

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 597 602**

51 Int. Cl.:

**C08F 8/12** (2006.01)

**C08F 18/04** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **12.11.2010 PCT/JP2010/070174**

87 Fecha y número de publicación internacional: **22.09.2011 WO11114575**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **12.11.2010 E 10847981 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **24.08.2016 EP 2548898**

54 Título: **Método de producción y dispositivo de producción para resinas de poli(alcohol vinílico)**

30 Prioridad:

**18.03.2010 JP 2010062768**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

**19.01.2017**

73 Titular/es:

**DENKA COMPANY LIMITED (100.0%)  
1-1, Nihonbashi-Muromachi 2-chome, Chuo-ku  
Tokyo 103-8338, JP**

72 Inventor/es:

**KOZUKA TAKAHIRO**

74 Agente/Representante:

**CAMACHO PINA, Piedad**

ES 2 597 602 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

**DESCRIPCIÓN**

Método de producción y dispositivo de producción para resinas de poli(alcohol vinílico)

**5 Campo técnico**

La presente invención se refiere a un método y a un aparato para producir una resina de poli(alcohol vinílico). Más específicamente, se refiere a una tecnología en relación con la etapa de saponificación llevada a cabo en la producción de una resina de poli(alcohol vinílico).

10

**Técnica anterior**

El poli(alcohol vinílico) (PVA), una resina sintética soluble en agua, se ha usado principalmente como material de partida para fibras sintéticas. Recientemente, se usa en diversos campos, por ejemplo para la producción de materiales de película, dispersantes de emulsión, adhesivos y resinas aglutinantes, debido a sus propiedades favorables. Las resinas de PVA se producen generalmente mediante la polimerización de un éster vinílico y la saponificación del poli(éster vinílico) resultante en un disolvente orgánico en presencia de un catalizador.

15

20

25

Entonces, para la saponificación del poli(éster vinílico) se usa por ejemplo un reactor de cinta equipado con una mezcladora en línea. La figura 4 es una vista que ilustra un método de saponificación convencional que usa un reactor de cinta. Tal como se muestra en la figura 4, cuando se produce PVA mediante la saponificación de poli(acetato de vinilo) en disolvente de metanol en presencia de un catalizador alcalino en un reactor de cinta convencional, en primer lugar se colocan una disolución en metanol de poli(acetato de vinilo) y una disolución alcalina en un recipiente 101 de mezclado y se agitan por ejemplo en una mezcladora 102 de rotor (mezcladora) durante un tiempo determinado. Entonces se coloca la mezcla 104 sobre una cinta 103, donde se permite que avance la reacción de saponificación en condiciones de temperatura determinadas.

30

35

40

45

50

También se han propuesto convencionalmente métodos mediante los cuales se mezclan líquidos (suspensión) para la reacción de saponificación que contienen un poli(éster vinílico) y un disolvente orgánico y un catalizador de saponificación en una amasadora y entonces se permite que avance la reacción de saponificación en un reactor de saponificación de tipo torre (véanse los documentos de patente 1 y 2). También se ha propuesto un método de mezclado de una disolución de poli(éster vinílico) y un catalizador de saponificación en una mezcladora en línea y de saponificación del poli(éster vinílico) en un reactor equipado con un agitador planetario (véase el documento de patente 3) y un aparato que tiene una mezcladora estática en un reactor para saponificación (véase el documento de patente 4). Adicionalmente, el documento de patente 5 da a conocer un procedimiento para la preparación de poli(acetato de vinilo) parcialmente alcoholizado que comprende premezclar rápidamente el polímero de poli(acetato de vinilo) y disoluciones de catalizador de base en una mezcladora estática y llevar a cabo la reacción de alcoholólisis en una extrusora de mezclado o mezcladora de doble rotor, de auto-limpieza, de engranaje. El procedimiento produce un producto de poli(alcohol vinílico) que tiene una fracción insoluble en agua caliente máxima de aproximadamente el 1,1% en peso obtenida mediante el ajuste apropiado de la temperatura de alimentación, la velocidad de corte en la premezcladora y la concentración de catalizador en la disolución de alimentación de catalizador. En el documento de patente 6 se da a conocer un método para la fabricación continua de poli(alcohol vinílico). En este método, se introducen una disolución alcohólica esencialmente anhídrico de un hidróxido de metal alcalino del grupo que consiste en hidróxido de litio, sodio y potasio y una disolución alcohólica esencialmente anhídrico de poli(acetato de vinilo) simultáneamente en una cámara de mezclado y se mezclan completamente. La mezcla resultante está en un estado fluido que se hace fluir de manera continua sobre una superficie inerte que se mueve continuamente alejándose de la fuente de mezclado. La mezcla puede formar un gel sobre dicha superficie y tras aproximadamente dos veces el tiempo de gelificación de dicha mezcla, antes de que tenga lugar la sinéresis sustancial, se retira el gel de manera continua de la superficie. Inmediatamente después, se tritura el gel y se deja que se produzca la sinéresis durante al menos una hora antes de lavar con agua a una temperatura por debajo de la temperatura de disolución mínima del gel.

