

AÑO 1958

Expediente núm. 241.388



REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL

241388

PATENTE DE INVENCION

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se acompaña a la solicitud de

una PATENTE DE INVENCION por 20 años, en España

a favor de

LA SEDA DE BARCELONA, S. A., de nacionalidad
española domiciliado en BARCELONA,
calle de Av. José Antonio, núm. 654

por:

« Procedimiento para la obtención de polímeros de bajo
peso molecular a partir de monómeros líquidos »,

Nº 7067

Agente Sr. BOLIBAR,

JE.



241388

P A T E N T E D E I N T R O D U C C I O N

a favor de

LA SEDA DE BARCELONA, S. A., de nacionalidad española, domiciliada en Avda. José Antonio Primo de Rivera, nº 654,
BARCELONA,

por:

"Procedimiento para la obtención de polímeros de bajo peso molecular a partir de monómeros líquidos".

M e m o r i a d e s c r i p t i v a .

La presente patente se refiere a un procedimiento para la polimerización del bis-2-hidroxi-etil tereftalato y, de una manera particular a un procedimiento continuo para preparar tereftalato polietilénico de bajo peso



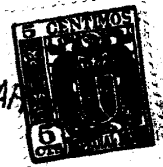
241388

so molecular.

5 Uno de los procedimientos más adecuados para la obtención del tereftalato polietilénico, desde el punto de vista comercial, comprende el llevar a cabo una reacción de éster-intercambio entre etilenglicol y dimetil tereftalato para formar el monómero bis-2-hidroxi-etil tereftalato, el cual se polimeriza a tereftalato polietilénico, bajo presión reducida y a temperatura elevada.

10 Hasta ahora, la polimerización del bis-2-hidroxi-etil tereftalato se efectuaba en forma discontinua mediante grandes vasijas de reacción o autoclaves, agitando la masa polimerizable y separando el etilenglicol vaporizado. Si la polimerización se efectúa continuamente, es esencial controlar la relación presión y temperatura
15 en las fases iniciales para evitar una indebida pérdida de material de bajo peso molecular a través de la vaporización. También es necesario evitar una indebida vaporización del monómero que se condensa en las tuberías de condensación y las obtura. En el proceso discontinuo,
20 la proporción de reacción e inhibición de una vaporización excesiva del monómero o del polímero de bajo peso molecular se controlan iniciando la reacción a más baja temperatura y más elevada presión que las requeridas en las fases finales de la polimerización. Después de permitir
25 una polimerización inicial para empezar, a tales presiones y temperaturas, la temperatura de reacción se eleva gradualmente, al mismo tiempo que se disminuye la presión en la vasija de reacción; y la fase final de polimerización se completa a una temperatura de 275-290°C y a una
30 presión reducida, aproximadamente de 0,5 a 5,0 mm. de mercurio.

28 MAR



5 Por el procedimiento de la presente patente se lleva a cabo la polimerización continua del bis-2-hidroxi-etil tereftalato o de un polímero de bajo peso molecular derivado del mismo, con un grado de polimerización promedia de 4 por lo menos. También según el procedimiento de esta patente se lleva a cabo la polimerización continua del bis-2-hidroxi-etil tereftalato o de polímeros de muy bajo peso molecular derivados de él, por reducción gradual de la presión durante la polimerización de los mismos.

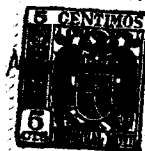
10 Según el procedimiento de esta patente, la agitación de la masa que se polimeriza se efectúa por los componentes gaseosos desarrollados durante la polimerización.

15 De acuerdo con el procedimiento de esta patente, un compuesto líquido, formado esencialmente por bis-2-hidroxi-etil tereftalato y un polímero derivado de muy bajo peso molecular con un grado de polimerización inferior a 4, se introduce continuamente en el fondo de una vasija, comprendiendo fases de reducción de presión y separándose continuamente etilenglicol y tereftalato polietilénico polimerizado por la parte superior de la vasija.

20 Dicho procedimiento es esencialmente apropiado para la preparación de "prepolímeros", o sean en este caso, polímeros del bis-2-hidroxi-etil tereftalato de bajo peso molecular. Generalmente, este procedimiento se emplea para preparar prepolímeros de una viscosidad intrínseca no mayor de 0,3 aunque también pueden obtenerse prepolímeros de elevada viscosidad intrínseca. La viscosidad de la masa líquida de polimerización debe ser lo bastante baja para permitir un flujo libre y una agitación,

25

30



de la forma que explica más adelante. Los líquidos con una viscosidad superior a 100 poises, ya no se pueden elaborar de una manera eficiente según este procedimiento. Para la elaboración eficiente de prepolímeros del bis-2-hidróxi-etil tereftalato, la viscosidad intrínseca del material debe estar comprendida entre 0,3 y 0,4.

