21,15	17,10	21,15	21,60
Utilización vapor de agua (kg/kg PVC)	0,98	0,37	0,52	0,30	0,51	0,43
Temperatura columna (°C)	100	100	111	111	111	113
Tiempo de residencia medio (min)	8,5	5,8	5,3	4,7	5,9	4,9
Contenido en VCM del PVC (ppm)						
Entrada	550	1180	365	271	636	560
Salida	44	5	0,2	0,2	0,4	< 0,2

EJEMPLO No.						
10	11	12	13	14	15	16
0,07	0,07	0,07	0,07	0,07	0,07	0,07
1,9	1,4	1,7	1,7	1,6	1,5	2,0
7,65	7,65	12,15	14,40	11,25	10,35	16,20
21,60	12,60	12,60	13,95	12,60	13,95	10,35
0,43	0,33	0,27	0,3	0,29	0,34	0,19
113	113	113	114	115	117	115
4,9	5,4	4,4	4,0	5,1	4,8	6,0
560	1017	898	839	1081	745	670
< 0,2	8	10	6	0,1	< 0,5	< 0,2



EJEMPLOS 17 a 18.-

5. Se establece una columna de acero inoxidable, vertical, de 0,25 m de diámetro, con 30 placas de acero inoxidable separadas entre sí por 20 cm. Cada placa está proporcionada, en un espaciamiento uniforme, con 54 agujeros de 10 mm de diámetro. El área total de agujeros sobre cada placa es del 7%.

10. La columna se pone en funcionamiento utilizando el mismo procedimiento general descrito en los ejemplos 5 a 16. Una lechada de partículas de PVC en agua (40% pp/pp PVC) obtenida directamente de un reactor a escala piloto, se pasa dos veces a través de la columna que representa una separación con una columna de 60 placas. Las condiciones operativas de la columna y los resultados obtenidos, se muestran en la siguiente tabla VI.

TABLA VII

20. Parametros operativos	Ejemplo No.	
	17	18
Velocidad alimentación lechada (kg/h)	463,5	585
Velocidad total del vapor de agua (kg/hr)	130-140	160-175
Temperatura columna (°C)	110	110
25. Contenido VCM Entrada	10400	14000
de PVC (ppm) Salida	5	0,08
- Color del producto 1	5,5	7,3
Tiempo de residencia medio (min)	-	16

30. 1. Índice de amarilleamiento determinado usando un diferencialmetro de color Hunterlab E25D

EJEMPLO 19.-

5 Muestras de polímero de los ejemplos 7, 11 y 13, tomadas antes y después de la separación, se formulan y ensayan con respecto a la estabilidad térmica dinámica utilizando un reómetro Haake. Los resultados se muestran en la siguiente tabla VIII.