Lista de referencias

55

Documentos de patente

[Documento de patente 1] Publicación de solicitud de patente no examinada japonesa n.º 2000-355611

[Documento de patente 2] Publicación de solicitud de patente no examinada japonesa n.º 2001-55414

60

[Documento de patente 3] Traducción japonesa de PCT n.º 2008-510880

[Documento de patente 4] Publicación de solicitud de patente internacional

65

[Documento de patente 5] Solicitud de patente europea n.º 0054716

[Documento de patente 6] Patente estadounidense número 2642419 n.º WO 2003/033548

## Sumario de la invención

### 5 Problema técnico

Sin embargo, los métodos de saponificación convencionales descritos anteriormente tienen las siguientes desventajas. Concretamente, tienen la desventaja de que los métodos que usan una mezcladora que demanda alta potencia, tal como mezcladora de rotor, amasadora o agitador planetario, tienen un consumo de energía superior. Alternativamente, cuando se usa una mezcladora estática como mezcladora, tal como en el aparato descrito en el documento de patente 4, es posible reducir el consumo de energía, pero no es posible mezclar los materiales de partida uniformemente con sólo instalar una mezcladora estática en el reactor. Todavía alternativamente, la tecnología descrita en el documento de patente 4 tiene la desventaja de que demanda un aparato resistente a la presión porque se usa un fluido supercrítico o a alta temperatura – alta presión.

15 Por consiguiente, un objeto principal de la presente invención es proporcionar un método y un aparato para la producción de poli(alcohol vinílico) que pueda reducir el consumo de energía sin deterioro en la calidad.

### 20 Solución al problema

El método de producción de una resina de poli(alcohol vinílico) según la presente invención incluye una etapa de introducción para introducir un catalizador de saponificación por un orificio de introducción, cuyo tamaño es de 1/20 a 1/2 del diámetro de un canal formado en el centro del canal para hacer fluir una disolución de saponificación de partida que contiene un poli(éster vinílico) y un disolvente orgánico y una etapa de mezclado para mezclar la disolución de saponificación de partida y el catalizador de saponificación introducido mediante una mezcladora estática, en el que la mezcla obtenida en la etapa de mezclado se somete a reacción de saponificación cuando se coloca sobre una cinta.

30 Puesto que los materiales de partida se mezclan mediante la mezcladora estática en la presente invención, no se necesita energía para el mezclado. Además, el mezclado mediante la mezcladora estática no genera calor, evitando por tanto el avance de la reacción de saponificación durante el mezclado. Por tanto, la resina de poli(alcohol vinílico) producida tiene una calidad más estabilizada. Además, puesto que el catalizador de saponificación se introduce en el centro del canal para hacer fluir la disolución de saponificación de partida, la eficacia del mezclado es superior y la disolución de saponificación de partida y el catalizador pueden mezclarse en un periodo de tiempo más corto.

35 La concentración de poli(éster vinílico) en la disolución de saponificación de partida puede ajustarse a del 20 al 60% en masa y la viscosidad de la misma a de 0,01 a 30 Pa·s antes de la introducción del catalizador de saponificación en la disolución de saponificación de partida a una concentración de catalizador del 0,2 al 10% en masa en la disolución de saponificación de partida.

40 El aparato para producir una resina de poli(alcohol vinílico) según la presente invención incluye un mecanismo de introducción de catalizador para introducir un catalizador de saponificación en el centro de un canal para hacer fluir la disolución de saponificación de partida que contiene un poli(éster vinílico) y un disolvente orgánico y una o más mezcladoras estáticas instaladas aguas abajo del mecanismo de introducción de catalizador para mezclar la disolución de saponificación de partida con el catalizador de saponificación introducido.

45 Puesto que se usan mezcladoras estáticas como mezcladoras en la presente invención, no hay necesidad de energía para el funcionamiento de las mezcladoras. Adicionalmente, las mezcladoras estáticas no generan calor de mezclado, evitando por tanto el avance de la reacción de saponificación durante el mezclado y estabilizando la calidad del producto. Además, puesto que el catalizador se introduce en el centro del canal mediante el mecanismo de introducción de catalizador, la mezcla puede mezclarse favorablemente en un corto periodo de tiempo.

50 El aparato puede contener mezcladoras estáticas que tienen una caída de presión por elemento de menos de 0,05 MPa.

55 Además, el aparato puede tener una cinta que se mueve unidireccionalmente, en cuyo caso, puede permitirse que la reacción de saponificación avance, cuando la mezcla descargada de la mezcladora estática se coloca sobre ella.

60 Además, el mecanismo de introducción de catalizador puede tener una tubería de introducción para hacer fluir la disolución que contiene catalizador que se forma, cuando atraviesa el centro del canal y se extiende a través del canal en la dirección perpendicular a la dirección de flujo, y un orificio de introducción que tiene una abertura orientada hacia la mezcladora estática que se forma en la posición de la tubería de introducción equivalente al centro del canal.

### 65 Efecto ventajoso de la invención

La presente invención, en la que se introduce un catalizador de saponificación en el centro de un canal para hacer fluir una disolución de saponificación de partida que contiene un poli(éster vinílico) y un disolvente orgánico y la mezcla se mezcla mediante una mezcladora estática, puede reducir el consumo de energía sin deterioro en la calidad de la resina de poli(alcohol vinílico) producida.

