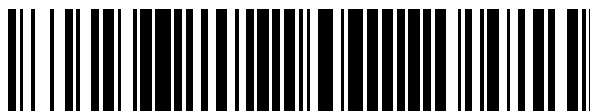


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 623 807**

51 Int. Cl.:

C08J 3/12	(2006.01)
C08F 8/12	(2006.01)
C08F 16/06	(2006.01)
C08F 6/16	(2006.01)
C08F 6/28	(2006.01)
C08J 11/02	(2006.01)
C08F 216/06	(2006.01)
C08F 6/00	(2006.01)
C08F 6/06	(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **12.11.2010 PCT/JP2010/070173**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **09.09.2011 WO11108152**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **12.11.2010 E 10847049 (3)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **22.03.2017 EP 2543692**

54 Título: **Procedimiento para la producción de resina de alcohol polivinílico**

30 Prioridad:

03.03.2010 JP 2010047162

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

12.07.2017

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**WATANABE SATOSHI y
KOZUKA TAKAHIRO**

74 Agente/Representante:

SALVA FERRER, Joan

ES 2 623 807 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

Procedimiento para la producción de resina de alcohol polivinílico.

5 Campo técnico

[0001] La presente invención se refiere a un procedimiento de producción de una resina de alcohol polivinílico. Más específicamente, se refiere a una técnica de lavado para la eliminación de impurezas del producto.

10 Técnica anterior

[0002] El alcohol polivinílico (PVA), una resina sintética soluble en agua, se ha usado principalmente como materia prima para fibras sintéticas. Últimamente se usa en varios ámbitos, por ejemplo, para la producción de materiales de película, dispersantes de emulsión, adhesivos y resinas aglutinantes, a causa de sus propiedades favorables. Las resinas de PVA se producen por polimerización del monómero acetato de vinilo y la saponificación del acetato de polivinilo obtenido, pero contienen impurezas tales como acetato de sodio, generadas en el proceso de producción. Por lo tanto, en el procedimiento tradicional para la producción de resinas de PVA, se lleva a cabo un lavado para la eliminación de las impurezas del producto después de la etapa de saponificación (véanse, por ejemplo, los documentos de patente 1 a 3).

20

[0003] Por ejemplo, en los procedimientos de producción de una resina de PVA descritos en los documentos de patente 1 y 2, el polvo o las pellas de la resina de PVA se lavan con agua o un disolvente orgánico como metanol para eliminar el acetato de sodio contenido en ella. Alternativamente, en el procedimiento de lavado descrito en el documento de patente 3, una pasta fluida que contiene una resina en estado sólido se lava sobre un transportador inclinado para reducir la cantidad del líquido de lavado, por ejemplo, de metanol.

25

[0004] El documento US 3278505 también se refiere a la fabricación de alcohol polivinílico y describe un procedimiento de lavado en el que un líquido de lavado eliminado del alcohol polivinílico en la prensa y la secadora se retorna al depósito de líquido de lavado.

30

Lista de referencias**Documentos de patente****35 [0005]**

[Documento de patente 1] Publicación de solicitud de patente japonesa sin examinar n.º 2002-301715

[Documento de patente 2] Publicación de solicitud de patente japonesa sin examinar n.º 2002-60495

[Documento de patente 3] Publicación de solicitud de patente japonesa sin examinar n.º 2007-245432

40

Resumen de la invención**Problema técnico**

[0006] Sin embargo, los procedimientos tradicionales descritos anteriormente presentan los problemas siguientes. Los procedimientos de producción descritos en los documentos de patente 1 y 2 tienen la desventaja de que se requiere una gran cantidad de líquido de lavado, ya que dicho lavado se lleva a cabo después de la conversión de la resina de PVA en polvo o pellas. Por otro lado, si se lava una resina en forma de pellas, como en el procedimiento descrito en el documento de patente 1, las pellas pueden contener impurezas residuales en su interior. Además, si el lavado se lleva a cabo con agua o metanol como en el procedimiento descrito en el documento de patente 2, después de dicho lavado, la torta húmeda de la resina de PVA contiene el líquido de lavado, agua o metanol, en gran cantidad y, por lo tanto, el procedimiento es ineficiente, ya que se necesita más tiempo para la etapa de secado subsiguiente. Adicionalmente, el procedimiento de lavado descrito en el documento de patente 3 requiere un dispositivo a gran escala como un transportador sin fin, que no es práctico por el gran gasto necesario para la inversión en la instalación.