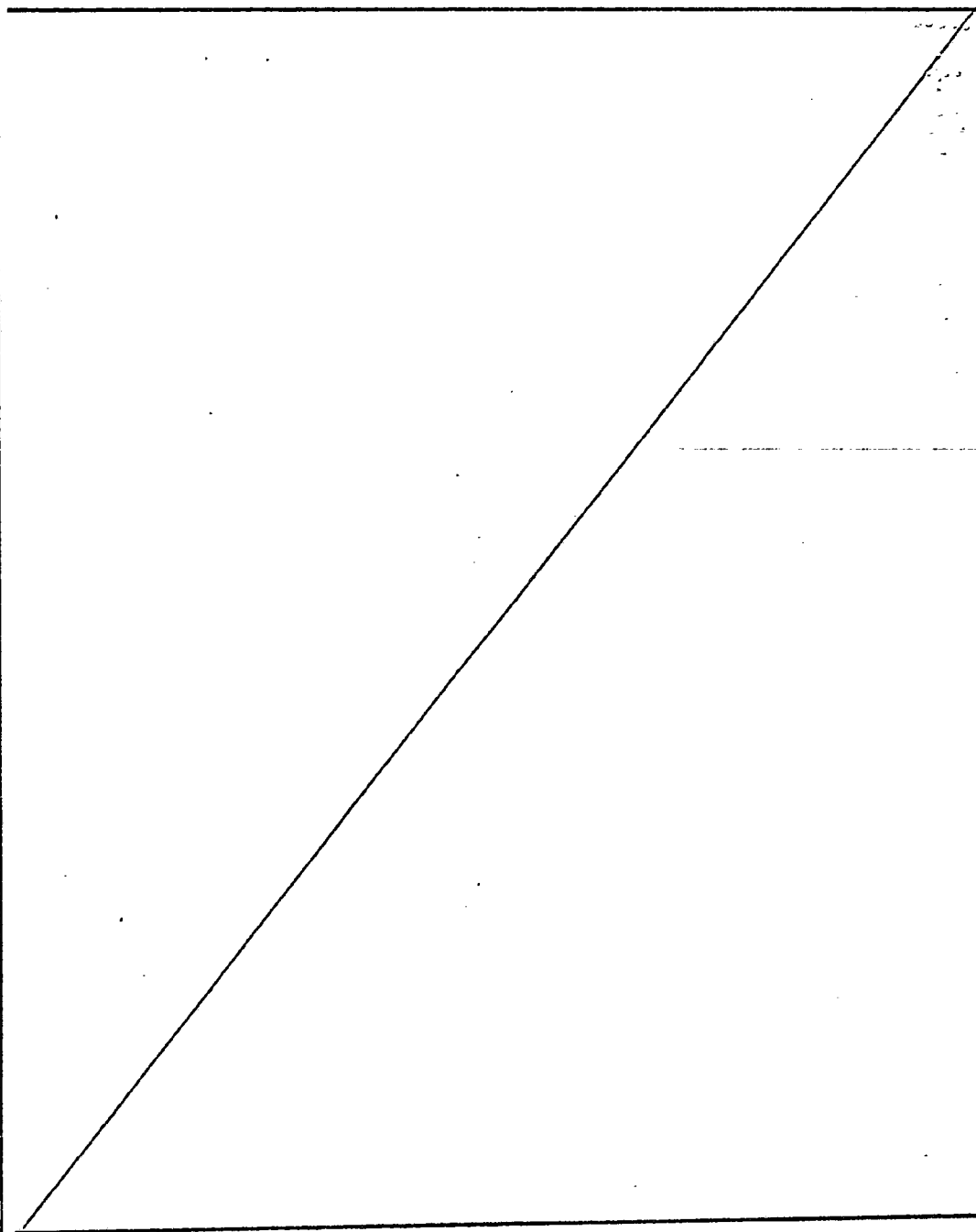


TABLA VIII

Muestra	Tipo de formulación	Temperatura de ensayo (°C)	Apariencia de la muestra en el momento (min)				
			3	6	9	12	15
Ejemplo 7, separa- da	Mezcla seca de con- ducto	210	Blanco opaco	Mate opaco	Amarillo palido opaco	Marrón opaco +	-
Ejemplo 7, sin separar	Mezcla seca de con- ducto	210	Blanco opaco	Mate opaco	Amarillo palido opaco	Marrón opaco +	-
Ejemplo 11, se- parada	Mezcla seca en bo- tella	180	Claro incoloro	Claro inco- loro	Claro incoloro	Amarillo pa- lido claro	Marrón claro +
Ejemplo 11, sin separar	Mezcla seca en bo- tella	180	Claro incoloro	Claro inco- loro	Claro incoloro	Amarillo pa- lido claro	Marrón claro +
Ejemplo 13, se- parada	Mezcla seca en bo- tella	180	Claro incoloro	Claro inco- loro	Claro incoloro	Amarillo pa- lido claro	Marrón claro +
Ejemplo 13, sin separar	Mezcla seca en bo- tella	180	Claro incoloro	Claro inco- loro	Claro incoloro	Amarillo pa- lido claro	Marrón claro +

