



19	ES	11	NUMERO	10	A1
		21	448.538		
		22	FECHA DE PRESENTACION		

PATENTE DE INVENCION

30	PRIORIDADES:	32	FECHA	33	PAIS
31	NUMERO				
	Sho 50-67381		4.6.75		JAPON

47	FECHA DE PUBLICIDAD	51	CLASIFICACION INTERNACIONAL	52	PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
			e02e		

54	TITULO DE LA INVENCION
PROCEDIMIENTO Y APARATO PARA LA SEPARACION Y RECUPERACION DE ACO HOL POLIVINILICO DE UNA SOLUCION ACUOSA DEL MISMO	

71	SOLICITANTE (ES)
SANDO IRON WORKS Co., Ltd.	

DOMICILIO DEL SOLICITANTE
No. 4-4-5, Usu, Wakayama-shi, Wakayama-ken, Japon.

72	INVENTOR (ES)
Yoshikazu Sando., Eiichi Nakano	

73	TITULAR (ES)

74	REPRESENTANTE
D. JOSE MIGUEL GOMEZ-ACEBO Y POMBO.	

La presente invención se relaciona con un procedimiento y aparato para separar y recuperar alcohol polivinílico (designado de aquí en adelante como PVA) de una solución acuosa que contiene PVA.

5 El medio acuoso, una fracción del PVA forma gel, pero al objeto de simplificar, el líquido se denomina de aquí en adelante como solución acuosa de PVA.

10 Con anterioridad, una gran cantidad de PVA está contenida en un líquido residual procedente del proceso de desaprestado de productos textiles. El líquido residual se trata antes de desecharlo mediante el método de lodo activo o similar. En este tratamiento, el valor C.O.D. del líquido residual puede reducirse por debajo del vapor requerido, mientras que el valor C.O.D. no puede ser reducido por debajo de
15 dicho valor requerido. En los últimos años, se han llevado a cabo normas estrictas contra la presencia de C.O.D. en líquidos residuales, al objeto de evitar contaminación. A este respecto, el tratamiento intensivo de dicho líquido es fuertemente perseguido al objeto de reducir el C.O.D. que permanece en el líquido residual por descomposición o separación
20 seguido por recuperación del PVA.

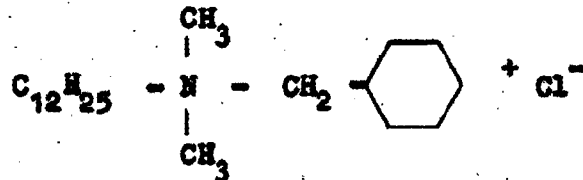
25 El mejor procedimiento para separar y recuperar PVA en la solución acuosa, al objeto de evitar la contaminación, consiste en gelatinizar el PVA añadiendo ácido bórico o borato y una sal inorgánica. El método de recuperación de PVA tiene ventajas, a causa de que la coagulación se consigue de forma eficaz con una pequeña cantidad de aditivo y el tratamiento se efectúa con una buena velocidad de recuperación de PVA y, en adición, el PVA recuperado se puede reutilizar o
30 aplicar para otros fines. Sin embargo, la materia coagulada

de PVA obtenida por el procedimiento anterior, contiene mucha agua y por consiguiente es voluminosa. Como resultado, la separación del licor madre resulta penosa y contiene una gran cantidad de sales. Esto implica un tratamiento difícil después de separarse la materia coagulada de la solución. Por otro lado, se incluye normalmente un mecanismo en el aparato de recuperación para agitar la solución acuosa por agitación mecánica o mediante soplado con aire. La agitación resulta útil para acelerar la coagulación, pero la materia coagulada producida es todavía voluminosa a causa de las espumas incluidas en la materia coagulada.

La presente invención intenta eliminar los defectos de los procesos anteriores de recuperación de PVA y del aparato para la realización de los mismos, y proporciona un procedimiento y un aparato para separar y recuperar PVA de una solución acuosa, en donde se añaden ácido bórico o un borato y una sal inorgánica (designada de aquí en adelante como agente coagulante) a la solución acuosa, para coagular el PVA, al mismo tiempo que se añade una base de amonio cuaternario o una sal de la misma que tiene actividad catiónica (designada de aquí en adelante como amina) para concentrar la materia coagulada, al objeto de obtener una materia coagulada menos voluminosa que contiene poca agua así como pequeña cantidad de sal.