55

[0007] Un objetivo principal de la presente invención es proporcionar un procedimiento de producción de una resina de alcohol polivinílico, en el que las impurezas que contiene puedan eliminarse eficientemente con una pequeña cantidad de líquido de lavado.

Solución del problema

[0008] El procedimiento de producción de una resina de alcohol polivinílico de acuerdo con la presente invención incluye una etapa de lavado para lavar el alcohol polivinílico obtenido por saponificación de un éster polivinílico con un líquido de lavado que consta de acetato de metilo, metanol y agua, en que el alcohol polivinílico se lava en una pasta fluida que contiene acetato de metilo, metanol y agua en la relación de acetato de metilo: 1 a 40 partes en masa, metanol: 50 a 98,9 partes en masa y agua: 0,1 a 10 partes en masa, con una concentración de sólidos del 1 al 30 % en masa, con lavados y filtraciones repetidos varias veces en la etapa de lavado del procedimiento de producción y con el uso del filtrado obtenido por filtración para el lavado en la fase anterior y el suministro de líquido de lavado fresco al tanque de lavado en la fase final.

[0009] En la presente invención, ya que el alcohol polivinílico se lava con un líquido de lavado que contiene metanol, agua y acetato de metilo, aumenta la compatibilidad entre el alcohol polivinílico y el líquido de lavado, lo que conduce a una mejora de la eficiencia del lavado. Además, ya que la relación entre el acetato de metilo y el alcohol polivinílico en la pasta fluida se mantiene dentro de un intervalo concreto durante el lavado, al regularse la relación de mezcla entre el acetato de metilo, el metanol y el agua que componen el líquido de lavado y también la concentración de materia sólida, la cantidad de materiales volátiles que quedan en la torta de resina de alcohol polivinílico después del lavado también se reduce.

20 Efectos ventajosos de la invención

[0010] Ya que un alcohol polivinílico generado por saponificación se lava con un líquido de lavado que contiene metanol, agua y además acetato de metilo en una proporción concreta, al mantener la concentración de materia sólida en la pasta fluida que contiene el líquido de lavado en un intervalo concreto, de acuerdo con la presente invención es posible reducir la cantidad de líquido de lavado y eliminar las impurezas de acetato de sodio eficientemente con una pequeña cantidad de líquido de lavado.

Breve descripción de los dibujos

30 **[0011]**

La figura 1 es un diagrama de flujo que muestra el procedimiento de producción de una resina de alcohol polivinílico de acuerdo con la primera realización de la presente invención.

35 La figura 2 es un diagrama de bloques esquemático que muestra el procedimiento de lavado usado en el procedimiento de producción de una resina de alcohol polivinílico de acuerdo con la segunda realización de la presente invención.

Descripción de las realizaciones

40 **[0012]** En lo que sigue, se describirán en detalle realizaciones de la presente invención con referencia a los diagramas anejos. Debe entenderse que la presente invención no se limita a las realizaciones descritas a continuación.

[0013] Después de estudios intensivos para solucionar los problemas anteriores, los inventores han encontrado que, añadiendo una cantidad concreta de acetato de metilo al líquido de lavado usado en la etapa de lavado que se lleva a cabo después de la etapa de saponificación, es posible reducir la cantidad de materiales volátiles contenidos en la torta de resina de alcohol polivinílico (PVA) después del lavado y mejorar la eficiencia de secado posterior. Los materiales volátiles descritos en este documento son componentes líquidos derivados del disolvente de saponificación y también del líquido de lavado y, por ejemplo, en las realizaciones que se muestran a continuación, los materiales volátiles corresponden a acetato de vinilo, metanol y agua.

50

[0014] Los inventores también han encontrado que la cantidad de una impureza (acetato de sodio) que queda en la resina de PVA después del lavado depende de la cantidad de mezcla del acetato de metilo en el líquido de lavado y de la concentración de PVA en la pasta fluida obtenida en la etapa de saponificación. En la presente invención, realizada sobre la base de estos resultados, el PVA obtenido en la etapa de saponificación se lava con un líquido de lavado que consta de acetato de metilo: 1 a 40 partes en masa, metanol: 50 a 98,9 partes en masa y agua: 0,1 a 10 partes en masa. La concentración de materia sólida en la pasta fluida que contiene el líquido de lavado es entonces del 1 al 30 % en masa.