5

### Breve descripción de los dibujos

La figura 1 es una vista esquemática que ilustra la configuración de un aparato de saponificación usado en un método de producción de una resina de poli(alcohol vinílico) según una realización de la presente invención.

10

La figura 2(a) es una vista en sección que ilustra un ejemplo de configuración de un mecanismo de introducción de catalizador en el aparato de saponificación mostrado en la figura 1 y la figura 2(b) es una vista en sección transversal tomada a lo largo de la línea A-A en la figura 2(a).

15

La figura 3 es un histograma que muestra la distribución de los grados de saponificación de las resinas de PVA en el ejemplo 1 y el ejemplo comparativo 1, representándose los grados de saponificación en la abscisa y la frecuencia en la ordenada.

20

La figura 4 es una vista que ilustra un método de saponificación convencional que usa un reactor de cinta.

25

### Descripción de realizaciones

A continuación en el presente documento se describirán en detalle realizaciones favorables de la presente invención con referencia a los dibujos adjuntos. Debe entenderse que la presente invención no está limitada por las realizaciones descritas a continuación. En el método de producción de una resina de poli(alcohol vinílico) (PVA) según una realización de la presente invención, se produce una resina de PVA en una etapa de polimerización y una etapa de saponificación mostradas a continuación.

30

[Etapa de polimerización]

35

En el método de producción de una resina de poli(alcohol vinílico) en la presente realización, se prepara un poli(éster vinílico) mediante la polimerización de uno o más ésteres vinílicos o mediante la copolimerización de un éster vinílico con otros monómeros copolimerizables entre ellos. Los ésteres vinílicos que pueden usarse incluyen, por ejemplo, formiato de vinilo, acetato de vinilo, propionato de vinilo, valerato de vinilo, caproato de vinilo, laurato de vinilo, estearato de vinilo, benzoato de vinilo, pivalato de vinilo y versatato de vinilo, pero es preferible el acetato de vinilo desde el punto de vista de la estabilidad de polimerización.

40

Otros monómeros copolimerizables con estos ésteres vinílicos incluyen, pero no se limitan particularmente a, por ejemplo,  $\alpha$ -olefinas tales como etileno y propileno; ésteres de (met)acrilato de alquilo tales como (met)acrilato de metilo, (met)acrilato de etilo, (met)acrilato de butilo y (met)acrilato de 2-etilhexilo; amidas insaturadas tales como (met)acrilamida y N-metilacrilamida; ácidos insaturados tales como ácido (met)acrílico, ácido crotonico, ácido maleico, ácido itacónico y ácido fumárico; ésteres alquílicos (tales como metílico, etílico y propílico) de ácidos insaturados; anhídridos de ácidos insaturados tales como anhídrido maleico; sales de ácidos insaturados (tales como sales de sodio, sales de potasio, sales de amonio, etc.); monómeros que contienen un grupo glicídilo tales como alil glicidil éter y (met)acrilato de glicidilo; monómeros que contienen un grupo de ácido sulfónico tales como ácido 2-acrilamido-2-metilpropanosulfónico y las sales del mismo; monómeros que contienen un grupo fosfato tales como metacrilato de fosfoxiétilo ácido y metacrilato de fosfoxipropilo ácido; alquil vinil éteres y similares.

45

[Etapa de saponificación]

50

El poli(éster vinílico) obtenido en la etapa de polimerización descrita anteriormente se saponifica entonces en un disolvente orgánico en presencia de un catalizador. Pueden usarse alcoholes tales como metanol, etanol, propanol, etilenglicol, propilenglicol, glicerol y dietilenglicol como los disolventes orgánicos que pueden usarse, pero el metanol es particularmente preferible.

55

Los ejemplos de los catalizadores de saponificación incluyen catalizadores alcalinos tales como hidróxido de sodio, hidróxido de potasio, alcoholato de sodio y carbonato de sodio y catalizadores ácidos tales como ácido sulfúrico, ácido fosfórico y ácido clorhídrico. Entre los catalizadores de saponificación anteriores, es más preferible usar un catalizador alcalino y es más preferible usar hidróxido de sodio. Por tanto es posible elevar la velocidad de saponificación y mejorar la productividad.

60

La figura 1 es una vista esquemática que ilustra la configuración de un aparato de saponificación usado en un método de producción de una resina de PVA en la presente realización. La figura 2(a) es una vista en sección que ilustra un ejemplo de configuración del mecanismo de introducción de catalizador en ella y la figura 2(b) es una vista en sección transversal tomada a lo largo de la línea A-A mostrada en la figura 2(a). En el método de producción de una resina de PVA según la presente realización, por ejemplo tal como se muestra en las figuras 1 y 2, se alimentan

65

una disolución de saponificación de partida que contiene un poli(éster vinílico), que se obtuvo en la etapa de polimerización, y un disolvente orgánico en un canal 1 y se introduce una disolución que contiene catalizador de saponificación en el centro de la corriente. Entonces se mezclan mediante una mezcladora 2 estática y se somete la mezcla 4 resultante a reacción de saponificación, cuando se coloca, por ejemplo, sobre una cinta 3.