La viscosidad intrínseca $(\eta)_0$, es una medida del grado de polimerización del poliéster, y puede ser definida como:

$$\lim. \frac{\ln (\eta_r)}{C}, \text{ cuando } C \text{ tienda a } 0$$

en donde η_r es la viscosidad de una solución diluida del poliéster en fenol-tetracloroetano (60 - 40), dividida por la viscosidad de la mezcla fenol-tetracloroetano, medida en las mismas unidades y a la misma temperatura; C es la concentración en gramos de poliéster por 100 cc de solución.

No deben confundirse los "prepolímeros" con los polímeros de peso molecular muy bajo, que pueden tratarse según el procedimiento de esta patente. En la alimentación de polímeros de peso molecular muy bajo, tienen un "grado de polimerización" (G.P.) inferior a un promedio de 4, lo que implica que la longitud promedio de cadena o número de unidades monómeras unidas sea inferior a un promedio de 4.

El grado de polimerización del prepolímero preparado de acuerdo con el procedimiento de la presente patente es apreciablemente mayor, aproximadamente unas 65 veces superior.

El material líquido que alimenta el aparato,



tratado de acuerdo con el procedimiento de esta patente, está formado esencialmente por bis-2-hidroxietil tereftalato y/o, como ya se ha dicho, por un polímero de bajo peso molecular con un grado de polimerización inferior a un promedio de 4. El contenido del líquido de polimerización puede incluir también pequeñas cantidades de etilenglicol; un alquil-éster del ácido tereftálico, p.e. dimetiltereftalato; y cantidades de un medio éster de glicol y ácido tereftálico. La disolución de "recortes" de tereftalato de polietileno en el líquido de alimentación, puede ser muy deseable en una operación continua coordinada; p.e. una película de este material extraída, puede utilizarse disolviendola en la alimentación del aparato, para llevar a cabo el procedimiento de la patente. Dicho aparato se conecta a un suministro continuo del monómero y/o del polímero de bajo peso molecular.

A continuación se describe el aparato, con referencia a los dibujos adjuntos.

La figura 1 es una vista frontal en alzado, con varias partes rotas que muestran la construcción interior.

Las figuras 2, 3 y 4 son vistas en sección de tres modificaciones de bocas de entrada especialmente restringidas, para fondo de los tubos de comunicación, para controlar la caída de presión.

La figura 5 es un esquema que muestra la función de los tubos antedichos.

Las figuras 6, 7 y 8 son esquemas que muestran la acción del polímero y gases con referencia a los mencionados tubos con la boca del fondo abierta o restringida.

La figura 9 es una vista frontal, con partes ro-

28 MAR



tas, que muestra una variación del aparato para llevar a cabo el procedimiento de la patente.

El aparato de la figura 1 comprende una columna forrada -1-, dividida en una pluralidad de secciones o cámaras, dispuestas verticalmente, mediante platos -2-, que definen sucesivas zonas de reacción. Estas zonas comunican entre sí mediante una serie de tubos -3-, encajados en los platos -2-; cada tubo tiene su boca de entrada, para una cámara dada, opuesta, respecto a la boca de salida del otro tubo que comunica con la misma cámara. Cada tubo se extiende por encima y por debajo del plato en el cual está fijado y su cúspide se extiende más allá del fondo del tubo adyacente. Cada tubo puede tener el orificio de su fondo restringido, como puede verse en las figuras 2, 3 y 4. La cámara superior de la columna comunica a través de un tubo -4-, con un separador -5- ligeramente inclinado. El tubo de comunicación está provisto en su ápice, de un plato de rociado -6-; y el separador está formado por las cribas -7-, -8-, -9- y -10-, a través de las cuales pasan los vapores hacia el condensador -13- a través del tubo de evacuación -11-. El polímero líquido se separa del plato superior a través de la salida -12-, y si parte de él entra en el separador -5-, se evacua a través de -14- hacia la tubería principal de recogida para su ulterior proceso. La entrada -15- en la sección más inferior de la columna, sirve para la introducción del monómero en dicha columna. Una tubería de vacío -16-, sirve para reducir la presión en el sistema entero, a cualquier nivel deseado.

