

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 653 147**

51 Int. Cl.:

**C08F 6/06** (2006.01)

**C08L 29/04** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **27.01.2016** **E 16152864 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **22.11.2017** **EP 3050905**

54 Título: **Polí(alcohol vinílico) y método de purificación del mismo**

30 Prioridad:

**27.01.2015 TW 104102654**

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

**06.02.2018**

73 Titular/es:

**CHANG CHUN PETROCHEMICAL CO., LTD.  
(100.0%)  
7F., No. 301 Songjang Road  
Taipei City 104, TW**

72 Inventor/es:

**LU, CHIH-SHENG;  
LU, WEN-SHIEN y  
HSU, CHIA-HAO**

74 Agente/Representante:

**ELZABURU, S.L.P**

**ES 2 653 147 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

Poli(alcohol vinílico) y método de purificación del mismo

**Antecedentes de la invención**

## 1. Campo de la invención

- 5 La presente invención se refiere a poli(alcoholes vinílicos) (PVA) altamente purificados y a métodos de purificación de los mismos, y más específicamente, a poli(alcohol vinílico) con una baja concentración de metanol y a un método de purificación del mismo.

## 2. Descripción de la técnica relacionada

- 10 El poli(alcohol vinílico) (mencionado de aquí en adelante como PVA) es un compuesto polimérico hidrosoluble sintetizado por científicos alemanes, Hermann y Haenel, en 1942. El compuesto tiene grupos tanto hidrófilos como lipófilos, y es de este modo ampliamente aplicado como coloide protector de látex, dispersantes inorgánicos, excipiente farmacéutico, etc.

- 15 Los métodos industriales actuales de producción de poli(alcohol vinílico) implican someter el etileno a oxidación en ácido acético para obtener acetato de vinilo, y luego polimerizar el acetato de vinilo mediante polimerización en disolución, para obtener poli(acetato de vinilo). Luego, el acetato de vinilo residual en el poli(acetato de vinilo) se retira mediante azeotropía de metanol y acetato de metilo. Se hace referencia a la etapa como "desmonomerización". El acetato de vinilo refinado obtenido después de la desmonomerización es hidrolizado en presencia de un catalizador alcalino. En general, la hidrólisis alcalina se lleva a cabo mezclando una disolución de poli(acetato de vinilo) en metanol con una disolución de hidróxido sódico en metanol que incluye, y agitando uniformemente. Durante este procedimiento, la disolución de poli(acetato de vinilo) se vuelve coloidal gradualmente, y solidifica completamente al final. Durante la reacción, la cantidad catalítica, temperatura de reacción, tiempo, y similares para la hidrólisis alcalina, pueden usarse para ajustar el grado de hidrólisis alcalina. El poli(acetato de vinilo) sólido obtenido es pulverizado y secado para obtener un producto acabado de poli(alcohol vinílico).

- 25 Durante el procedimiento de producir poli(alcohol vinílico) mediante hidrólisis alcalina de una disolución de poli(acetato de vinilo) en metanol, los productos de reacción son poli(alcohol vinílico), acetato de metilo, acetato, y un disolvente de reacción. Si se usa hidróxido sódico como catalizador, el producto de acetato es acetato sódico.

- 30 Durante el procedimiento de secado, se retira la mayor parte del metanol y acetato de metilo. Sin embargo, aproximadamente 3% en peso de metanol y 1,0% en peso de acetato de metilo permanecen. En todo el procedimiento de producción, el acetato sódico está integrado dentro del poli(alcohol vinílico). El acetato sódico es difícil de retirar, incluso después del procedimiento de secado. Adicionalmente, el acetato de metilo residual baja la pureza del poli(acetato de vinilo), por lo que las propiedades e intervalo de aplicaciones del poli(alcohol vinílico) están afectadas.

