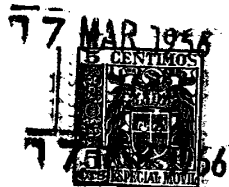


227381

227381

P- 14.282

VG 891 Sp



MEMORIA DESCRIPTIVA
para solicitar
P A T E N T E D E I N V E N C I O N
en
E S P A Ñ A
por VEINTE años

a nombre de VEREINIGTE GLANZSTOFF-FABRIKEN A.G., entidad
alemana, establecida en Am Laurentiusplatz, Wuppertal,
Elberfeld, Alemania, por:

"PROCEDIMIENTO PARA LA DEGRADACION DE TEREFALATO DE POLIE-
TILENO A ESTER DIMETILICO DEL ACIDO TEREFALICO"

El presente invento se refiere a un procedi-
miento para degradar tereftalato de polietileno a ester di-
metílico del ácido tereftálico bajo presión y a temperatu-



ras de hasta 210° , en presencia de metanol así como de combinaciones orgánicas de alto punto de ebullición y de catalizadores transesterificación.

5 La degradación del tereftalato de polietileno se lleva a cabo cuando, por razones económicas, interesa el reaprovechamiento de residuos descolorados e impurificados en forma de hilos, fibras, bandas o, también, de masas compactas. A este respecto se ha sugerido descomponer dichos residuos por transformación con glicol en ebullición. Los esteres diglicólicos del ácido tereftálico resultantes están sumamente impurificado y, sabido es que sólo se les puede depurar con grandes dificultades. Después, se había sugerido también degradar el tereftalato de polietileno con ácidos concentrados hasta llegar a la formación de ácido tereftálico. Este complicado procedimiento es, empero, 10 poco adelantado puesto que, al mismo tiempo, el ácido tereftálico sale impurificado y hay que esterificarlo previamente si es que se les quiere aportar a una nueva policondensación. Según otra sugerencia, la degradación del tereftalato de polietileno se puede llevar a cabo calentando el políester hasta 220 a 245° en presencia de catalizadores, tales como ácido metafosfórico por ejemplo y de vapor de metanol recalentado sin aplicar presión. 15 20

25 Ha sido comprobado que el calentado poliéster hasta 210° como máximo bajo presión y en presencia de metanol, así como de combinaciones orgánicas de alto punto de ebullición, tales como difenilo, óxido de difenilo, difenil-

227381



metano &- y B- metálnaftaleno y catalizadores de transesterificación es factible degradar tereftalato de polietileno a ester dimetílico del ácido tereftálico con un excelente rendimiento y de una gran pureza. A modo de catalizadores de transesterificación son utilizables todos los catalizadores conocidos al efecto. El cinc, óxido de cinc, acetato de cinc, óxido de plomo, acetato de plomo, magnesio, óxido magnésico y hierro son particularmente eficaces. La presión aplicada puede ascender como a 10 hasta 19 atm. Para la degradación interesan de manera particular aquellos poliésteres que, como residuos en forma de hilos, cerdas o productos textiles coloreados y sucios, deban ser destinados a una nueva aplicación. Llama grandemente la atención el hecho de que según el procedimiento conforme al invento, el dimetilester resultante es obtenido con buen rendimiento y gran pureza, aún cuando se parte de desperdicios descoloreados. Las combinaciones orgánicas de alto punto de ebullición son empleadas en cantidades de 1 a 10% en peso, referido al peso del poliéster. La temperatura más favorable para el desarrollo del procedimiento es de 140 a 160° con el empleo simultáneo de presión. A estas temperaturas, las mencionadas combinaciones de alto punto de ebullición provocan el hinchamiento, o bien, la disolución del poliéster el cual, en presencia de metanol y de catalizadores de transesterificación se descompone entonces en forma del deseado ester dimetílico del ácido tereftálico.