Refiriéndose de un modo particular a la figura



9, variante del procedimiento de la presente patente, comprende una vasija cilíndrica encamisada -17-, dividida en una pluralidad de secciones o cámaras, dispuestas horizontalmente, mediante tabiques -18- que definen zonas sucesivas de reacción. La comunicación entre estas secciones se habilita mediante una serie de cámaras superiores -19- formadas por tabiques -20- en combinación con placas -21-. Por razones ya mencionadas anteriormente, la entrada a una cámara superior puede restringirse a una abertura deseada variando la separación entre los tabiques -18- y las placas -21-. El orificio de salida de la vasija consiste en cualquier tipo eficiente de separador de vapor-líquido, tal como un separador ciclón. En este aparato, el separador comprende pantallas -22-, -23-, -24- y -25- a través de las cuales pasa el vapor hacia la salida -26-, y desde este punto el vapor es conducido a un condensador -27- para su recuperación. El líquido separado del vapor en el separador es retirado a través de un conducto de salida -28- para su almacenamiento, o para ser inmediatamente usado en ulteriores procesos. El orificio de entrada -29- de la vasija, sirve para la introducción del monómero en ella. Una conducción de vacío -30- sirve para reducir la presión en todo el sistema, a un nivel deseado.

El tamaño relativo del presente aparato, p. e. area seccional de la columna o vasija y cámaras superiores, altura o longitud, número de etapas en la reducción de la presión o de placas, etc., depende de la cantidad de materiales que alimentan la columna o vasija, de la viscosidad final intrínseca del polímero deseado para una máxima proporción de alimentación, y del tiempo de manteni-



miento requerido. Generalmente el área seccional de la columna debe ser suficiente para proporcionar espacio para, por lo menos, dos cámaras superiores dispuestas una a continuación de la otra como puede verse en los dibujos adjuntos. Una forma de incrementar el área seccional de una cámara superior, es emplear una pluralidad de ellas de área más pequeña por placa o etapa. Por otra parte, el diámetro de una vasija cilíndrica dispuesta horizontalmente, del tipo dibujado en la figura 9, debe ser adecuado para proporcionar una cámara superior de suficiente altura que facilite una mezola suficiente de gases y líquidos. Generalmente, para cualquier problema dado de polimerización continua de un éster monómero del tipo que se ha descrito, la cantidad de material que debe manipularse por unidad de tiempo y la viscosidad intrínseca deseada del producto polímero sirven como base para estimar la caída total de presión requerida. La caída total de presión puede obtenerse en el aparato para llevar a cabo el procedimiento de la presente patente, variando el número de etapas o placas para la reducción de presión, o variando la caída de presión efectuada en cada etapa o placa. La presión a la entrada del aparato deberá determinarse de acuerdo con las propiedades del monómero. Deberá ser lo suficiente para forzar la reacción, pero no tanto que llegue a causar la vaporización del monómero.

El procedimiento de la presente patente se lleva a cabo en el aparato descrito, (p.e. disponiendo verticalmente las cámaras reductoras de presión), de la forma siguiente: El material a polimerizar, consistiendo esencialmente del monómero bis-2-hidroxi-etil tereftalato o

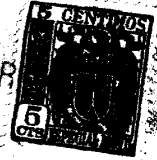


un polímero del mismo, de peso molecular muy bajo (con un grado promedio de polimerización inferior a 4), se introduce en forma de una corriente continua en la sección más inferior de la columna -1-. Al iniciar la polimerización del bis-2-hidroxi-etil tereftalato y polímeros del mismo, de peso molecular muy bajo, las condiciones de polimerización deben ser relativamente suaves si se comparan con las elevadas temperaturas y bajas presiones empleadas para completar la polimerización, p. e. para lograr una viscosidad intrínseca de 0,5 o mayor. Introduciendo los materiales monómeros y los polímeros de bajo peso molecular en la vasija mantenida a una temperatura y presión empleadas durante la etapa de polimerización final, daría lugar a una apreciable vaporización del monómero. Esto conduciría a una considerable pérdida de monómero, tapo- namiento de las líneas de condensación, y bajos rendimien- tos de prepolímeros (en ausencia de una etapa de recupe- ración). Por ello, la circulación del medio calentador (p.e. Dorothersm o p-cimeno) a través de la camisa que en- vuelve la parte inferior de la columna, se ajusta y contro- la para mantener una temperatura en ella desde 5 a 25°C inferior a la temperatura mantenida en la cima de la co- lumna. Preferiblemente la temperatura en el fondo de la columna está comprendida entre 240° y 265°C. La tubería de vacío es también ajustada y controlada en el extremo superior, mediante un equipo que mantenga una presión de 25 a 100 mm. de mercurio en el fondo de la columna. Bajo la influencia del calor y la presión, dentro de los lími- tes especificados, y con la ayuda de un catalizador apro- piado, tiene lugar la polimerización con desarrollo de va-