+ decoloración significativa

TABLA VIII

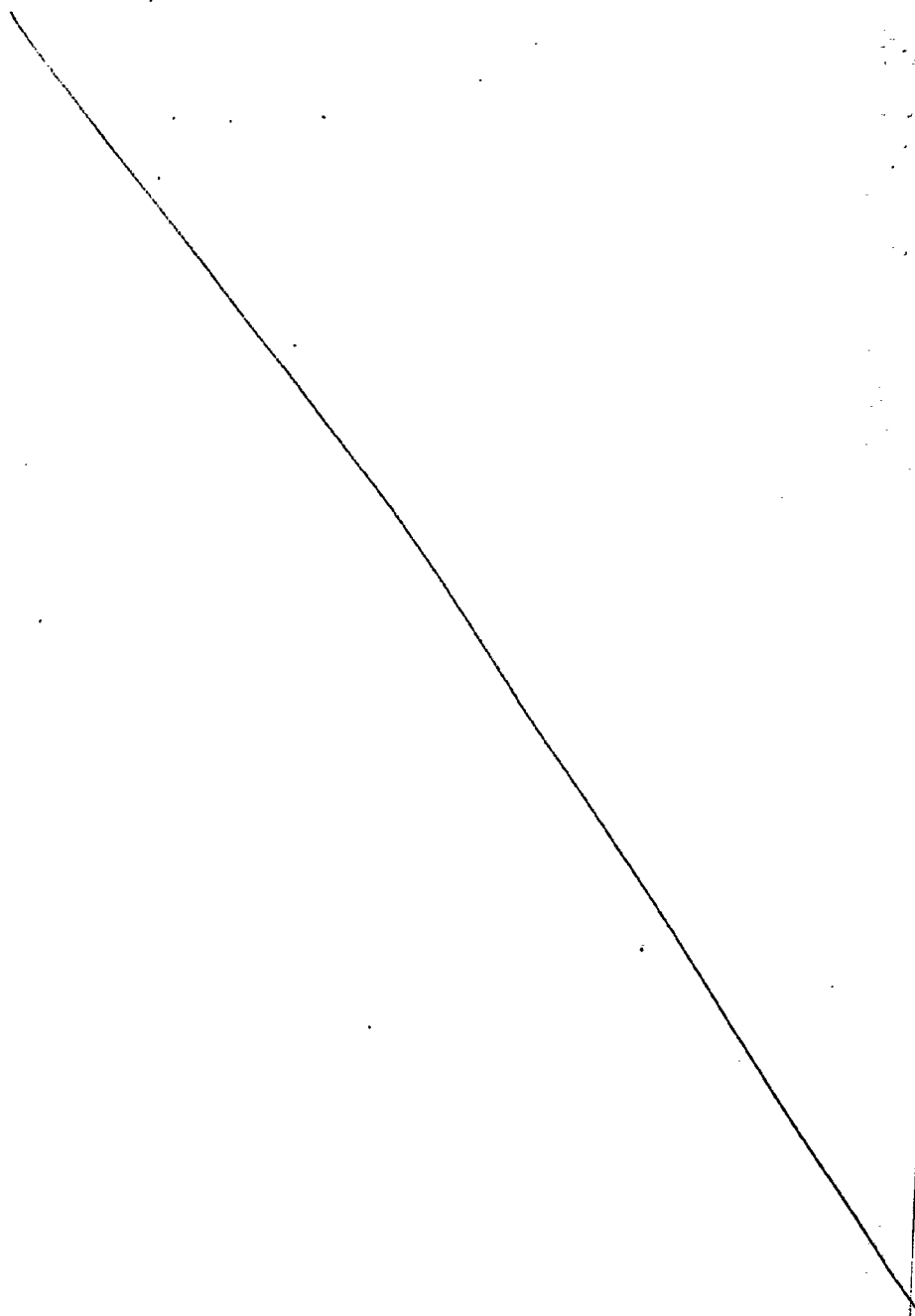
Muestra	Tipo de formulación	Temperatura de ensayo (°C)	Apariencia	
			3	6
Ejemplo 7, separada	Mezcla seca de conducto	210	Blanco opaco	Mate op
Ejemplo 7, sin separar	Mezcla seca de conducto	210	Blanco opaco	Mate op
Ejemplo 11, separada	Mezcla seca en botella	180	Claro incoloro	Claro i loro
Ejemplo 11, sin separar	Mezcla seca en botella	180	Claro incoloro	Claro i loro
Ejemplo 13, separada	Mezcla seca en botella	180	Claro incoloro	Claro i loro
Ejemplo 13, sin separar	Mezcla seca en botella	180	Claro incoloro	Claro i loro

+ decoloración significativa

de la muestra en el momento (min)			
6	9	12	15
Mate opaco	Amarillo palido opaco	Marrón opaco +	-
Mate opaco	Amarillo palido opaco	Marrón opaco +	-
Claro incoloro	Claro incoloro	Amarillo palido claro	Marrón claro +
Claro incoloro	Claro incoloro	Amarillo palido claro	Marrón claro +
Claro incoloro	Claro incoloro	Amarillo palido claro	Marrón claro +
Claro incoloro	Claro incoloro	Amarillo palido claro	Marrón claro +

Descrita suficientemente la naturaleza del invento así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle, en cuanto no alteren su principio fundamental.