- 35 Entre los residuos, el metanol tiene una mayor toxicidad. El DL<sub>50</sub> del metanol es 5628 mg/kg, y puede provocar un efecto anestésico en un sistema nervioso. Mediante la acción de la deshidrogenasa, el metanol es metabolizado en formaldehído y ácido fórmico. El formaldehído y el ácido fórmico inhiben ciertos sistemas de oxidasa, y obstruyen el metabolismo aeróbico. Como resultado, el ácido láctico y otros ácidos orgánicos se acumulan en el cuerpo, causando acidosis. Cuando se encuentran cantidades más altas de metanol y sus productos metabólicos, formaldehído y ácido fórmico, en el humor acuoso y tejido ocular, obstruirían el metabolismo de la retina. A su vez, es probable que las células de la retina y el nervio óptico se dañen, provocando daños en los nervios ópticos y la desmielinización del nervio óptico. En comparación con el metanol, el etanol es menos tóxico, y su DL<sub>50</sub> es 7060 mg/kg.

- 40 Además, el acetato sódico residual tiene efectos diferentes en varias aplicaciones del poli(alcohol vinílico). Con respecto a la aplicación en un adhesivo cerámico dieléctrico, un exceso de acetato sódico aumentaría la conductividad de la cerámica. En general, la cantidad de acetato sódico para esta aplicación debe ser inferior a 0,8% en peso. En lo que respecta a la aplicación en limpieza especial de obleas de silicio, cuando la concentración de acetato sódico en poli(acetato de vinilo) es demasiado alta, se necesita más agua para lavar los iones de sodio residuales de la oblea. Esto aumentaría el coste del procedimiento posterior a la fabricación, provocando problemas en los clientes.

- 45 Para reducir la cantidad de impurezas en el poli(alcohol vinílico), la patente china nº 101357956 describe un método para purificar PVA usando etanol, en el que el PVA se añade en de 60 a 75% en masa de una disolución mixta de agua y etanol, y se agita para que se expanda; después se añade de nuevo una concentración más alta de etanol (de 80 a 90% en masa) para precipitar el PVA, el PVA precipitado se separa y se seca. Sin embargo, usando el método, que implica añadir PVA en diferentes concentraciones de etanol para que se expanda y luego precipite, sólo PVA con mínimos restos de 0,1% en masa de metanol, 0,09% en masa de acetato de metilo, y 2,21% en masa de acetato sódico puede obtenerse. Este método de purificación puede usarse para remplazar eficazmente metanol y acetato de metilo en el PVA, pero pobremente para acetato sódico. Además, cuando se usa este método de

purificación para reemplazar metanol, provocaría que el PVA se agregara durante el procedimiento de secado, provocando inconvenientes en la entrega posterior.

De este modo, continua la necesidad de un método de purificación para purificar las impurezas del PVA, para obtener PVA con bajos contenidos de cenizas y metanol, y también de baja toxicidad.

## 5 Compendio de la invención

La presente invención proporciona un método para purificar PVA, en el que se añade un producto acabado de PVA, preparado mediante un procedimiento convencional, en una disolución de etanol de baja toxicidad, y luego la mezcla se calienta y agita. El uso de etanol de baja toxicidad es para reemplazar los residuos altamente tóxicos de metanol, acetato de metilo y acetato sódico en el producto acabado de PVA. Conforme a este método de purificación, puede obtenerse PVA de calidad farmacéutica.

El método para purificar PVA incluye las etapas que siguen:

- (a) añadir PVA, que se prepara hidrolizando poli(acetato de vinilo) con catálisis mediante una base, en una disolución de etanol con una concentración de etanol de 95% en peso o superior;
- (b) calentar y agitar, a una temperatura en el intervalo de 50 a 100°C, la disolución de etanol que comprende el PVA, y
- (c) recuperar el PVA de la disolución de etanol que comprende el PVA, y secar el PVA recuperado.

La presente invención proporciona además PVA, que tiene menos de 0,1% en peso de metanol, menos de 0,1% en peso de acetato de metilo, y menos de 0,3% en peso de acetato sódico, basado en el peso total de PVA.

El método para purificar PVA de la presente invención es un método sencillo y seguro de obtener PVA altamente purificado. Sólo implica añadir PVA preparado mediante un procedimiento convencional en una disolución de etanol, con una concentración de etanol de 95% en peso o superior, y calentar, agitar y secar la mezcla para obtener PVA altamente purificado, en el que los residuos en el PVA incluyen menos de 0,1% en peso de metanol, menos de 0,1% en peso de acetato de metilo, y menos de 0,3% en peso de acetato sódico.