pores formados principalmente por vapores de etilen-glicol y pequeñas cantidades de bis-2-hidroxi-etil tereftalato, y dimetil tereftalato vaporizadas. Estos vapores fluyen hacia arriba en corriente continua, a través del tubo de comunicación superior, penetrando en la próxima sección de la columna, y arrastrando con ellos el bis-2-hidroxi-etil tereftalato líquido parcialmente polimerizado, el cual en su mayor parte, es agitado violentamente y mezclado con los vapores ascendentes. Esta acción da lugar a un área substancial de regeneración. Una parte adicional se regenera mientras la mezcla de gases y líquidos emerge de la cúspide de un tubo de comunicación y salpica la placa que forma el techo (parte inferior de la placa superior) de la segunda sección, de la forma mostrada en la figura 5. Dicha figura sirve para ilustrar la violenta agitación debida al flujo de la mezcla de gases y líquidos a través de los tubos de comunicación seguida de una repentina salida hacia la cámara de mayor volumen, lo que proporciona una elevada superficie de regeneración.

Con respecto a la polimerización del bis-2-hidroxi-etil tereftalato, los vapores presentes en la columna consisten esencialmente de vapores de etilen-glicol. Hay presentes, pequeñas cantidades de vapores de bis-2-hidroxi-etil tereftalato y de dimetiltereftalato. Generalmente, la cantidad de dimetiltereftalato que se introduce debe ser inferior a un 0,2%, basado sobre el peso de la alimentación total, y no más de un 0,5% debe estar presente. Los componentes de la columna presentes en la fase líquida consisten de bis-2-hidroxi-etil tereftalato y etilen-glicol. La cantidad total de etilen-glicol en la



columna en fases líquida y gaseosa, depende del glicol alimentado en la columna con el éster monomero, y del que se forma como resultado de la reacción de condensación.

Mientras los líquidos son arrastrados hacia arriba de sección en sección de la columna por el relativamente más rápido ascenso de los vapores, tiene lugar una caída de presión desde placa a placa hasta que una presión final más baja prevalece en la parte superior de la columna. Además mediante la camisa de calefacción, la temperatura en dicha parte superior de la columna se mantiene a una temperatura de 5 - 25°C más alta que la temperatura del fondo. La caída total de presión desde el fondo de la columna a su parte superior se incrementa a medida que el vapor y líquido pasan de placa en placa en la columna. Aunque la caída total de presión en la columna viene representada por la suma total de varios factores, la mayor proporción de la caída total de presión es igual a la caída de presión atribuida a las pérdidas de salida y entrada sufridas por la corriente de vapor mientras los vapores pasan desde y hacia el interior de cada sección o etapa. En otras palabras

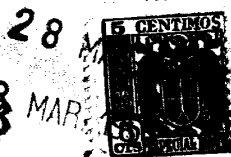
$$\Delta P = \sum \Delta P_{ve}$$

en donde ΔP es la caída total de presión y $\sum \Delta P_{ve}$ es la suma total de las caídas de presión sufridas por los vapores debidas a la entrada y salida en cada etapa (placa) de la columna. La caída de presión sufrida por los vapores, debida a la entrada y salida en cada etapa, puede representarse substancialmente por la suma de dos factores, siendo dicha suma substancialmente igual a la caída de presión debida al paso a través de un tubo de comunicación



o sea, la caída de presión debida a la resistencia a fluir a través de los orificios más la caída de presión debida a la resistencia a fluir a través del líquido existente o que obstruye un tubo de comunicación.