5



REIVINDICACIONES

1.- Procedimiento para la separación de cloruro de vinilo monómero de un polímero de poli(cloruro de vinilo), caracterizado porque comprende las etapas de:

5 (a) pasar una lechada de partículas de dicho polímero de poli(cloruro de vinilo) en agua a través de una columna sustancialmente vertical dotada de una serie de placas perforadas horizontales, pero sin tubos descendentes para líquidos, siendo alimentada la lechada a la columna en o cerca
10 de la cabeza de la misma y siendo alimentado un flujo de vapor de agua a la columna en o cerca del pie de la misma, a una velocidad suficiente para permitir que la lechada lagrimée a través de las perforaciones contra el flujo de vapor de agua sin inundar la columna, efectuándose esta etapa bajo
15 las siguientes condiciones:

- temperatura de la lechada en la columna : 90 a 150°C;
- tiempo de residencia medio de las partículas en la columna : 1 a 20 minutos;
- recorrido semi-intercuartílico del tiempo de residencia de las partículas en la columna : inferior a 5 minutos

20 (b) extraer la lechada separada de la columna en o cerca del pie de la misma; y

(c) retirar el vapor de agua y el cloruro de vinilo monómero de la columna en o cerca de la cabeza de la misma.

25 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el polímero de poli(cloruro de vinilo) es un homopolímero de cloruro de vinilo.

3.- Procedimiento según la reivindicación 1 ó 2, carac-

terizado porque el polímero de poli(cloruro de vinilo) particulado se prepara por polimerización en suspensión.

5 4.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque el porcentaje de polímero PVC sólido en la lechada es de 10 a 60% en peso.

5.- Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado porque el porcentaje es de 20 a 45% en peso.

10 6.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque se emplea una gama de tamaños de perforaciones de 3 a 300 mm².

7.- Procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado porque la gama de tamaños es de 20 a 180 mm².

15 8.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado porque el porcentaje de area libre de placas perforadas es de 5 a 15%.

9.- Procedimiento según la reivindicación 8, caracterizado porque el porcentaje es de 5 a 10%.

20 10.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado porque el tamaño de una perforación es de unos 80 mm² y el porcentaje de area libre de las placas perforadas es de 7% aproximadamente.

25 *pa* 11.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, caracterizado porque las perforaciones son agujeros cilíndricos, de bordes agudos y sin achaflanar, verticales con respecto al plano de la placa y espaciados sus-

tancialmente de forma homogénea por toda la superficie de la placa.

5 12.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, caracterizado porque el espaciamento entre las placas perforadas es de 10 a 40 cm.

13.- Procedimiento según la reivindicación 12, caracterizado porque el espaciamento es de 15 a 20 cm.

10 14.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 13, caracterizado porque la temperatura de la columna es de 100 a 120°C.

15 15.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque el tiempo de residencia semi-intercuartílico es inferior a 2 minutos.

16.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 15, caracterizado porque la presión en la columna está comprendida entre 1 atmósfera y 1,5 atmósferas absolutas.

20 17.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 16, caracterizado porque la velocidad de alimentación de la lechada y la del vapor de agua se ajustan de modo que la carga de vapor y la carga de líquido a la columna sea de 50 a 90% del punto de inundación de la columna y de forma que la carga de vapor sea superior a la de líquido.

25 18.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 17, caracterizado porque la porosidad del polímero PVC es superior a 0,07 cc/g.

19.- Procedimiento para la separación de cloruro de

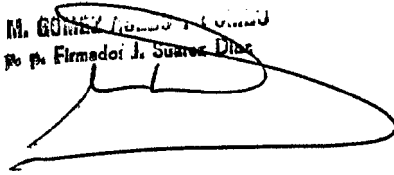
vinilo monómero de un polímero de poli(cloruro de vinilo), tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria, e ilustrado en los dibujos adjuntos.