## Descripción detallada de las realizaciones preferidas

Lo siguiente es una descripción detallada de la presente invención mediante realizaciones específicas. Un experto en la técnica será capaz de concebir fácilmente las ventajas y efectos de la presente invención, a partir de la descripción de la presente memoria descriptiva.

En el método de la presente invención, el PVA preparado por hidrólisis de poli(acetato de vinilo) con catalizador mediante una base, hace referencia a uno preparado mediante un procedimiento convencional. Por ejemplo, uno formado mediante la polimerización de monómeros que contienen acetato de vinilo con la acción de un iniciador de radicales libres en un disolvente alcohólico. Los ejemplos de compuestos de monómero de éster vinílico incluyen acetato de vinilo, formiato de vinilo, propionato de vinilo, butirato de vinilo, pivalato de vinilo, laurato de vinilo, estearato de vinilo y benzoato de vinilo. Los ejemplos de los disolventes alcohólicos incluyen metanol, etanol, propanol y sus derivados. Los ejemplos de los iniciadores de radicales libres incluyen azobisisobutironitrilo (AIBN) y peróxido de benzoílo (BPO). El método incluye además hidrolizar el poli(acetato de vinilo) polimerizado o su copolímero, con catálisis mediante una base, para obtener PVA. En general, durante la hidrólisis alcalina, el metanol se usa para alcoholisis para preparar PVA. Como resultado, el producto de PVA acabado incluye aproximadamente 3% en peso de metanol, 1% en peso de acetato de metilo, y de 1 a 1,5% en peso de acetato sódico.

Por lo tanto, la presente invención proporciona un método para purificar PVA, que incluye las etapas que siguen:

- (a) añadir PVA, que se prepara hidrolizando poli(acetato de vinilo) con catálisis mediante una base, en una disolución de etanol con una concentración de etanol de 95% en peso o superior;
- (b) calentar y agitar, a una temperatura en el intervalo de 50 a 100°C, la disolución de etanol que comprende el PVA, y
- (c) recuperar el PVA de la disolución de etanol que comprende el PVA, y secar el PVA recuperado.

El PVA preparado hidrolizando poli(acetato de vinilo) con catálisis mediante una base puede ser un agregado de partículas de PVA en forma de lamelas o gránulos. Además, el PVA preparado hidrolizando poli(acetato de vinilo) con catálisis mediante una base es un producto de PVA acabado después de secarse, o un producto de PVA semiacabado sin haberse secado.

El diámetro del agregado de las partículas de PVA, preparado hidrolizando poli(acetato de vinilo) con catálisis mediante una base, es de mallas de 5 a 80.

En una realización, el PVA preparado hidrolizando poli(acetato de vinilo) con catálisis mediante una base tiene un grado de hidrólisis alcalina de 70 a 99% en moles, y un grado de polimerización de 200 a 4000.

En una realización, el PVA preparado hidrolizando poli(acetato de vinilo) con catálisis mediante una base tiene un grado de hidrólisis alcalina de 70 a 99% en moles, y un grado de polimerización de 500 a 2400.

En una realización, el PVA preparado hidrolizando poli(acetato de vinilo) con catálisis mediante una base tiene un grado de hidrólisis alcalina de 80 a 99% en moles, y un grado de polimerización de 200 a 4000.

- 5 En una realización, el PVA preparado hidrolizando poli(acetato de vinilo) con catálisis mediante una base tiene un grado de hidrólisis alcalina de 80 a 99% en moles, y un grado de polimerización de 500 a 2400.

En una realización, en la etapa (a), el PVA necesita empaparse completamente en la disolución de etanol.

- 10 Preferiblemente, en la etapa (a), el producto de PVA acabado no es soluble en la disolución de etanol. En términos de implementación, la concentración de etanol de la disolución de etanol es de 95% en peso a 100% en peso. Cuando la concentración de etanol alcanza 100% en peso, la disolución de etanol es simplemente un líquido de etanol. La presente invención rompe la idea de expandir PVA en agua para reemplazar metanol con el etanol. Se encuentra que usando directamente una disolución de etanol con una concentración de etanol de 95% en peso o superior para reemplazar el metanol, el metanol y metil acetato residuales son eficientemente, y el contenido de acetato sódico es inferior a 0,3% en peso.