(Primera realización)

[0015] Primeramente se describirá el procedimiento de producción de una resina de PVA en una primera realización de la presente invención. La figura 1 es un diagrama de flujo que muestra el procedimiento de producción de una resina de PVA en esta realización. Según se muestra en la figura 1, en el procedimiento de producción de una resina de PVA en esta realización se llevan a cabo, en este orden, una etapa de polimerización (etapa S1), una etapa de saponificación (etapa S2), una etapa de lavado (etapa S3) y una etapa de secado (etapa S4).

[Etapa de polimerización]

10 **[0016]** En la etapa de polimerización S1, se prepara un éster polivinílico por polimerización de uno o más ésteres vinílicos o por copolimerización de un éster vinílico con otros monómeros copolimerizables con el mismo. Los ésteres vinílicos que se usan 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 se prefiere especialmente acetato de vinilo, desde el punto de vista de la estabilidad de la polimerización.

15

[0017] Otros monómeros copolimerizables con estos ésteres vinílicos incluyen, pero no se limitan especialmente, por ejemplo, a α -olefinas como etileno y propileno; ésteres alquílicos de (met)acrilato como (met)acrilato de metilo, (met)acrilato de etilo, (met)acrilato de butilo y (met)acrilato de 2-etilhexilo; amidas insaturadas como (met)acrilamida y *N*-metilolacrilamida; ácidos insaturados como ácido (met)acrílico, ácido crotonico, ácido maleico, ácido itacónico y ácido fumárico; ésteres alquílicos (como de metilo, etilo y propilo) de ácidos insaturados; anhídridos de ácidos insaturados como anhídrido maleico; sales de ácidos insaturados (como sales de sodio, sales de potasio, sales de amonio, etc.); monómeros que contienen el grupo glicidilo como éter de alilglicidilo y (met)acrilato de glicidilo; monómeros que contienen grupos de ácido sulfónico como el ácido 2-acrilamido-2-metilpropanosulfónico y las sales de los mismos; monómeros que contienen grupos fosfato como metacrilato ácido de fosfoxiethyl y

20 metacrilato ácido de fosfoxi-propilo; éteres de alquilvinilo.

25

[Etapa de saponificación]

[0018] En la etapa de saponificación S2, el éster polivinílico obtenido en la etapa S1 se saponifica en un disolvente orgánico en presencia de un catalizador. Como disolventes orgánicos para uso en la etapa de saponificación (en adelante denominados disolventes de saponificación) pueden emplearse alcoholes como metanol, etanol, propanol, etilenglicol, propilenglicol, glicerol y dietilenglicol, pero se prefiere especialmente metanol.

[0019] Algunos ejemplos de los catalizadores de saponificación incluyen catalizadores alcalinos como hidróxido de sodio, hidróxido de potasio, alcoholato de sodio y carbonato de sodio y catalizadores ácidos como ácido sulfúrico, ácido fosfórico y ácido clorhídrico. Entre los catalizadores de saponificación anteriores, se prefiere el uso de un catalizador alcalino y lo más preferido es el uso de hidróxido de sodio. De este modo es posible aumentar la tasa de saponificación y mejorar la productividad.

[0020] En la etapa de saponificación, parte o todos los grupos de éster vinílico en el éster polivinílico se saponifican a grupos de alcohol vinílico. El valor de saponificación del PVA obtenido en la etapa de saponificación descrita anteriormente no está especialmente limitado y puede determinarse de forma arbitraria, por ejemplo, de acuerdo con su aplicación, pero generalmente es del 65 al 99,99 % en moles, preferentemente del 75 al 99,9 % en moles.

45

[Etapa de lavado]

[0021] El PVA generado en la etapa de saponificación S2 se lava después con un líquido de lavado que consta de acetato de metilo, metanol y agua (etapa S3). Específicamente, después de la etapa de saponificación se añaden acetato de metilo, metanol y agua al PVA y dicho PVA se lava en la pasta fluida que contiene el líquido de lavado. La proporción de los componentes del líquido de lavado en la pasta fluida se ajusta entonces a acetato de metilo: 1 a 40 partes en masa, metanol: 50 a 98,9 partes en masa y agua: 0,1 a 10 partes en masa.

