

230196

P.- 14.855.-

V G F 904.

230196



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 N 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 TEREFTALATO DE POLIETILENO A ESTER DIMETILICO DEL ACIDO TEREFTALICO"

=====

El invento se refiere a un procedimiento para la degradación de tereftalato de polietileno, utilizando un catalizador especialmente apropiado para ello.

5

Es conocida la degradación del tereftalato de polietileno por reacción con glicoles a ebullición, con formación del ester diglicólico del ácido tereftálico. Para la despolimerización se utilizan en general desperdicios de poliéster que en forma de fibras, hilos o también masas compactas han de ser sometidos a una nueva aplica-

10



ción. Por esta razón en la degradación se obtienen siempre esteres glicólicos del ácido tereftálico impuros, los cuales de acuerdo con la experiencia son extraordinariamente difíciles de purificar. Según otro de los procedimientos, el tereftalato de polietileno se degrada a ácido tereftálico con ácidos minerales fuertes. Este procedimiento es poco económico y muy incómodo porque aparece igualmente un ácido tereftálico impuro, el cual debe reesterificarse en una nueva operación y separarse en forma de éster. Además se ha propuesto también degradar el tereftalato de polietileno mediante vapores de metanol al éster dimetílico del ácido tereftálico. La degradación puede conseguirse no solo a la presión normal, sino también utilizando presiones más elevadas. En un caso, la degradación se verifica en presencia de ácido fosfórico a temperaturas elevadas, mientras que en el otro caso se añaden al tereftalato de polietileno asimismo a temperaturas elevadas, sustancias orgánicas de elevado punto de ebullición, como por ejemplo difenilo, óxido de difenilo o difenilmetano, así como catalizadores de transesterificación, como el zinc, óxido de zinc, óxido de plomo etc. Cuando se utilizan por ejemplo catalizadores transesterificación, frecuentemente no tiene lugar una degradación completa, ya que por la acción de los compuestos de zinc pueden tener lugar reacciones secundarias. También se ha propuesto realizar la degradación del tereftalato de polietileno con un hidróxido alcalino a presión y a tempera-

230196



turas hasta 170°.

Se ha descubierto que la degradación de tereftalato de polietileno a ester dimetílico del ácido tereftálico tiene lugar con metanol, con buen rendimiento y sin reacciones secundarias, cuando aquella se lleva a cabo en presencia de ácidos arilsulfónicos. Se consideran como ácidos arilsulfónicos: el ácido bencenosulfónico, ácido bencenodisulfónico, ácido naftalensulfónico, ácido naftalendisulfónico, ácido toluensulfónico, ácido antracensulfónico, ácido metilnaftalensulfónico, etc. La acción catalítica de los ácidos arilsulfónicos es especialmente favorable cuando se emplean en una cantidad hasta el 5%, de preferencia el 2%, referido a la cantidad del policondensado. La degradación se lleva a cabo convenientemente a presión elevada (aproximadamente de 20 a 35 atmósferas) y a temperaturas hasta unos 200°. Pero también es posible realizar la degradación a la presión atmosférica y a temperaturas hasta 300°. En este caso los desperdicios se funden y se añaden la cantidad correspondiente de ácido arilsulfónico. El producto bruto, que se obtiene con un rendimiento de aproximadamente el 95%, contiene todavía metanol y en parte glicol. Por simple recristalización en metanol se obtiene ya un ester dimetílico del ácido tereftálico muy puro.

Ejemplo 1

20 kg. de tereftalato de polietileno, que se halla en forma de desperdicios impuros como hilos o



fibras, se tratan en un autoclave con 24 litros de metanol y 1.000 gramos de ácido β -naftalensulfónico.

5 El autoclave se mantiene a una presión de 35 atmósferas durante cinco horas y a una temperatura de 170°. Después de frío, el ester bruto aparece en forma de una masa blanca desmenuzada, a partir de la cual puede obtenerse el ester dimetílico del ácido tereftálico en forma pura, mediante purificación y recristalización en metanol.

10 Ejemplo 2

20 kg. de desperdicios de tereftalato de polietileno, que se hallan en forma de masas compactas dedoloradas, se tratan en un autoclave con 24 litros de metanol y 500 gramos de ácido bencenosulfónico. El autoclave se mantiene a una presión de 20 atmósferas y a una temperatura de 170° durante cinco horas. Después de enfriar la masa de reacción y de purificar posteriormente el ester bruto, puede obtenerse un ester dimetílico del ácido tereftálico especialmente puro.

20 Ejemplo 3

25 20 kg. de residuos de tereftalato de polietileno se funden en un recipiente de reacción apropiado. El recipiente de reacción está proyectado de tal manera que el producto fundido pueda pasar a través de una placa perforada de tal manera que se introduzca en la cámara de reacción en formas de fibras gruesas. Se añaden

230196



5 400 gramos de ácido benzoldisulfónico. Simultáneamente se evaporan 24 litros de metanol, que se hacen pasar a través de la cámara de reacción en forma de vapores de metanol durante unas seis horas. El ester dietílico del ácido tereftálico formado se hace pasar por una capa de carbón activo y a continuación se lleva a un recipiente enfriado. Después de cristalizar en metanol, el diester se obtiene en una forma especialmente pura.

10 La presente solicitud, que corresponde a la presentada en Alemania con fecha 5 de Agosto de 1955, bajo el número V. 9309 IVb/12 c., se acoge a los beneficios establecidos por el artículo 51 del vigente Estatuto-Ley sobre Propiedad Industrial.

- N O T A -

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

1º.- Procedimiento para la degradación

230196



4 AGO

de tereftalato de polietileno a ester dimetílico del ácido tereftálico con metanol, caracterizado porque la reacción se verifica en presencia de ácidos arilsulfónicos.

5 2º.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque los ácidos arilsulfónicos se utilizan en cantidades hasta del 5% y de preferencia hasta del 2%.

10 3º.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque la reacción se lleva a cabo a presión elevada y a temperaturas hasta 200º.

4º.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque la reacción se lleva a cabo a la presión atmosférica y a temperaturas hasta 300º.

15 5º.- 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.

20 La presente Memoria consta de seis hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 4 AGO 1955

P. A.
Adolfo de Lizasoain
P. A. de Lizasoain