5 En un ensayo comparativo ha quedado de manifiesto que la degradación del poliester bajo las mismas condiciones de ensayo conforme a la idea del invento pero sin la adición de las mencionadas combinaciones orgánicas de alto punto de ebullición, no se lleva a cabo más que de manera imperfecta. De este modo sólo se llega a una degradación incompleta, condicionada en particular por la formación de un ester mixto, compuesto de ácido tereftálico, metanol y glicol etilénico. Por el contrario, en presencia de las ya
10 citadas combinaciones orgánicas de alto punto de ebullición tiene lugar una completa degradación del producto de la reacción, en cuyo caso resulta más del 90% del dimetilester deseado. Los catalizadores de transesterificación necesarios para el desarrollo de la reacción se hallan en la mezcla reaccio-
15 nante en forma sólida, pudiéndoseles eliminar fácilmente por filtraje.

EJEMPLO I.

20 Se introducen en un autoclave 4 kgs. de residuos de tereftalato de polietileno en forma de fibras o hilos y se agregan 4,8 l de metanol así como 400 grs. de β -metilnftaleno y 40 grs. de polvo de cinc. Manteniendo una sobrepresión de 18 atm. se conserva el autoclave a una temperatura entre 130 a 140° durante 4 horas, sin dejar de remover la masa reaccionante durante todo este tiempo. Después de su enfria-

227381



miento, el ester en bruto sale en forma de una masa cristali-
na compacta de color blanco oscuro, la cual es amasada con
1,5 l de metanol al objeto de permitir una mejor filtración
Se libera ahora al ester en bruto del glicol y del α -metil-
5 naftaleno por succión y, mediante recristalización subsi-
guiente a partir de metanol con precipitación simultánea
del catalizador cic, se le obtiene acto seguido en forma pu-
ra y con un rendimiento del 90%.

EJEMPLO II.

10

4 Kgs. de desperdicios de tereftalato de
polietileno en forma de masas compactas descoloradas e im-
purificadas se mezclan en un autoclave con 420 grs. de óxi-
do de difenilo, 30 grs. de magnesio y 5 l de metanol. Con-
servando una presión de 16 atm. se mantiene el autoclave a
15 una temperatura de 135 $^{\circ}$ durante 4 horas, removiendo de paso
constantemente la masa reaccionante. Después de su enfria-
miento, el ester en bruto sale en forma de una masa cristali-
na compacta de color blanco oscuro, la cual es amasada con
1,5 l de metanol al objeto de lograr una mejor filtración.

20

El ester en bruto depurado por succión es obtenido seguida-
mente por recristalización a partir de metanol, en forma pu-
ra y con un rendimiento del 91%.

25

Esta solicitud que corresponde a la presenta-
da en Alemania el 19 de Marzo de 1955 bajo el número
V 8663 IVb/120, se acoge a los beneficios del artículo 51
del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

227381



- N O T A -

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan en España para que sean objeto de esta Patente de Invención por VEINTE años, son los siguientes:

5

1º.- Procedimiento para la degradación de tereftalato de polietileno a ester dimetílico del ácido tereftálico caracterizado porque, en presencia de metanol así como de combinaciones orgánicas de alto punto de ebullición tales como difenilo, óxido de difenilo, difenilmetano, & y metilnaftaleno, y de catalizadores de transesterificación, se calienta el tereftalato de polietileno bajo presión hasta 210º como máximo.

10

2º.- Procedimiento según reivindicación 1, caracterizado porque las combinaciones orgánicas de alto punto de ebullición son empleadas en cantidades de 1 a 10% en peso, de preferencia de 5% en peso, referido a la cantidad en peso de tereftalato de polietileno.

15

3º.- Procedimiento según reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque la reacción se lleva a cabo bajo presión, a una temperatura, de preferencia de 140º a 160º.

20

4º.- Procedimiento según reivindicaciones 1-3 caracterizado porque, a modo a catalizadores de transesterificación se utilizan principalmente cinc, óxido de cinc,

227381



acetato de cinc, óxido de plomo, magnesio, óxido magnésico y hierro.

59.- Procedimiento para la degradación de tereftalato de polietileno a ester dimetílico del ácido tereftálico.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y para los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de siete hojas escritas por una sola cara.

Madrid, 7 MAR 1956

P.A.
Alberto de Elizaburi
Per Podes