- 15 En una realización, en la etapa (b), la mezcla de la disolución de etanol se calienta a una temperatura de 50 a 100°C, o a una temperatura superior al punto de ebullición del metanol, por ejemplo, aproximadamente de 65 a 85°C, para difundir y evaporar metanol en PVA, y acelerando de ese modo la velocidad de remplazo del metanol en el PVA con el etanol.

- 20 En una realización, el tiempo de calentamiento y agitación es de 2 a 4 horas, y la velocidad de agitación es de 80 a 120 rpm.

Además, cada una de las etapas y condiciones descritas en la presente invención se basan en la disolución de etanol con una concentración de etanol de 95% en peso o superior. Otras condiciones, tales como PVA preparado hidrolizando poli(acetato de vinilo) con catálisis mediante una base, la temperatura de calentamiento, el tiempo de calentamiento y la velocidad de agitación, pueden combinarse mutuamente.

- 25 Conforme al método mencionado anteriormente, la presente invención proporciona además PVA, que incluye menos de 0,1% en peso de metanol, menos de 0,1% en peso de acetato de metilo, y menos de 0,3% en peso de acetato sódico, basado en el peso total del PVA.

En una realización, el PVA incluye de 0,01 a 0,1% en peso de metanol, de 0,01 a 0,1% en peso de acetato de metilo, y de 0,11 a 0,3% en peso de acetato sódico, basado en el peso total de PVA.

- 30 En una realización, el PVA preparado hidrolizando poli(acetato de vinilo) con catálisis mediante una base tiene un grado de hidrólisis alcalina de 70 a 99% en moles, y un grado de polimerización de 200 a 4000.

En una realización, el PVA preparado hidrolizando poli(acetato de vinilo) con catálisis mediante una base tiene un grado de hidrólisis alcalina de 70 a 99% en moles, y un grado de polimerización de 500 a 2400.

- 35 En una realización, el PVA preparado hidrolizando poli(acetato de vinilo) con catálisis mediante una base tiene un grado de hidrólisis alcalina de 80 a 99% en moles, y un grado de polimerización de 200 a 4000.

En una realización, el PVA preparado hidrolizando poli(acetato de vinilo) con catálisis mediante una base tiene un grado de hidrólisis alcalina de 80 a 99% en moles, y un grado de polimerización de 500 a 2400.

En aún otra realización, el PVA preparado hidrolizando poli(acetato de vinilo) con catálisis mediante una base es un agregado de partículas de PVA en forma de lamelas o gránulos.

- 40 En otra realización, los diámetros de los gránulos de PVA varían de mallas de 5 a 80.

Los siguientes ejemplos se proporcionan solamente para ilustrar la presente invención, y no limitan el alcance de las reivindicaciones de la presente invención.

#### Ejemplo 1

- 45 Se añadieron 400 g de un producto de PVA acabado (con un grado de hidrólisis alcalina de 88% en moles, un grado de polimerización de 500, diámetros de mallas de 10 a 20, y en forma de lamelas), preparado mediante un procedimiento convencional, en un reactor de fondo redondo equipado con un dispositivo para reflujo y que contenía 1200 g de etanol (95% en peso). La temperatura del líquido se controló a 70°C. Después de agitar continuamente durante 2,5 horas, el líquido se retiró mediante centrifugación, y el sedimento se secó a 110°C durante 2 horas, para obtener PVA purificado. Los residuos en el PVA purificado se detectaron como se muestra en la tabla 1 siguiente.

Un método analítico llevado a cabo en metanol/etanol/acetato de metilo/acetato de etilo en PVA fue pesar con precisión 0,5 g de PVA, que se colocó en un recipiente dedicado para un Headspace (HP7694), sobre una balanza con cuatro cifras decimales. Luego, se pesaron con precisión 9,5 g de agua en el recipiente, y el recipiente se selló y calentó para disolver el PVA. La disolución de PVA se analizó en el Headspace (HP7694), y los compuestos orgánicos volátiles (VOC) en PVA se normalizaron usando una curva normalizada establecida.