Más particularmente, en el proceso de esta invención para recuperar PVA, a la citada solución acuosa se añaden ácido bórico o un borato y una sal inorgánica, tal como sulfato sódico y, en adición, una base de amonio cuaternario o una sal de la misma, de actividad catiónica, por ejemplo Neocation G producido por Nikka Chemical Co. (designado de

aquí en adelante como Neocatio) y que tiene la siguiente fórmula:



5 en una cantidad de 0,005 a 0,1 % de la solución acuosa. El PVA de la solución se coagula entonces en un gel ajustando el pH a 8-10 y la materia coagulada se separa y recupera del licor madre. El ácido bórico se combina con el PVA gelatinizando a este último, al mismo tiempo que la sal inorgánica se comporta como un agente salificante para el PVA. La cantidad de ácido bórico a adicionar deberá ajustarse según los grados de polimerización y saponificación del PVA, así como en relación con la cantidad de sal inorgánica añadida. Para un PVA que esté bajamente polimerizado y altamente saponificado, se requiere una cantidad relativamente grande de ácido bórico. En términos
10 generales, como agente coagulante se añade 1-10 % (calculado como H_3BO_3) de ácido bórico o borato y 10-30 % de sal inorgánica.

20 La amina se añade convenientemente en forma de una solución acuosa. Se puede añadir simultáneamente con otros agentes coagulantes, pero de forma más eficaz se añade después de que el PVA ha sido coagulado con otros agentes coagulantes, al objeto de concentrar la materia coagulada. La recuperación de PVA será completa en el caso de que la amina se añada repetidamente después de que se ha separado la
25 mayor parte de la materia coagulada.

La adición de amina que caracteriza la presente invención, sirve para eliminar espumas del PVA coagulado por la actividad catiónica, y agregarle en una forma compacta. Consecuentemente, la recuperación de PVA se mejora incluso cuando se aplica una cantidad menor de agentes coagulantes y, en adición, el PVA recuperado tiene mejor calidad debido a la cantidad menor de sal inorgánica incorporada que resulta del contenido en agua menor.

El dibujo adjunto muestra un ejemplo del aparato que se utiliza para la recuperación de PVA por el presente procedimiento y trata de explicar la disposición del aparato y del flujo del tratamiento del procedimiento de la invención.

El dibujo muestra un ejemplo de una forma de realización de esta invención como aparato de recuperación.

El ácido bórico, borato y sales inorgánicas están contenidos en recipientes para agentes coagulantes (1) y (1') y los agentes coagulantes se transfieren con la bomba (2) por vía del conducto mostrado al tanque de igualación (3). El agente coagulante del tanque de igualación (3) se suministra a través del flujómetro (4) al tanque de mezcla (5) al cual están conectados el conducto de suministro de líquido residual (6) a través de un flujómetro y el tanque de reacción # 1 (7). El interior del tanque de reacción # 1 está dividido por diversas paredes en una cámara de coagulación (7-1) una cámara de gelatinización (7-2) y una cámara de concentración 7-3). Un recipiente para la amina (8) está conectado con la cámara de concentración (7-3) a través de un conducto. Un separador sólido-líquido (9) está conectado con el tanque de reacción # 1 (7), en donde el líquido separado se

transfiere al tanque de reacción # 2 (10) y el sólido separado se transporta con el transportador (11). Un conducto conecta el tanque de reacción # 2 (10) con el recipiente para la amina (12). En el tanque de reacción # 3 (13) está contenida una mezcla a la cual se ha añadido la amina, a partir del cual el PVA coagulado se separa en el separador sólido-líquido (14) y el sólido separado se transporta por el transportador (15).