La viscosidad de la disolución de saponificación de partida es entonces preferiblemente de 0,01 a 30 Pa·s. Esto es porque la cantidad del disolvente usado aumenta, lo que conduce por tanto a aumentar el coste de producción, cuando la viscosidad de la disolución de saponificación de partida es de menos de 0,01 Pa·s y se hace difícil alimentar la disolución de saponificación de partida cuando la viscosidad de la misma es de más de 30 Pa·s.

La concentración del poli(éster vinílico) en la disolución de saponificación de partida es preferiblemente del 20 al 60% en masa. Aunque una concentración de poli(éster vinílico) de menos del 20% en masa hace que la reacción avance fácilmente, debido a la disminución en la viscosidad de la disolución, también demanda el uso de una mayor cantidad del disolvente, lo que conduce al aumento en el coste de producción de la resina de PVA. Alternativamente, una concentración de poli(éster vinílico) de más del 60% en masa puede dificultar la alimentación de la disolución debido a la alta viscosidad.

Alternativamente, la concentración del catalizador de saponificación en la disolución de catalizador de saponificación es preferiblemente del 0,2 al 10% en masa. Esto es porque la velocidad de la reacción puede disminuir cuando la concentración del catalizador de saponificación es de menos del 0,2% en masa y la reacción de neutralización tras la reacción puede generar una gran cantidad de sales, demandando una gran cantidad de líquido de lavado en una etapa de lavado, cuando la concentración del catalizador de saponificación es de más del 10% en masa.

En cuanto al método de introducción de la disolución de catalizador de saponificación en el centro del canal 1, por ejemplo, tal como se muestra en la figura 2, se hace que una tubería 5 de introducción de catalizador de saponificación que tiene un orificio 5a de introducción se extienda a través del canal 1 en la dirección perpendicular a una dirección de flujo, orientándose el orificio 5a de introducción hacia abajo en la dirección de flujo en el centro del canal 2. Se hace que la tubería 5 de introducción de catalizador de saponificación se extienda a través del canal con el fin de reducir lo máximo posible la fluctuación en la velocidad de flujo en diversos puntos en la sección transversal perpendicular a la dirección de flujo del canal 1 y la generación de turbulencia de la corriente de la disolución de saponificación de partida.

La disolución de catalizador de saponificación se introduce en el centro del canal 1 con el fin de mejorar la eficacia de mezclado. Si la disolución de catalizador de saponificación se introduce en un punto separado del centro del canal 1, se produce fluctuación en la concentración en diversos puntos en la sección transversal perpendicular a la dirección de flujo. Es posible, mediante el mecanismo de introducción de catalizador instalado en una configuración de este tipo, reducir la turbulencia de la corriente de la disolución de saponificación de partida y mezclar los materiales de partida eficazmente.

El método de introducir la disolución de catalizador de saponificación no se limita al mostrado en la figura 2 y puede seleccionarse de manera apropiada por ejemplo según la configuración deseada del sistema. Por ejemplo, la tubería 5 de introducción de catalizador de saponificación puede ser una tubería en forma de L en voladizo, o la tubería 5 de introducción de catalizador de saponificación puede ser una tubería en forma de cruz que tiene un orificio 5a de introducción en el centro.

Alternativamente, el tipo y el número de las mezcladoras 2 estáticas no están particularmente limitados y puede seleccionarse apropiadamente según diversas condiciones tales como la cantidad de flujo, la velocidad de flujo y la concentración. Es preferible usar una mezcladora 2 estática que muestra una caída de presión por elemento de menos de 0,05 MPa. Por tanto es posible instalar múltiples elementos (mezcladoras estáticas) sin necesidad de caras bombas de presión que permiten alta presión y obtener un estado de mezclado favorable (CoV: 0,01 o menos) con una energía menor que antes mediante el uso de las instalaciones existentes.

La caída de presión por elemento mediante la mezcladora 2 estática es más preferiblemente de menos de 0,03 MPa. Por tanto es posible aumentar el número de las mezcladoras 2 estáticas usadas y aumentar la eficacia de mezclado. Si aumenta el número de las mezcladoras 2 estáticas usadas, aunque la eficacia de mezclado aumenta, también aumenta la caída de presión. Por tanto, el diámetro de la misma se selecciona preferiblemente de manera apropiada según las presiones permisibles de la bomba de alimentación de material de partida y la tubería de suministro.

En el aparato de saponificación usado en el método de producción de una resina de PVA según la presente realización, pueden usarse en combinación múltiples tipos de mezcladoras estáticas que muestran diferentes caídas de presión. La velocidad de corte y la caída de presión están en una relación de compensación y, por ejemplo, es necesario reducir el diámetro de la mezcladora estática para obtener una velocidad de corte superior, pero un diámetro más pequeño también conduce a un aumento en la caída de presión. Incluso en tal caso, es posible suprimir el aumento en la caída de presión y todavía elevar la velocidad de corte, usando múltiples tipos de mezcladoras estáticas que muestran diferentes caídas de presión y controlando la razón de instalación de las

mismas para hacer que las presiones aplicadas a las respectivas bombas sean inferiores que sus presiones permisibles.