5 A proporciones de vapor, relativamente bajas, el uso de tubos de comunicación fabricados sin un orificio en el fondo, p.e. un tubo en el cual se permite el paso del vapor por el fondo a través del área total de la sección, es apropiado para una operación satisfactoria. No obstante, a medida que la proporción de vapor
10 aumenta, la caída de presión por etapa o placa decrece; y, en consecuencia, la caída total de presión producida en la columna para un número dado de etapas o placas, también decrece. Además, un aumento de vapor conduce a
15 lo que se denomina, "surtidor" ya que los vapores ascendentes arrastran el material líquido que está sobre una placa, hacia el interior de los tubos de comunicación. Este fenómeno se ilustra gráficamente en la figura 6, en donde el paso de los vapores viene señalado por flechas.
20 Es evidente que al aumentar la proporción de vapor, la cantidad de líquido arrastrado en el fondo del tubo de comunicación aumenta para formar un "surtidor" que crea una ola de líquido en las placas y en el interior de los tubos de comunicación. Además, el nivel del líquido en
25 una placa cae anormalmente por debajo del tubo de comunicación. Este oleaje resulta de una caída de presión variable en cada una de las fases o placas añadida al hecho de que la caída de presión por placa o etapa decrece a medida que la proporción de vapor ascendente aumenta.
30 El oleaje también es debido a una indeseable descar-



ga variable del producto líquido aún bajo condiciones de alimentación uniformes.

5 Como se ha descrito más arriba, el fondo de cada tubo de comunicación puede estar provisto de un orificio, mediante lo cual el área de entrada en dichos tubos, para los líquidos y vapores ascendentes, pueden restringirse. Esencialmente, la disposición para variar el área de los orificios de entrada, forma parte del fondo de cada tubo. Las figuras 2, 3 y 4 muestran diversas formas para dicha disposición. La figura 2 ilustra el uso de un disco de diámetro igual o ligeramente mayor que el del diámetro externo del tubo de comunicación. El disco se dispone ligeramente por debajo del fondo del tubo, y la distancia por debajo del tubo depende del tamaño que se desee para el orificio. La figura 3 ilustra el empleo de un disco de menor diámetro que el interno del tubo de comunicación. El disco se sitúa en el fondo del tubo de comunicación, y el tamaño del orificio viene determinado por el diámetro del disco. La figura 4 ilustra una tercera variación en la forma del orificio, en el tubo cerrado se han cortado secciones en sus lados junto al fondo. El tamaño de las secciones y su número depende del tamaño deseado para el orificio.

25 En general, la provisión de un orificio deseado para el fondo de cada tubo de comunicación, permite mantener la caída de tensión casi constante por etapa o placa, mientras varia la velocidad o proporción de los vapores ascendentes. Esto parece ser debido a la influencia incrementada de otro factor sobre la caída de presión, como es el tamaño del orificio expresado p.e. por la relación

30

28 MAR



del área del orificio al área de la sección interna del tubo de comunicación.

5 Como consecuencia de la restricción del paso de vapor mediante los dispositivos antedichos, el nivel del líquido en la placa se mantiene substancialmente constante ya que el efecto "surtidor" se elimina; dando lugar a una distribución del líquido substancialmente uniforme a través de la columna, para reaccionar, p.e. líquido suficiente sobre cada placa para reaccionar. El nivel substancialmente constante de líquido elimina los oleajes violentos en las etapas de la columna, y por tanto, tiende a mantener más constante la caída de presión de etapa en etapa o de placa en placa.

15 Un efecto adicional importante, al proveer los tubos de comunicación con orificios regulables, es el mantenimiento de una caída de presión constante a cada etapa o sobre cada placa de la columna, al aumentar la velocidad del vapor. Por ejemplo, si con los vapores no se mueve líquido concurrentemente, hacia arriba de la columna, un incremento de la velocidad del vapor conduce a un incremento de la caída de presión por etapa o placa, debido al paso restringido (orificio) para los vapores ascendentes. Operando normalmente la columna, ascienden corrientes de vapor y líquido juntamente, el vapor arrastrando líquido hacia arriba, y cualquier cantidad de líquido que arrastre el vapor, debe considerarse como una resistencia al flujo del mismo. En tubos de comunicación provistos con un orificio graduable y a bajas velocidades del vapor, hay presente una parte de líquido en el fondo de un tubo de comunicación ya que hay menos subida de líquido. Aun-



que el nivel del líquido en la placa nunca alcanza por arriba del fondo de un tubo de comunicación, una parte de líquido obra en dicho tubo; y al disminuir la proporción del vapor, se alcanza un punto en el cual fluyen "burbujas" y el tubo de comunicación queda completamente lleno de líquido. Este líquido da lugar a un obstáculo o resistencia extra al flujo hacia arriba del vapor, de lo que resulta una caída de presión adicional.