En el conjunto anteriormente descrito, el agente coagulante almacenado en los recipientes (1) y (1') se transfiere temporalmente por la bomba (2) al tanque de igualación (3) y adicionalmente al tanque de mezcla (5) por vía del flujómetro (4), en donde el agente coagulante se mezcla con un líquido residual suministrado a través del conducto de líquido residual (6). La mezcla así formada fluye a la cámara de coagulación (7-1), cámara de gelatinización (7-2) y cámara de concentración (7-3) en donde la amina se añade gota a gota desde el recipiente (8) para acelerar la coagulación. La mezcla de la cámara de concentración (7-3) se transfiere a través del separador sólido-líquido (9) para separar materia sólida (PVA). El líquido fluye al tanque de reacción (2), mientras que el sólido separado se transporta por medio del transportador (11) para su ulterior tratamiento.

Desde el recipiente de amina (12) se efectúa la adición de amina al líquido en el tanque de reacción # 2 (10). La mezcla agitada se transfiere al tanque de reacción # 3 (13), en donde la mezcla se agita para coagular el PVA y se transfiere al separador sólido-líquido (14); el sólido separado es transportado por el transportador (15) para su ulterior tratamiento.

Como ya se ha descrito, el PVA en solución acuosa, se puede coagular de modo eficaz en esta invención, puesto que se añaden cantidades adecuadas de amina a la solución acuosa que contiene PVA, añadiendo la amina desde los recipientes instalados en los tanques de reacción #1 y #2. Per lo tanto, incluso cuando se añade una cantidad más pequeña de agente coagulante desde el recipiente (3), el PVA puede recuperarse con elevada eficacia.

En los siguientes ejemplos, el PVA puede recuperarse con una eficacia del 70 % mediante el separador sólido-líquido (9) y con una eficacia del 99 % por el otro separador sólido-líquido (14).

EJEMPLO 1

A 2 litros de una solución acuosa que contiene 0,80 % de PVA (grado medio de polimerización 500 y grado de saponificación 88 %), se añaden 8 g de borax ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$), 4,5 g de sulfato sódico ($\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) y 0,05 g de Neocation. El pH de la solución es de 8 aproximadamente. Cuando la mezcla se agita durante 15 minutos con un agitador, el PVA se separa y flota sobre la superficie y puede separarse fácilmente por filtración. Cuando no se añade amina, el PVA coagula solo de forma incompleta y apenas puede filtrarse incluso bajo las mismas condiciones. El ensayo del PVA obtenido en ambos procesos, proporciona los siguientes resultados:

	<u>Esta invención</u>	<u>Sin amina</u>
Rendimiento en seco	18,1 g	17,5 g
Contenido en agua (contra materia seca)	170 %	620 %
Análisis de materia seca P.V.A.	85,0 %	80,3 %
Acido bórico (como H_3BO_3)	6,5 %	6,2 %
Na_2SO_4	0,19 %	0,86 %
Recuperación de P.V.A.	96 %	88 %

EJEMPLO 2

A 2 litros de un líquido residual procedente de un tratamiento de desaprestado de telas, conteniendo 0,75% de PVA (grado medio de polimerización 1.700 y grado de saponificación 98 %) y 0,45 % de almidón, se añaden 0,2 g de ácido bórico (H_3BO_3) y 10 g de sulfato amónico $((NH_4)_2SO_4)$. Cuando la mezcla se agita durante 5 minutos a 70°C, se vuelve una solución transparente mediante disolución completa del PVA. A continuación, la solución se enfría a temperatura ambiente, se ajusta con cal a pH 10 y se agita durante 10 minutos, tras lo cual el PVA se separa en una materia coagulada y voluminosa. Cuando la agitación se continúa con diversas cantidades de Neocation, las espumas pudieron ser fácilmente separadas y la materia coagulada se convirtió en un gel espeso.

Los resultados experimentados, junto con aquellos obtenidos sin el empleo de amina, se muestran en la Tabla 1.