La mezcla 4 obtenida tras mezclar mediante la mezcladora 2 estática se deja para la reacción de saponificación en condiciones de temperatura determinadas durante un tiempo determinado. Por ejemplo, en el caso del reactor de cinta mostrado en la figura 1, la mezcla se deja en condiciones de temperatura de 20 a 50°C, cuando se acciona la cinta 3. Entonces puede determinarse el tiempo de retención según el grado de saponificación deseado y es, por ejemplo, de aproximadamente 30 minutos si se desea un grado de saponificación promedio de aproximadamente el 90% en moles. La presente invención no se limita al uso de un reactor de cinta y, por ejemplo, también puede usarse un reactor de tipo amasador o torre en lugar del reactor de cinta.

En la etapa de saponificación, parte o todos los grupos de éster vinílico en el poli(éster vinílico) se saponifican para dar grupos alcohol vinílico. El grado de saponificación de la resina de PVA obtenida en la etapa de saponificación descrita anteriormente no está particularmente limitado y puede determinarse arbitrariamente, por ejemplo, según su aplicación.

Además, en el método de producción de una resina de PVA según la presente realización, pueden llevarse a cabo una etapa de lavado para eliminar impurezas tales como acetato de sodio y una etapa de secado, según sea necesario, tras las etapas de polimerización y saponificación anteriores.

Tal como se describió anteriormente en detalle, en el método de producción de una resina de poli(alcohol vinílico) según la presente realización, no hay necesidad de energía para mezclar, porque la disolución de saponificación de partida y la disolución de catalizador de saponificación se mezclan mediante una mezcladora estática. Por tanto es posible reducir el consumo de energía considerablemente en la etapa de saponificación. Además, puesto que la mezcladora estática no genera calor de mezclado, la reacción de saponificación no avanza durante el mezclado. Por consiguiente, es posible estabilizar la calidad de la resina de PVA producida.

Además, en el método de producción de una resina de PVA según la presente realización, puesto que se introduce una disolución que contiene catalizador de saponificación en el centro del canal para hacer fluir la disolución de saponificación de partida que contiene un poli(éster vinílico) y un disolvente orgánico, es posible obtener un estado de mezclado favorable en un corto periodo de tiempo aun cuando se usa una mezcladora estática. Por consiguiente, es posible reducir la energía necesaria para la producción sin deterioro en la calidad de la resina de PVA producida.

### Ejemplos

A continuación en el presente documento, se describirán específicamente los efectos ventajosos de la presente invención con referencia a los ejemplos y los ejemplos comparativos de la presente invención. En cada de uno de los ejemplos, se saponifica un poli(acetato de vinilo) obtenido en una etapa de polimerización en un reactor de cinta equipado con la mezcladora 2 estática mostrada en la figura 1 (ejemplos) o en un reactor de cinta equipado con la mezcladora 102 de rotor mostrada en la figura 4 (ejemplo comparativo), para dar una resina de poli(alcohol vinílico) (PVA).

Específicamente, en los ejemplos 1 a 5, se mezclaron una disolución de saponificación de partida, es decir, una disolución de poli(acetato de vinilo)-metanol (concentración: el 37,5% en masa) y una disolución de catalizador de saponificación, es decir, disolución de hidróxido de sodio-metanol (concentración: el 3% en masa) en las condiciones mostradas en la tabla 1 siguiente, mediante el uso de dos tipos de mezcladora estática A (alta caída de presión) y B (baja caída de presión) diferentes en la caída de presión por elemento. Por otra parte, en el ejemplo comparativo 1, se mezclaron una disolución de poli(acetato de vinilo)-metanol (concentración: el 37,5% en masa) y una disolución de hidróxido de sodio-metanol (concentración: el 1,5% en masa) en las condiciones mostradas en la tabla 1 siguiente a una frecuencia de rotación de 650 rpm mediante el uso de una mezcladora de rotor que consiste en una cubierta y un pasador, que se usa como rotor.

[Tabla 1]

		Ejemplo comparativo 1	Ejemplo 1	Ejemplo 2	Ejemplo 3	Ejemplo 4	Ejemplo 5
Tipo de mezcladora		Mezcladora de rotor	Mezcladora estática A	Mezcladora estática B	Mezcladora estática A	Mezcladora estática A	Mezcladora estática A
Número de elementos (unidades)		-	16	20	20	15	10
Velocidad de alimentación	Disolución de saponificación de partida	5106	5106	7323	7323	7323	7323

(litro/hora)	Disolución de catalizador de saponificación	606	606	844	844	844	844
Velocidad de corte (1/s)		-	350	400	500	500	500
Temperatura de la disolución de saponificación de partida en el orificio de entrada (°C)		35	38	42	42	42	42
Calor de mezclado $\Delta T$ (°C)		4	0	0	0	0	0
Viscosidad (Pa·s)	Antes del mezclado	5,4	5,4	5,3	5,1	5,1	5,1
	Después del mezclado	3,3	3,3	3,2	3,1	3,1	3,1
Potencia del motor (kW)		33	-	-	-	-	-
CoV		-	0,0075	0,0012	0,0012	0,012	0,12
Caída de presión (MPa)		0,51	0,63	0,52	0,94	0,73	0,52
Tiempo de residencia (s)		6,9	2,1	1,7	1,8	1,4	0,9

La viscosidad mostrada en la tabla 1 se determinó usando un reómetro CVO en las condiciones de: modo: múltiples mediciones de velocidad de corte en modo viscosímetro, temperatura: 40°C, concentración: el 37,5% en masa, cono: CP4<sup>9</sup>/40 mm, velocidad de corte: de 1 a 1000 s<sup>-1</sup>, Retardo: de 5 a 15 segundos e integración: 10 segundos. La potencia del motor es un valor calculado, ya que la eficacia del motor se estima como 0,6. Además, el CoV (coeficiente de variación) es la constante de desviación  $\sigma\sqrt{X}$  en la salida de la mezcladora.