Por ejemplo, la figura 7 ilustra las condiciones que reinan en cualquier placa para velocidades de vapor relativamente altas. En esta ilustración, el nivel líquido llega casi a tocar o toca el orificio del tubo de comunicación; y la resistencia al flujo es debida principalmente al orificio por si mismo. Además, al aumentar la velocidad del vapor, aumenta la caída de presión debida al orificio; y disminuye la resistencia proporcionada por el líquido. Por otra parte, la figura 8 ilustra las condiciones que reinan cuando la velocidad del vapor es relativamente baja y el nivel líquido en un tubo de comunicación, es más alto que para velocidades de vapor elevadas. En esta ilustración, el flujo de vapores ascendentes no solo encuentra resistencia a causa del orificio, sino también a causa del tapón de líquido que se forma en el fondo del tubo de comunicación.

Bajo las condiciones de bajas velocidades de vapor, la caída de presión debida a su paso a través de un tubo de comunicación, puede representarse por la fórmula:

$$\Delta P_{en} \approx \Delta P_{vo} + \Delta P_{vl}$$

en la cual ΔP_{en} es la caída de presión por placa o eta-



pa debida al paso a través de un tubo de comunicación ;
 ΔP_{vo} es la caída de presión debida a la resistencia a
fluir a través del orificio; y ΔP_{vl} es la caída de pre-
sión debida a la resistencia a fluir a través de la cabe-
5 zaga líquida en el fondo del tubo de comunicación. Bajo
las condiciones de bajas velocidades de vapor la ΔP_{vo}
decrece y el valor de ΔP_{vl} se vuelve importante. Por ello,
la caída total de presión atribuida al paso de vapor a tra-
vés de un tubo de comunicación o ΔP_{en} , como resultado
10 de emplear un orificio dado, permanece relativamente cons-
tante al incrementar la velocidad del vapor, ya que a ele-
vadas velocidades de vapor ΔP_{vo} aumenta y ΔP_{vl} se vuel-
ve menos importante.

A fin de obtener el efecto más eficiente de una
15 disposición de orificio, para mantener una caída de pre-
sión constante, se ha encontrado que la relación entre el
área del orificio y el área de la sección interna del tu-
bo de comunicación debe estar comprendida entre 0,1 y 0,15.
Usando un orificio demasiado pequeño, p.e. una relación
20 inferior a 0,1, se restringe el flujo de vapores ascen-
dentes en tal extensión, que al incrementar la velocidad
del vapor, aumenta excesivamente la caída de presión. Por
otra parte, un orificio demasiado grande, p.e. una rela-
ción substancialmente superior a 0,15, da lugar a una dis-
25 minución de la caída de presión cuando la velocidad del
vapor aumenta, por lo cual prácticamente es como si no
existiese orificio.

Debe entenderse de todas maneras, que el aparato
que se ha descrito para llevar a cabo el procedimiento de
30 la patente, puede carecer satisfactoriamente de orificios



para cada tubo de comunicación, si la velocidad del vapor es relativamente baja; pero a elevadas velocidades, el empleo de las disposiciones de orificios antes descritos es altamente ventajosa.

5 Además a ciertas velocidades críticas del vapor, aumenta la caída de presión, debida a la resistencia del orificio, con cualquier ulterior incremento en la velocidad del vapor sin una disminución compensada en ΔP_{v1} ; y bajo tales condiciones, tampoco la disposición del orificio es suficiente para mantener una caída de presión
10 relativamente constante por placa o etapa. La velocidad crítica por sobre la cual ocurre esto, varía con el tamaño total de la columna, los tubos de comunicación, y la proporción de líquido que alimenta a la columna.

15 Las condiciones, p.e. temperatura, presión, flujo y número de secciones de la columna, se escogen de modo que el grado de polimerización final realizado sea tal que produzca, preferiblemente en la última etapa (sección superior de la columna), un prepolímero de viscosidad intrínseca no superior a 0,3.
20

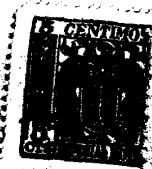
 Las precedentes consideraciones relativas a la función y ventajas de restringir el área de entrada a un tubo de comunicación, p.e. empleando platos con orificios, se basan en el funcionamiento del aparato dispuesto verticalmente, con etapas reductoras de la presión, para
25 llevar a cabo el procedimiento de la presente patente.

 Por otra parte, pueden aplicarse las mismas consideraciones a otro aparato, para llevar a cabo el presente procedimiento, tal como el ilustrado en la figura
30 9. Refiriéndonos específicamente a dicho aparato, ya se



ha mencionado anteriormente que el espacio comprendido entre los tabiques -18- y las placas -21-, puede ajustarse a una abertura deseada a fin de mantener constante el nivel líquido en cada cámara reductora de presión. Por esto, los orificios del aparato tienen la forma de rendija; y el área de la sección de los orificios puede ajustarse fácilmente a una relación dada con respecto a las áreas de las secciones de los tubos de comunicación.