5 Esta Memoria consta de 35 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 21 SET. 1977

ICI AUSTRALIA LIMITED.

J. M. GONZÁLEZ GARCÍA
Por el Firmador J. Suarez Diaz



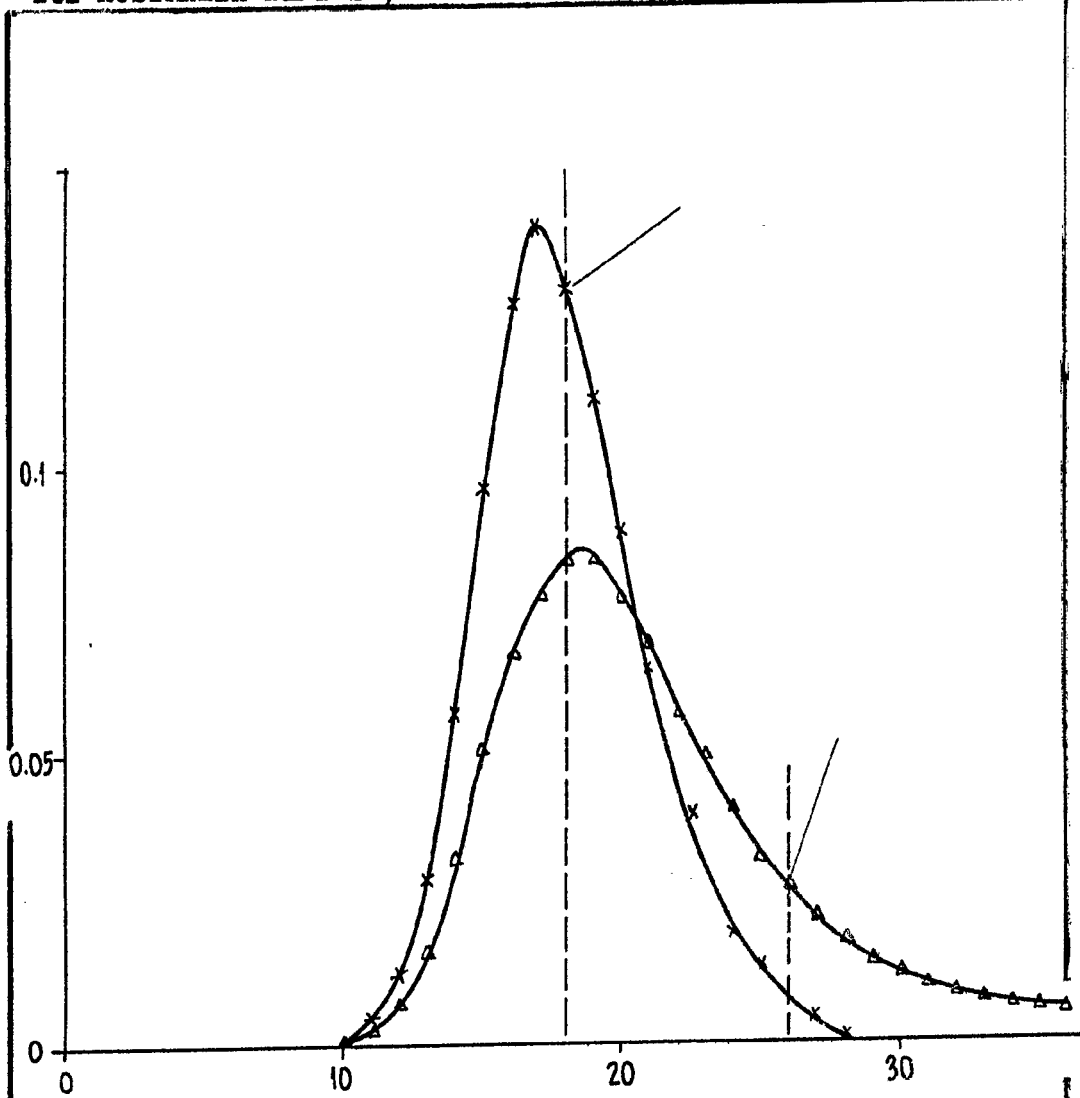


FIG. 1 .

... OCT 1977
A. H. SOUZA
... J. ...