[0022] La eficiencia de lavado del PVA puede mejorarse ajustando la composición del líquido de lavado usado en la etapa de lavado, es decir, la proporción de mezcla del acetato de metilo, metanol y agua en la pasta fluida, en el intervalo descrito anteriormente. Si la composición del líquido de lavado no está en el intervalo anterior, ello conduce a una disminución de la eficiencia de lavado y a un aumento de la cantidad de materiales volátiles.

[0023] Por ejemplo, si el contenido de acetato de metilo en el líquido de lavado contenido en la pasta fluida es

inferior a una parte en masa, ello resulta inevitablemente en un aumento de la cantidad de metanol en la pasta fluida, lo que conduce a un aumento de la carga en la etapa de recuperación del disolvente. Alternativamente, si el contenido de acetato de metilo en el líquido de lavado es superior a 40 partes en masa, ello resulta en una disminución de la cantidad de disolventes polares como agua y metanol, lo que a su vez conduce, por ejemplo, a una merma en el efecto de lavado, un aumento de las cantidades de líquido de lavado usadas y también de las impurezas residuales, así como a una prolongación del tiempo de lavado.

[0024] La cantidad de acetato de metilo en el líquido de lavado es preferentemente de 5 a 35 partes en masa, con mayor preferencia de 10 a 30 partes en masa y aún con mayor preferencia de 20 a 35 partes en masa. De este modo es posible mejorar la eficiencia de lavado y reducir considerablemente la cantidad de materiales volátiles que quedan en la torta de PVA.

[0025] El lavado en la etapa de lavado también se lleva a cabo de manera que la concentración de materia sólida de la pasta fluida se ajuste en el intervalo del 1 al 30 % en masa. De este modo es posible mejorar aún más la eficiencia de lavado del PVA. Si la concentración de materia sólida de la pasta fluida es inferior al 1 % en masa, ello resulta en una disminución de la cantidad de PVA en la pasta fluida, lo que a su vez conduce a una disminución de la eficiencia de lavado. Alternativamente, si es superior al 30 % en masa, ello resulta en una disminución de la cantidad de líquido de lavado, lo que, por ejemplo, conduce a un aumento de la cantidad de impurezas residuales y a una prolongación del tiempo de lavado.

[0026] Cuando se usa metanol como disolvente de saponificación, los componentes del líquido de lavado también incluyen el disolvente de saponificación (metanol) que queda en el PVA antes de la preparación de la pasta fluida. El PVA antes de la preparación de la pasta fluida contiene ocasionalmente cantidades mínimas de aldehídos, alcoholes, ésteres de ácido acético y otros, además del disolvente de saponificación, incluido el metanol y, por tanto, la pasta fluida preparada en la etapa de lavado puede contener tales componentes.

[0027] Alternativamente, como procedimiento de lavado del PVA puede usarse un procedimiento de suministro del PVA obtenido en la etapa de saponificación y el líquido de lavado a un tanque de lavado y agitación en el mismo, un procedimiento de pulverización del líquido de lavado sobre el PVA obtenido en la etapa de saponificación o un procedimiento de puesta en contacto entre sí en contracorriente del PVA obtenido en la etapa de saponificación y el líquido de lavado, pero el procedimiento de lavado no se limita especialmente a estos. Además, alternativamente, también puede usarse un procedimiento de pulverización del líquido de lavado sobre el PVA obtenido en la etapa de saponificación mientras se filtra en una máquina de filtración.

[0028] Por ejemplo, si el lavado se lleva a cabo con agitación en un tanque de lavado durante un tiempo concreto, el PVA obtenido en la etapa de saponificación y el líquido de lavado se suministran al tanque de lavado de tal manera que la concentración de materia sólida en la pasta fluida, es decir, la cantidad de PVA contenida en la pasta fluida, se encuentre en el intervalo del 1 al 30 % en masa. Además, convenientemente, el tiempo de lavado en tal caso es de 1.000 segundos o más. De este modo es posible reducir aún más las cantidades de acetato de sodio residual y de materiales volátiles en la torta de PVA después del lavado.