Entonces se colocó la mezcla preparada mediante el método en las condiciones descritas anteriormente sobre una cinta 3 ó 103 y se dejó en unas condiciones de temperatura de 40°C durante 30 minutos para el avance de la reacción de saponificación. Entonces se filtró y se secó la mezcla, para dar cada una de las resinas de PVA de los ejemplos 1 a 5 y del ejemplo comparativo 1.

Se determinó la distribución del grado de saponificación de las resinas de PVA del ejemplo 1 y el ejemplo comparativo 1 mediante espectroscopía infrarroja (IR). Específicamente, se determinó la absorción IR por cada una de 50 partículas de PVA escogidas arbitrariamente mediante el uso de un aparato FT-IR8400 fabricado por Shimadzu Corporation equipado con un analizador de reflexión total de una sola reflexión (prisma de ZnSe) y se calculó el grado de saponificación de cada partícula según la fórmula mostrada mediante la siguiente expresión matemática 1:  $D_{1730}$  en la siguiente expresión 1 es la absorbancia a un número de onda de 1730 cm<sup>-1</sup> y  $D_{844}$  a un número de onda de 844 cm<sup>-1</sup>.

[Fórmula 1]

$$\text{Grado de saponificación (\% en moles)} = \frac{D_{1730}}{D_{844}} \times 3,593$$

La figura 3 es un histograma que muestra la distribución de los grados de saponificación de las resinas de PVA en el ejemplo 1 y el ejemplo comparativo 1, en el que los grados de saponificación se representan en la abscisa y la frecuencia en la ordenada. Tal como se muestra en la figura 3, aun cuando se usa una mezcladora estática para mezclar, se obtiene una resina de PVA que tiene una distribución de grado de saponificación equivalente a cuando a se usa una mezcladora de rotor.

Si se supone que una mezcladora de rotor funciona durante 8000 horas en un año, puesto que la potencia del motor es de 33 kW, tal como se muestra en la tabla 1, el consumo de energía anual es de aproximadamente 260 MWH. En contraposición, cuando la mezcladora se reemplaza por mezcladoras estáticas, puede eliminarse todo el consumo de energía. Además tal como se muestra en la tabla 1, se generó un calor de mezclado de 4°C en el caso del mezclado con una mezcladora de rotor, pero no se generó calor de mezclado cuando el mezclado se lleva a cabo con mezcladoras estáticas.

Los resultados anteriores muestran que es posible producir una resina de PVA con una calidad no inferior a la de productos convencionales con un consumo de energía menor que antes, usando mezcladoras estáticas como la mezcladora e introduciendo una disolución de catalizador de saponificación en el centro del canal para hacer fluir una disolución de saponificación de partida.

Lista de signos de referencia

- 1: Canal
- 2: Mezcladora estática

## ES 2 597 602 T3

- 3, 103: Cinta
- 4, 104: Mezcla
- 5  
5: Tubería de introducción de catalizador de saponificación
- 5a: Orificio de introducción
- 10  
101: Recipiente de mezclado
- 102: Mezcladora de rotor