Tabla 1

	No. 1	No. 2	No. 3	No. 4
Neocation añadido (contra solución acuosa)	0	0,005 %	0,01 %	0,1 %
Capacidad distinguidora de espuma ⁸⁸	20	50	100	10
Propiedad coagulante	media	Fuerte	muy fuerte	inferior
Rendimiento en seco	15,4	16,5	16,5	15,5
Agua adherida (contra solución acuosa)	605	120	110	450
Análisis de materia seca P.V.A.	80,1	87,1	88,0	82,0
Acido bórico (como H_3BO_3)	1,1	1,1	1,2	1,0

	No. 1	No. 2	No. 3	No. 4
$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$	4,1	0,65	0,50	3,2
Recuperación de P.V.A.	82 %	95 %	96 %	85 %

■ Cuanto mayor es el valor mayor es la capacidad.
Los valores son relativos.

Para conseguir una recuperación del 96 % de PVA sin añadir amina, es necesario doblar la cantidad de ácido bórico y sulfato amónico.

EJEMPLO 3

Un líquido residual procedente de un proceso de desapestado de telas, que contiene 0,55 % de PVA (grado medio de polimerización 1.700 y grado de saponificación 88 %) y 0,30 % de almidón, se suministra continuamente al aparato mostrado en la figura 1, dentro del tanque de reacción #1, a una velocidad de 10 litros por minuto. Al líquido residual se añade una solución acuosa que contiene 1,5 g de borax y 6,8 g de sulfato sódico decahidratado por litro de solución, a una velocidad de 1 litro por minuto, para coagular el PVA. La materia coagulada se vuelve espesa cuando se añade Neocation, a una velocidad de 1 ml por minuto y puede separarse fácilmente.

En adición, en los tanques de reacción #2 y #3 se añade la solución de amina antes citada a una velocidad de 20 ml por minuto, para completar la recuperación del PVA. La cantidad de agua adherida es de 115 % con respecto a un peso en seco y la recuperación de PVA total alcanza un valor del 99 %.

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

5

REIVINDICACIONES

1.- Procedimiento y aparato para la separación y re-
cuperación del alcohol polivinílico de una solución acuosa
del mismo, caracterizándose el procedimiento porque comprende
5 las etapas de hacer reaccionar dicha solución acuosa del al-
cohol polivinilo con un agente coagulante constituido por 1
a 10% en peso de un borato o ácido bórico, calculado como
 H_3BO_3 , preferiblemente borato sódico, y 10 a 30% en peso de
una sal inorgánica, preferiblemente sulfato sódico decahidra-
10 tado, en presencia de 0,005 a 0,1% en peso de un compuesto de
amonio cuaternario catión-activo o una sal del mismo; y ajus-
tar el pH de la mezcla de reacción a 8 - 10, con lo cual el
alcohol polivinílico de la solución se coagula en forma de
un gel; realizándose las etapas de procedimiento anteriores
15 en un aparato constituido por recipientes para el agente coa-
gulante; un tanque de igualación al cual se transfiere tempo-
ralmente el agente coagulante mediante una bomba; un tanque
de mezclado al cual se añade el agente coagulante desde el
tanque de igualación a través de un flujometro; un conducto
20 de suministro de solución acuosa de alcohol polivinilo que in-
troduce solución acuosa en el tanque de mezclado; un tanque
de reacción que recibe una solución mezclada desde el tanque
de mezclado y que está dividido en una sección de coagulación
una sección de gelatinación y una sección de concentración;
25 tanques de reacción a los cuales fluye solución acuosa desde
un separador sólido-líquido; y otro separador sólido-líquido;
y cuyo aparato se caracteriza porque comprende recipientes
para añadir el compuesto de amonio cuaternario citado en la
sección de concentración que es una subdivisión del tanque
30 de reacción, y en el tanque de reacción alimentado con solu-

ción acuosa procedente del separador sólido-líquido, respectivamente.

5

2.- Procedimiento y aparato para la separación y recuperación de alcohol polivinílico de una solución acuosa del mismo, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria e ilustrado en los dibujos adjuntos.

Esta Memoria consta de 11 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

29 JUL 1977

SANDO IRON WORKS Co., Ltd.

... Y POME...
...
p. p. Firmado: J. Suarez Diaz