[0029] Alternativamente, si el lavado se lleva a cabo por pulverización del líquido de lavado sobre la pasta fluida, la cantidad de líquido de lavado que se ha de pulverizar sobre la pasta fluida se ajusta preferentemente de tal manera que la cantidad total de líquido de lavado que se ha de pulverizar sea de 200 a 10.000 partes en masa con respecto a 100 partes en masa de PVA.

[0030] En el procedimiento de producción de una resina de PVA de acuerdo con la presente realización, el acetato de sodio contenido en el PVA es soluble en metanol y en agua, que son disolventes polares. Ya que las impurezas de acetato de sodio se transfieren al filtrado después del lavado cuando el PVA y el líquido de lavado (incluido el disolvente de saponificación) se separan entre sí por un procedimiento adecuado como filtración, es posible eliminar las impurezas del PVA.

[0031] Las etapas de lavado y filtración pueden repetirse varias veces, usando el filtrado generado por la filtración en el lavado de la fase anterior y suministrando líquido de lavado fresco al tanque de lavado en la fase final.

[Etapa de secado]

[0032] El líquido de lavado que contiene metanol, acetato de metilo y agua que queda en la torta de PVA se elimina después por secado de dicho PVA (etapa S4). El procedimiento de eliminación del líquido de lavado y secado

del PVA no está especialmente limitado, pudiendo aplicarse cualquier procedimiento conocido.

[0033] En el procedimiento de producción de una resina de PVA en la presente realización pueden llevarse a cabo otras etapas, tales como una etapa de enfriamiento, una etapa de pulverización y una etapa de clasificación, según sea necesario, en la etapa de secado S4 o después de la etapa de secado.

[0034] Ya que, en el procedimiento de producción de una resina de PVA en la presente realización, el PVA se lava después de la etapa de saponificación en el estado de pasta fluida, según se describe anteriormente, es posible aumentar la eficiencia de la eliminación de impurezas y reducir la cantidad de líquido de lavado usado, en comparación con el caso en que el PVA se lava en el estado de pellas o polvo. Adicionalmente, el uso de un líquido de lavado que contiene acetato de metilo además de metanol y agua para el lavado también conduce a una mejora de la compatibilidad entre el PVA y el líquido de lavado. De este modo, es posible aumentar aún más la eficiencia de la eliminación de impurezas. Adicionalmente, es posible reducir la cantidad de materiales volátiles en la torta de PVA después del lavado y de este modo mejorar la eficiencia de secado después del lavado. Además, la etapa de lavado en el procedimiento de producción de una resina de PVA de acuerdo con la presente realización puede usar instalaciones existentes y por tanto no se requieren grandes inversiones en instalaciones.

(Segunda realización)

[0035] A continuación se describirá el procedimiento de producción de una resina de PVA en una segunda realización de la presente invención. En la presente realización, el PVA obtenido en la etapa de saponificación se lava en etapas en el estado de pasta fluida, al dispersarlo en un líquido de lavado que contiene acetato de metilo: 1 a 40 partes en masa, metanol: 50 a 98,9 partes en masa y agua: 0,1 a 10 partes en masa, con una concentración de materia sólida del 1 al 30 % en masa. La "etapa de polimerización", la "etapa de saponificación" y la "etapa de secado", según se usan en el procedimiento de producción de una resina de PVA de la presente realización, son las mismas que las descritas anteriormente en la primera realización.

[0036] La figura 2 es un diagrama de bloques esquemático que muestra la etapa de lavado en el procedimiento de producción de una resina de PVA de acuerdo con la presente realización. En el procedimiento de producción de una resina de PVA de acuerdo con la presente realización, el número de operaciones de lavado no está especialmente limitado, pero es deseable que el lavado se lleve a cabo dos, tres o más veces para una eliminación más eficiente de las impurezas residuales.

[0037] Por ejemplo, cuando el lavado se lleva a cabo tres veces, según se muestra en la figura 2, el PVA obtenido en la etapa de saponificación y un líquido de lavado se suministran a un tanque para la primera fase de lavado y, después de lavar durante un tiempo concreto, el líquido de lavado se separa por filtración. Seguidamente, el PVA después de la filtración y un líquido de lavado se suministran a un tanque para la segunda fase de lavado y, después de lavar durante un tiempo concreto, el líquido de lavado se separa por filtración. Adicionalmente, el PVA después de la filtración se vuelve a lavar en un tanque en la tercera fase de lavado durante un tiempo concreto y, después de la filtración, se somete a la etapa de secado. Mediante el lavado del PVA en varias fases, es posible reducir considerablemente la cantidad de impurezas, como acetato de sodio, que quedan en la resina de PVA.