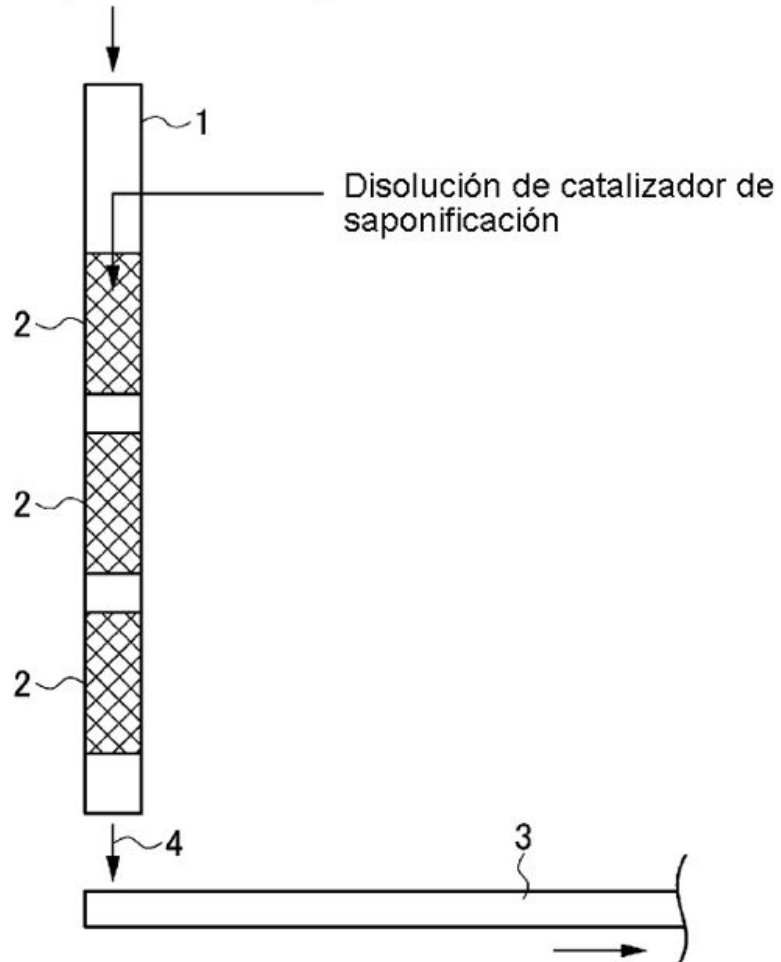


**REIVINDICACIONES**

1. Método de producción de una resina de poli(alcohol vinílico), que comprende:
- 5 una etapa de introducción para introducir un catalizador de saponificación por un orificio de introducción, cuyo tamaño es de 1/20 a 1/2 del diámetro de un canal, formado en el centro del canal para hacer fluir una disolución de saponificación de partida que contiene un poli(éster vinílico) y un disolvente orgánico; y
- 10 una etapa de mezclado para mezclar la disolución de saponificación de partida y el catalizador de saponificación introducido mediante una mezcladora estática,
- en el que la mezcla obtenida en la etapa de mezclado se somete a reacción de saponificación, cuando se coloca sobre una cinta.
- 15 2. Método de producción de una resina de poli(alcohol vinílico) según la reivindicación 1, en el que la concentración del poli(éster vinílico) en la disolución de saponificación de partida es del 20 al 60% en masa, la viscosidad es de 0,01 a 30 Pa·s, y el catalizador de saponificación se introduce en la disolución de saponificación de partida a una concentración de catalizador del 0,2 al 10% en masa.
- 20 3. Aparato para producir una resina de poli(alcohol vinílico), que comprende:
- un mecanismo de introducción de catalizador para introducir un catalizador de saponificación por un orificio de introducción, cuyo tamaño es de 1/20 a 1/2 del diámetro de un canal, formado en el centro de un canal para hacer fluir una disolución de saponificación de partida que contiene un poli(éster vinílico) y un disolvente orgánico;
- 25 una o más mezcladoras estáticas instaladas aguas abajo del mecanismo de introducción de catalizador para mezclar la disolución de saponificación de partida con el catalizador de saponificación introducido; y
- 30 una cinta que se mueve unidireccionalmente,
- en el que la mezcla descargada de la mezcla estática se somete a reacción de saponificación, cuando se coloca sobre la cinta.
- 35 4. Aparato para producir una resina de poli(alcohol vinílico) según la reivindicación 3, en el que la mezcladora estática muestra una caída de presión por elemento de menos de 0,05 MPa.
5. Aparato para producir una resina de poli(alcohol vinílico) según una cualquiera de la reivindicación 3 ó 4, en el que el mecanismo de introducción de catalizador tiene una tubería de introducción para hacer fluir la disolución que contiene catalizador que se forma, cuando atraviesa el centro del canal y se extiende a través del canal en la dirección perpendicular a la dirección de flujo, y un orificio de introducción que tiene una abertura orientada hacia la mezcladora estática que se forma en la posición de la tubería de introducción equivalente al centro del canal.
- 40
- 45