5

Tabla 1

| Especificación de PVA          | Grado de hidrólisis alcalina: 88% en moles / grado de polimerización: 500 |                                |
|--------------------------------|---|--------------------------------|
| disolución de etanol           | 5% en peso de agua / 95% en peso de etanol                                |                                |
|                                | PVA antes de la purificación  | PVA después de la purificación |
| % en peso de metanol           | 2,54  | 0,03                           |
| % en peso de acetato de metilo | 0,33  | 0,02                           |
| % en peso de etanol            | 0   | 0,75                           |
| % en peso de acetato de etilo  | 0   | 0,03                           |
| % en peso de acetato sódico    | 1,25  | 0,21                           |

Ejemplo 2

Se añadieron 400 g de un producto de PVA acabado (con un grado de hidrólisis alcalina de 88% en moles, un grado de polimerización de 1700, diámetros de mallas de 10 a 60, y en forma de gránulos), preparado mediante el procedimiento convencional, en el reactor de fondo redondo equipado con un dispositivo para reflujo y que contenía 1200 g de etanol (95% en peso). La temperatura del líquido se controló a 70°C. Después de agitar continuamente durante 2 horas, el líquido se retiró mediante centrifugación, y el sedimento se secó a 110°C durante 2 horas, para obtener PVA purificado. Los residuos en el PVA purificado se detectaron como se muestra en la tabla 2 siguiente.

10

15 Tabla 2

| Especificación de PVA          | Grado de hidrólisis alcalina: 88% en moles / grado de polimerización: 1700 |                                |
|--------------------------------|--|--------------------------------|
| disolución de etanol           | 5% en peso de agua / 95% en peso de etanol                                 |                                |
|                                | PVA antes de la purificación   | PVA después de la purificación |
| % en peso de metanol           | 1,55   | 0,04                           |
| % en peso de acetato de metilo | 0,19   | 0,01                           |
| % en peso de etanol            | 0  | 0,84                           |
| % en peso de acetato de etilo  | 0  | 0,03                           |
| % en peso de acetato sódico    | 1,05   | 0,18                           |

Ejemplo 3

Se añadieron 400 g de un producto de PVA acabado (con un grado de hidrólisis alcalina de 99% en moles, un grado de polimerización de 1700, diámetros de mallas de 10 a 60, y en forma de gránulos), preparado mediante el procedimiento convencional, en el reactor de fondo redondo equipado con un dispositivo para reflujo y que contenía 1200 g de etanol (95% en peso). La temperatura del líquido se controló a 70°C. Después de agitar continuamente durante 2 horas, el líquido se retiró mediante centrifugación, y el sedimento se secó a 110°C durante 2 horas, para obtener PVA purificado. Los residuos en el PVA purificado se detectaron como se muestra en la tabla 3 siguiente.

20

Tabla 3

| Especificación de PVA          | Grado de hidrólisis alcalina: 88% en moles / grado de polimerización: 1700 |                                |
|--------------------------------|--|--------------------------------|
| disolución de etanol           | 5% en peso de agua / 95% en peso de etanol                                 |                                |
|                                | PVA antes de la purificación   | PVA después de la purificación |
| % en peso de metanol           | 2,35   | 0,08                           |
| % en peso de acetato de metilo | 0,19   | 0,04                           |
| % en peso de etanol            | 0  | 0,88                           |
| % en peso de acetato de etilo  | 0  | 0,02                           |
| % en peso de acetato sódico    | 1,27   | 0,25                           |

## Ejemplo 4

- 5 Se añadieron 400 g de un producto de PVA acabado (con un grado de hidrólisis alcalina de 80% en moles, un grado de polimerización de 2000, diámetros de mallas de 10 a 80, y en forma de gránulos), preparado mediante el procedimiento convencional, en el reactor de fondo redondo equipado con un dispositivo para reflujo y que contenía 1200 g de etanol (95% en peso). La temperatura del líquido se controló a 70°C. Después de agitar continuamente durante 2 horas, el líquido se retiró mediante centrifugación, y el sedimento se secó a 110°C durante 2 horas, para obtener PVA purificado. Los residuos en el PVA purificado se detectaron como se muestra en la tabla 4 siguiente.