Respecto al aparato de las figuras 1 a 8 inclusive, es esencial para el control de la magnitud de la caída de presión efectuada en cada sección o etapa, que el extremo de salida o borde superior de cada tubo de comunicación, quede más alto que el borde de entrada, del siguiente tubo de comunicación. Esta disposición de los tubos de comunicación da lugar al mantenimiento de un nivel líquido substancialmente equivalente a la altura del extremo de entrada de un tubo de comunicación por encima de la placa inmediatamente debajo. El mantenimiento del nivel del líquido por o ligeramente debajo del extremo de entrada de un tubo de comunicación, bajo proporciones variables de vapor, se cumple mediante las disposiciones de orificios antes discutidas. No obstante, dichas disposiciones de orificios podrían no tener efecto en el mantenimiento del nivel deseado para el líquido en cada placa, si el extremo de salida de un tubo de comunicación estuviese situado más bajo que el extremo de entrada del tubo de comunicación inmediatamente encima. Por ejemplo, si el extremo de salida estuviera considerablemente por debajo del extremo de entrada del siguiente tubo de comunicación inmediatamente encima, el nivel del líquido sobre la placa, no podría ser



más elevado que la altura del extremo de salida del tubo de comunicación. Un exceso de líquido sería desaguado a través del tubo de comunicación sobre la placa inmediatamente debajo, lo que daría lugar a una caída de presión excesiva en los tubos de comunicación. Además, podría elevarse líquido a través de cada tubo de comunicación por la acción de un oleaje a lo largo de toda la columna con una variación en la proporción de descarga del líquido. Luego, para una óptima operación, el extremo de salida de cada tubo de comunicación debe ser más elevado que el extremo de entrada del siguiente tubo de comunicación inmediatamente encima; y para una operación satisfactoria, el extremo de salida de un tubo de comunicación y el extremo de entrada del siguiente tubo de comunicación inmediatamente encima, pueden equidistar de la parte superior de una placa.

EJEMPLO.

Se empleó una columna de reacción continua de éster intercambio, para hacer reaccionar en forma continua etilenoglicol y dimetiltereftalato. Esta reacción continua en columna produjo un suministro continuo de un líquido formado por bis-2-hidroxi-etil tereftalato y una parte muy pequeña de un polímero de bajo peso molecular, con un grado de polimerización promedio inferior a 4.

Este líquido alimentaba continuamente el fondo de un aparato del tipo diseñado en la figura 1. Se separó en forma continua, etilenglicol en forma de vapor de la parte superior del separador, y se separó tereftalato polietilénico fundido con una viscosidad intrínseca comprendida entre 0,15 y 0,3 por la salida dispuesta encima de la placa superior del aparato.

28 MAR



La polimerización continua con el aparato para llevar a cabo el procedimiento de la presente patente, proporciona una agitación eficiente y en consecuencia una elevada área de regeneración. Los vapores ascendentes arrastran hacia arriba la masa líquida de polimerización; esta masa líquida es agitada violentamente al subir a través de los tubos de comunicación; y luego es de nuevo agitada mientras salpica y rocía el interior de las cámaras o secciones del aparato. Esta acción da lugar a una agitación eficiente, y se expone la máxima superficie a la presión disminuida mientras el líquido asciende por la columna. Esto, a su vez, da lugar a una eficaz separación continua de etilenglicol u otros vapores de la reacción de condensación.

Además se consigue una vaporización mínima del líquido monómero, p.e. bis-2-hidroxi-etil tereftalato, alimentando continuamente el aparato, con un líquido formado por el monómero y/o el polímero de bajo peso molecular, a menor temperatura y presión más elevada que las que rigen en las etapas finales de polimerización. Cualquier materia monómera que se vaporice, puede ser fácilmente absorbida por el prepolímero líquido en las porciones superiores de la columna.

El prepolímero obtenido según el procedimiento de la presente patente, se procesa posteriormente a fin de aumentar su viscosidad intrínseca hasta un punto que da por resultado un polímero que pueda extruirse en forma de película o filamentos, o en forma de cinta para ser cortada posteriormente en gránulos para el moldeo. En el caso del tereftalato de polietileno, la viscosidad intrínse-

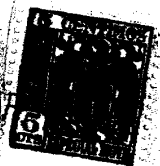
ca para ser extruido en forma de película, está comprendida entre 0,45 a 1,2 y para ser extruido en forma de filamentos, entre 0,3 a 1,2.