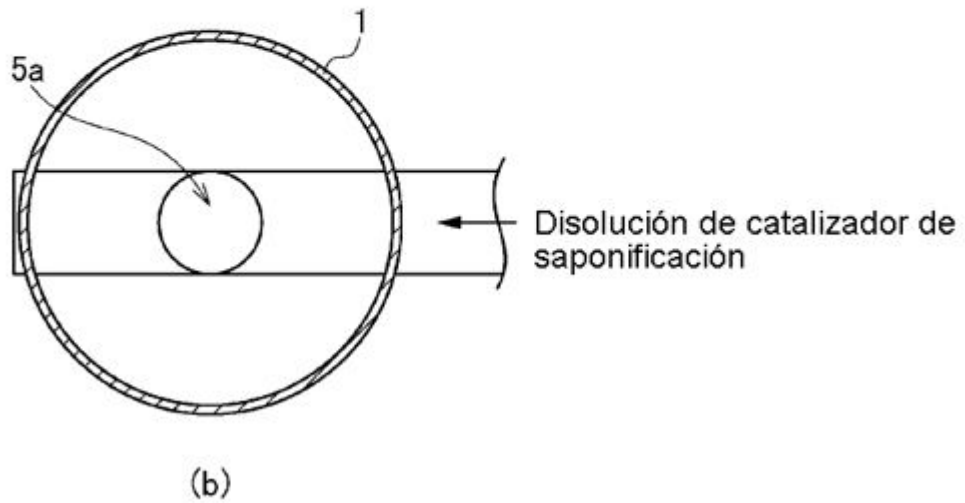
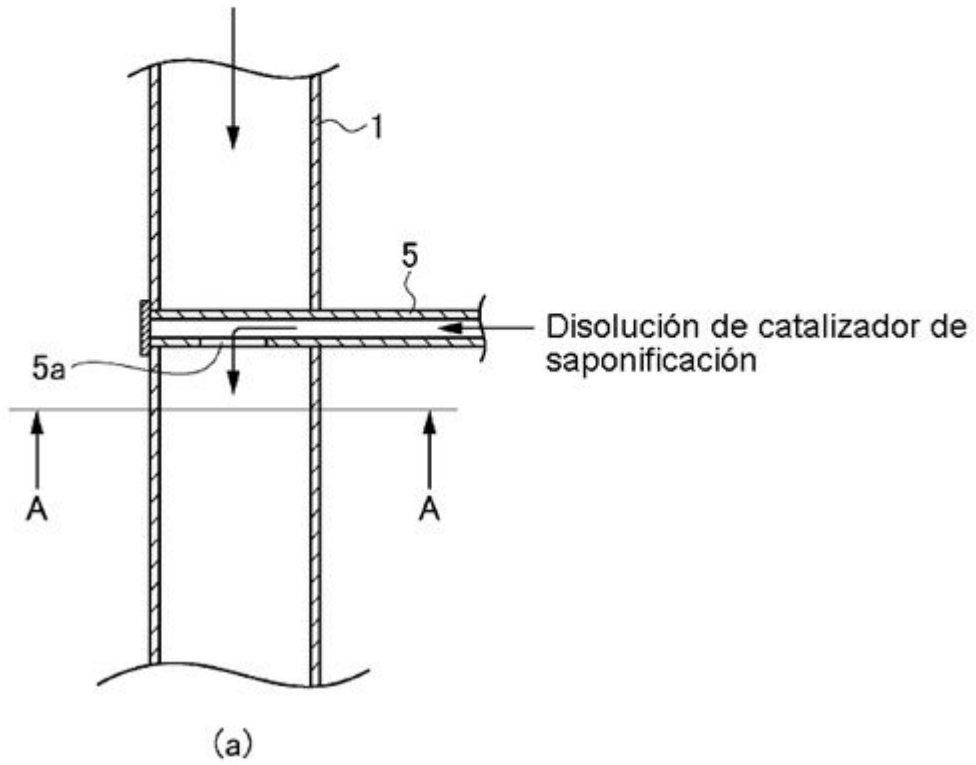
[Fig. 1]

Poli(éster vinílico) + Disolvente orgánico

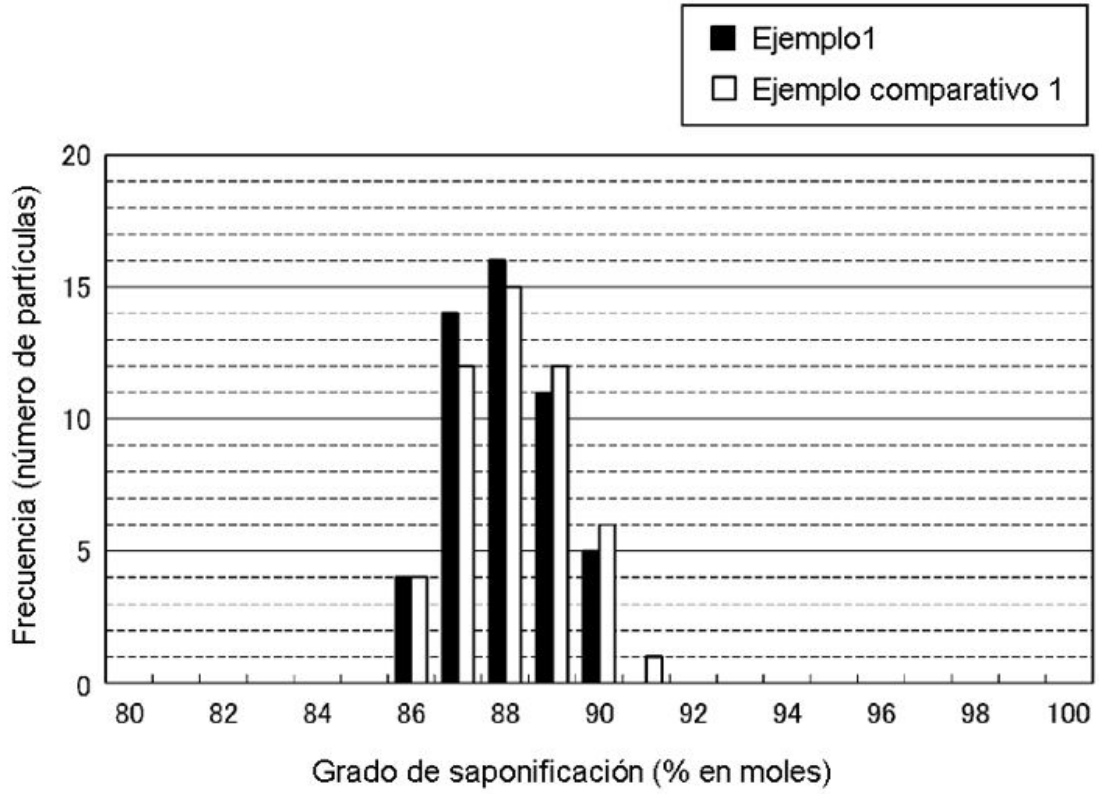


[Fig. 2]

Poli(éster vinílico) + Disolvente orgánico



[Fig. 3]



[Fig. 4]