10 Tabla 4

| Especificación de PVA          | Grado de hidrólisis alcalina: 80% en moles / grado de polimerización: 2000 |                                |
|--------------------------------|--|--------------------------------|
| disolución de etanol           | 5% en peso de agua / 95% en peso de etanol                                 |                                |
|                                | PVA antes de la purificación   | PVA después de la purificación |
| % en peso de metanol           | 0,55   | 0,01                           |
| % en peso de acetato de metilo | 0,05   | 0,02                           |
| % en peso de etanol            | 0  | 0,25                           |
| % en peso de acetato de etilo  | 0  | 0,03                           |
| % en peso de acetato sódico    | 0,35   | 0,11                           |

## Ejemplo 5

- 15 Se añadieron 400 g de un producto de PVA acabado (con un grado de hidrólisis alcalina de 80% en moles, un grado de polimerización de 2000, diámetros de mallas de 5 a 20, y en forma de lamelas), preparado mediante el procedimiento convencional, en el reactor de fondo redondo equipado con un dispositivo para reflujo y que contenía 1200 g de etanol. La temperatura del líquido se controló a 70°C. Después de agitar continuamente durante 3 horas, el líquido se retiró mediante centrifugación, y el sedimento se secó a 110°C durante 2 horas, para obtener PVA purificado. Los residuos en el PVA purificado se detectaron como se muestra en la tabla 5 siguiente.

Tabla 5

| Especificación de PVA          | Grado de hidrólisis alcalina: 80% en moles / grado de polimerización: 2000 |                                |
|--------------------------------|--|--------------------------------|
| disolución de etanol           | etanol anhidro   |                                |
|                                | PVA antes de la purificación   | PVA después de la purificación |
| % en peso de metanol           | 1,55   | 0,04                           |
| % en peso de acetato de metilo | 0,19   | 0,02                           |
| % en peso de etanol            | 0  | 0,89                           |
| % en peso de acetato de etilo  | 0  | 0,03                           |
| % en peso de acetato sódico    | 1,05   | 0,22                           |

Ejemplo 6

5 Se añadieron 400 g de un producto de PVA semiacabado (con un grado de hidrólisis alcalina de 95% en moles, un grado de polimerización de 1700, diámetros de mallas de 5 a 20, en forma de lamelas, y un contenido sólido de 70%), que no se secó después de hidrolizar con catalizador de una base y retirar el líquido, en el reactor de fondo redondo equipado con un dispositivo para reflujo y que contenía 1200 g de etanol anhidro. La temperatura del líquido se controló a 70°C. Después de agitar continuamente durante 3 horas, el líquido se retiró mediante centrifugación, y el sedimento se secó a 110°C durante 2 horas, para obtener PVA purificado. Los residuos en el PVA purificado se detectaron como se muestra en la tabla 6 siguiente.

Tabla 6

| Especificación de PVA          | Grado de hidrólisis alcalina: 95% en moles / grado de polimerización: 1700 |                                |
|--------------------------------|--|--------------------------------|
| disolución de etanol           | etanol anhidro   |                                |
|                                | PVA antes de la purificación   | PVA después de la purificación |
| % en peso de metanol           | 25,15  | 0,06                           |
| % en peso de acetato de metilo | 3,12   | 0,01                           |
| % en peso de etanol            | 0  | 0,95                           |
| % en peso de acetato de etilo  | 0  | 0,04                           |
| % en peso de acetato sódico    | 1,14   | 0,25                           |

Ejemplo 7

15 Se añadieron 400 g de un producto de PVA semiacabado (con un grado de hidrólisis alcalina de 86% en moles, un grado de polimerización de 2400, diámetros de mallas de 5 a 20, en forma de lamelas, y un contenido sólido de 70%), que no se secó después de hidrolizar con catalizador de una base y retirar el líquido, en el reactor de fondo redondo equipado con un dispositivo para reflujo y que contenía 1200 g de etanol anhidro. La temperatura del líquido se controló a 70°C. Después de agitar continuamente durante 3 horas, el líquido se retiró mediante centrifugación, y el sedimento se secó a 110°C durante 2 horas, para obtener PVA purificado. Los residuos en el PVA purificado se detectaron como se muestra en la tabla 7 siguiente.