[0038] Convenientemente, el tiempo de lavado en cada etapa es de 1.000 segundos o más. De este modo es posible reducir considerablemente las cantidades de acetato de sodio residual y de materiales volátiles en la torta de PVA después del lavado, en comparación con los procedimientos convencionales.

[0039] En este caso, la eficiencia de filtración es preferentemente mayor en las fases más posteriores. Específicamente, es concebible usar un aparato de filtración de baja eficiencia, como una máquina de separación de líquidos, para la filtración en la primera fase, un aparato de filtración de mayor eficiencia, como un filtro prensa, en la segunda fase y un aparato con una eficiencia de filtración aún mayor, como un filtro Decon, en la tercera fase. Modificando de este modo la eficiencia de filtración en cada fase, es posible mejorar la eficiencia de eliminación de impurezas y la eficiencia de secado posterior.

[0040] Además, en el procedimiento de producción de una resina de PVA de acuerdo con la presente realización, es deseable suministrar un líquido de lavado fresco al tanque de la tercera fase de lavado, usar el filtrado de la tercera fase para el lavado en la segunda fase y usar el filtrado de la segunda fase para el lavado en la primera fase. En este caso, el líquido de lavado suministrado en la tercera fase puede ser un líquido de lavado compuesto de acetato de metilo: 0,1 a 40 partes en masa, metanol: 50 a 98,9 partes en masa y agua: 0,1 a 10 partes en masa. En un caso tal, los líquidos de lavado (filtrados) de las fases primera y segunda pueden contener sustancias contenidas

en el PVA, como aldehídos, alcoholes y ésteres de ácido acético, además de acetato de metilo, metanol y agua, que son los componentes del líquido de lavado.

- 5 **[0041]** En este procedimiento, el filtrado de la primera fase, que contiene impurezas eliminadas por el lavado en mayor cantidad, se recoge y purifica. El líquido de lavado purificado puede usarse de nuevo para lavar el PVA. De este modo, es posible reducir la cantidad de líquido de lavado usado en la totalidad del proceso, sin merma de la eficiencia de eliminación de impurezas, usando los líquidos de lavado de las fases primera, segunda y tercera, cuyo contenido de impurezas va disminuyendo en este orden, de forma secuencial, cada uno en la fase anterior.
- 10 **[0042]** En el procedimiento de producción de una resina de PVA de acuerdo con la presente realización, en el que se lleva a cabo un lavado multifásico, es posible reducir considerablemente la cantidad de impurezas, especialmente la cantidad de acetato de sodio, que queda en la resina de PVA, en comparación con el lavado en una fase, cuando se usa la misma cantidad de líquido de lavado. Además, en el procedimiento de producción de una resina de PVA de acuerdo con la presente realización, ya que se usa un líquido de lavado que contiene metanol y agua, así
15 como acetato de metilo y la cantidad de acetato de metilo en relación con la cantidad de PVA se ajusta en un intervalo concreto, al regularse la cantidad de acetato de metilo en el líquido de lavado y la concentración de material sólida en la pasta fluida, es posible eliminar impurezas de la resina de PVA sin merma de la eficiencia de lavado ni de la eficiencia de secado posterior.
- 20 **[0043]** Además, mediante el suministro de líquido de lavado fresco al tanque de lavado de la fase final y el uso secuencial del filtrado como líquido de lavado en las fases anteriores, es posible reducir la cantidad de líquido de lavado y moderar el aumento del coste de producción necesario para la construcción de una instalación multifásica. Otras configuraciones y efectos ventajosos del procedimiento de producción de una resina de PVA de acuerdo con la presente realización son los mismos que los descritos anteriormente en la primera realización.