Tabla 7

| Especificación de PVA          | Grado de hidrólisis alcalina: 86% en moles / grado de polimerización: 2400 |                                |
|--------------------------------|--|--------------------------------|
| disolución de etanol           | etanol anhidro   |                                |
|                                | PVA antes de la purificación   | PVA después de la purificación |
| % en peso de metanol           | 23,15  | 0,07                           |
| % en peso de acetato de metilo | 2,85   | 0,03                           |
| % en peso de etanol            | 0  | 0,89                           |
| % en peso de acetato de etilo  | 0  | 0,03                           |
| % en peso de acetato sódico    | 0,98   | 0,24                           |

5 El método para purificar PVA de la presente invención puede usarse no solamente para obtener PVA con bajos contenidos de cenizas y metanol, y además baja toxicidad, sino también permite que el PVA no se agregue durante el secado. Como resultado, el PVA producido mediante el método de la presente invención no causa inconvenientes en la entrega posterior, y de ese modo teniendo un valor industrial.

Los ejemplos anteriores se usan solamente para ilustrar el principio y eficacia de la presente invención, y no limitan la presente invención.

## REIVINDICACIONES

1. Un método para purificar poli(alcohol vinílico), que comprende las etapas de:
  - (a) añadir poli(alcohol vinílico) preparado hidrolizando poli(acetato de vinilo) con catálisis mediante una base, en una disolución de etanol con una concentración de etanol de 95% en peso o superior;
  - 5 (b) calentar y agitar, a una temperatura en el intervalo de 50 a 100°C, la disolución de etanol que comprende el poli(alcohol vinílico), y
  - (c) recuperar el poli(alcohol vinílico) de la disolución de etanol que comprende el poli(alcohol vinílico), y secar el poli(alcohol vinílico) recuperado.
- 10 2. El método de la reivindicación 1, en el que el poli(alcohol vinílico) preparado hidrolizando poli(acetato de vinilo) con catálisis mediante una base es un agregado de partículas de poli(alcohol vinílico) en forma de lamelas o gránulos.
3. El método de la reivindicación 2, en el que dichos agregados tienen diámetros de mallas entre 5 y 80.
- 15 4. El método de cualquier reivindicación precedente, en el que, en la etapa (a), el poli(alcohol vinílico) preparado hidrolizando poli(acetato de vinilo) con catálisis mediante una base está completamente empapado en la disolución de etanol.
5. El método de cualquier reivindicación precedente, en el que, en la etapa (a), la disolución de etanol tiene una concentración de etanol de 95% en peso a 100% en peso.
- 20 6. El método de cualquier reivindicación precedente, en el que, en la etapa (a), el poli(alcohol vinílico) preparado hidrolizando poli(acetato de vinilo) con catálisis mediante una base tiene un grado de hidrólisis alcalina de 70 a 99% en moles, y un grado de polimerización de 200 a 4000.
7. El método de cualquier reivindicación preferente, en el que, en la etapa (b), el poli(alcohol vinílico) se calienta y se agita en la disolución de etanol a una temperatura en el intervalo de 65 a 85°C.
8. El método de cualquier reivindicación precedente, en el que en la etapa (b), el calentamiento y agitación se llevan a cabo durante un periodo en el intervalo de 2 a 4 horas.
- 25 9. El método de cualquier reivindicación precedente, en el que el poli(alcohol vinílico) preparado hidrolizando poli(acetato de vinilo) con catálisis mediante una base tiene un contenido en metanol de aproximadamente 3% en peso, un contenido en acetato de metilo de 1% en peso y un contenido en acetato sódico de 1 a 1,5% en peso.
- 30 10. El método de cualquier reivindicación precedente, que comprende además la etapa preliminar de llevar a cabo dicha hidrólisis de poli(acetato de vinilo) con catálisis mediante una base, preferiblemente en el que la hidrólisis es alcoholisis, y se lleva a cabo usando metanol.
11. Un poli(alcohol vinílico), que comprende menos de 0,1% en peso de metanol, menos de 0,1% en peso de acetato de metilo, y menos de 0,3% en peso de acetato sódico, basado en el peso total del poli(alcohol vinílico).
- 35 12. El poli(alcohol vinílico) de la reivindicación 11, que tiene un grado de hidrólisis alcalina de 70 a 99% en moles, y un grado de polimerización de 200 a 4000.
13. El poli(alcohol vinílico) de la reivindicación 11 o 12, que es un agregado de partículas de poli(alcohol vinílico) en forma de lamelas o gránulos.
- 40 14. El poli(alcohol vinílico) de las reivindicaciones 11 a 13, que se obtiene conforme al método de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9.