25 EJEMPLOS

- [0044]** A continuación, se describirán más específicamente los efectos ventajosos de la presente invención con referencia a ejemplos y ejemplos comparativos. En los ejemplos siguientes se produjeron resinas de alcohol polivinílico
30 con diferentes condiciones de lavado y se determinaron las cantidades de materiales volátiles y acetato de sodio residual contenidos en las mismas. Específicamente, en primer lugar se añadió una disolución metanólica de hidróxido de sodio (concentración: 3 % en masa) a acetato de polivinilo: 37,5 partes en masa, metanol: 62,2 partes en masa y agua: 0,2 partes en masa y el acetato de polivinilo se saponificó a 50 °C para dar un PVA con un grado de polimerización medio de 1.700 y un valor de saponificación del 99 % en moles.

- 35 **[0045]** Después, el PVA obtenido tras la saponificación y un líquido de lavado compuesto de acetato de metilo, metanol y agua se suministraron a un tanque de lavado con una capacidad de 100 l, para dar una pasta fluida con la composición que se muestra en las tablas siguientes 1 o 2, y el PVA se lavó en el número de fases de lavado que se muestra en las tablas siguientes 1 o 2. El PVA obtenido después de eliminar el líquido de lavado por filtración de la
40 pasta fluida se secó después a 120 °C en un horno Geer durante una hora para dar una torta de PVA. Las cantidades de materiales volátiles y el acetato de sodio residual en la resina de PVA obtenida se determinaron por el procedimiento especificado en la norma JIS K6276. Los resultados se resumen en las tablas siguientes 1 y 2. En las tablas siguientes 1 y 2, los casos en los que el contenido de agua y metanol es menor se indican como de "productividad" favorable (O) y aquellos en los que el contenido es mayor se indican como de "productividad" desfavorable (X).

[Tabla 1]

		Ejemplo 1	Ejemplo 2	Ejemplo 3	Ejemplo 4	Ejemplo 5	Ejemplo 6		Ejemplo 7		
Número de fases de lavado (fases)		1	1	1	1	1	1	2	1	2	3
Composición de la pasta húmeda	Contenido (g)	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
	Concentración de materia sólida (% en masa)	1,00	3,06	6,00	8,01	16,03	7,00	7,00	7,00	7,00	7,00
	Acetato de sodio	2	2	2	2	2	3,95	2	3,8	2,2	0,9
	Contenido (g)	160	160	160	356	163	433,4	337	422,4	340,3	314
	Proporción en el líquido de lavado (% en masa)	1,62	5,05	10,22	31,06	31,23	32,72	25,41	31,89	25,66	23,65
	Contenido (g)	9.370	3.000	1.400	675	333	886,6	977,2	896,5	973,7	1.001,2
	Proporción en el líquido de lavado (% en masa)	98,28	94,64	89,46	58,90	63,79	66,93	73,67	67,68	73,41	75,41
	Contenido (g)	10	10	5	115	26	4,6	12,3	5,8	12,4	12,4
	Proporción en el líquido de lavado (% en masa)	0,10	0,32	0,32	10,03	4,98	0,35	0,93	0,44	0,93	0,93
	Total (g)	10.002	3.272	1.667	1.248	624	1.428,6	1.428,5	1.428,5	1.428,5	1.428,5
Torta de PVA											
Materiales volátiles (g)	59,5	59,3	59,2	58,0	54,3	57,9	58,2	57,9	58,2	58,3	
Acetato de sodio (g)	0,06	0,18	0,36	0,97	1,00	0,87	0,41	0,83	0,45	0,18	
Productividad	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	

[Tabla 2]

Número de fases de lavado (fases)	Ejemplo comparativo 1						Ejemplo comparativo 2						Ejemplo comparativo 3						Ejemplo comparativo 4						Ejemplo comparativo 5						Ejemplo comparativo 6											
	1						100						100						100						100						100						100					
PVA	Contenido (g)						0,50						30,58						0,25						15,50						9,43						0,50					
	Concentración de materia sólida (% en masa)																																									
Acetato de sodio	Contenido (g)						2						2						2						2						2						2					
	Contenido (g)						160						83						8.500						258						384						160					
Acetato de metilo	Proporción en el líquido de lavado (% en masa)						0,80						36,89						21,35						47,51						40,04						0,80					
	Contenido (g)						19.670						140						31.200						283						455						19.700					
Metanol	Proporción en el líquido de lavado (% en masa)						98,89						62,22						78,35						52,12						47,45						99,09					
	Contenido (g)						60						2						121						2						120						20					
Agua	Proporción en el líquido de lavado (% en masa)						0,30						0,89						0,30						0,37						12,51						0,10					
	Total (g)						19.992						327						39.923						645						1.061						19.982					
Torta de PVA	Materiales volátiles (g)						59,6						57,6						58,4						56,9						57,4						59,6					
	Acetato de sodio (g)						0,03						1,95						0,02						1,60						0,90						0,09					
Productividad						X						O						X						O						X						X						

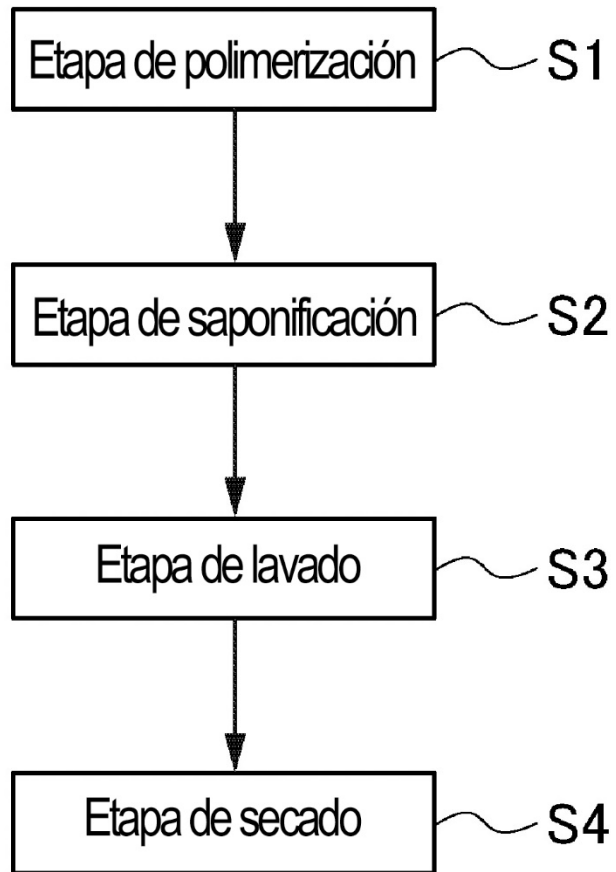
[0046] En los ejemplos comparativos 1, 3 y 6 mostrados en la tabla 2 anterior, el contenido de acetato de sodio residual alcanzó el valor deseado, pero la cantidad de metanol usada fue mayor, lo que supuso un aumento de la carga en la etapa subsiguiente de recuperación del disolvente. Alternativamente, en el ejemplo comparativo 5, el contenido de acetato de sodio residual alcanzó el valor deseado, pero la cantidad de agua usada fue mayor, lo que condujo a una fusión de las partículas de PVA resultantes en forma de una película y también a una detectable deposición de esta en la secadora. También alternativamente, en los ejemplos comparativos 2 y 4, el contenido de acetato de sodio es mayor, lo que indica un lavado insuficiente.

[0047] En contraste, según se muestra en la tabla 1 anterior, en los ejemplos 1 a 7, en los que el lavado se lleva a cabo dentro del alcance de la presente invención, fue posible producir un PVA deseado que contenía solo cantidades limitadas de materiales volátiles y de acetato de sodio residual usando una cantidad menor del líquido de lavado. Los resultados anteriores confirman que es posible lavar el PVA eficientemente con una cantidad limitada del líquido de lavado de acuerdo con el procedimiento de la presente invención.

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento de producción de una resina de alcohol polivinílico que comprende una etapa de lavado para el lavado de un alcohol polivinílico obtenido por saponificación de un éster polivinílico con un líquido de lavado compuesto de acetato de metilo, metanol y agua, en que el alcohol polivinílico se lava, en la etapa de lavado, en una pasta fluida que contiene acetato de metilo, metanol y agua en una proporción de acetato de metilo: 1 a 40 partes en masa, metanol: 50 a 98,9 partes en masa y agua: 0,1 a 10 partes en masa y una concentración de materia sólida del 1 al 30 % en masa, en que el lavado y la filtración se repiten varias veces y el filtrado generado por la filtración se usa para el lavado en la fase anterior y un líquido de lavado fresco se suministra al tanque de lavado de la fase final.

[Fig. 1]



[Fig. 2]