5 El tereftalato de polietileno en forma de película sin orientar, o preferiblemente cuando se la ha estirado en una o en ambas direcciones, puede ser usado en una gran variedad de aplicaciones; y debido a la elevada tenacidad y rigidez de la película en forma orientada, puede usarse en espesores inferiores a 0,006 mm. Por otra parte
10 las películas de espesores comprendidos entre 0,01 y 0,02 mm., son transparentes y de elevada claridad. Las películas de tereftalato de polietileno son apropiadas para envolver y empaquetar toda clase de artículos, puede reemplazar el cristal, recubrir paredes, aplicaciones eléctricas, etc. etc.
15

N O T A

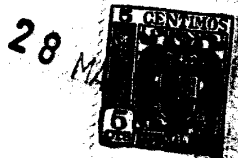
Se reivindica como objeto de esta patente:

1) Procedimiento para la obtención de polímeros de bajo peso molecular, a partir de composiciones líquidas de monómeros que polimerizan con desarrollo de subproductos gaseosos; caracterizado por hacer pasar continuamente la composición líquida polimerizable a través de una serie de zonas de reacción sucesivas, con reducción de la presión de una zona a otra, y manteniendo cada zona a una temperatura que provoque la polimerización con desarrollo de subproductos gaseosos, de tal manera que la composición líquida polimerizable se mezcle con los subproductos gaseosos al pasar de una zona de reacción a la siguiente y se produzca así una agitación de dicha composición líquida.
20
25



2) Procedimiento para la obtención de polímeros de bajo peso molecular según la reivindicación 1, caracterizado por pasar continuamente la composición líquida polimerizable por una primera zona de reacción mantenida a una temperatura predeterminada y a una presión efectiva que provoque la polimerización parcial de dicha composición con el desarrollo de subproductos gaseosos; conducir continuamente, una mezcla de dicha composición parcialmente polimerizada y dichos gases o vapores, hacia arriba y a través de un paso restringido, dentro de una segunda zona de reacción, con lo cual se efectúa una caída de presión entre dichas primera y segunda zona de reacción, manteniendo dicha segunda zona a una predeterminada temperatura efectiva para provocar una subsiguiente polimerización parcial de dicha composición parcialmente polimerizada, y pasar continuamente una mezcla de la composición parcialmente polimerizada resultante y vapores a través de un paso restringido, hacia sucesivas zonas de reacción con sucesivas caídas de presión, hasta la obtención de un polímero de bajo peso molecular con una viscosidad intrínseca no superior a 0,3.

3) Procedimiento para la obtención de polímeros de bajo peso molecular según las reivindicaciones 1 y 2 a partir de una composición líquida polimerizable formada por bis-2-hidroxi-etil tereftalato y polímeros del mismo de bajo peso molecular con un grado de polimerización promedio inferior a 4, caracterizado por hacer pasar continuamente dicha composición líquida dentro de una primera zona de reacción mantenida a una temperatura comprendida entre 240° - 265°C, con lo cual se efectúa una polimerización parcial de dicha composición con desarrollo de vapores de



5 etilenglicol; conducir continuamente una mezcla de dicha
composición parcialmente polimerizada y dichos vapores a
través de un paso restringido, dentro de una segunda zona
de reacción, dando lugar a una caída de presión entre di-
chas primera y segunda zonas de reacción; luego polimeri-
zar parcialmente dicha composición ya parcialmente polime-
rizada y conducir continuamente una mezcla de la composi-
ción resultante parcialmente polimerizada y vapores a tra-
vés de pasos restringidos a sucesivas zonas de reacción
10 con sucesivas caídas de presión, hasta obtener un prepolí-
mero con una viscosidad intrínseca no superior a 0,3; man-
teniendo la temperatura en la última de dichas zonas de
reacción de 5 a 25°C por sobre la temperatura de dicha
primera zona de reacción.

15 4) Procedimiento para la obtención de políme-
ros de bajo peso molecular según la reivindicación 3, ca-
racterizado por mantener una presión comprendida entre 25
a 100 mm. de mercurio, en la primera zona de reacción.

20 5) Procedimiento para la obtención de polímeros
de bajo peso molecular a partir de monómeros líquidos.

Esta memoria consta de veintitrés páginas escri-
tas por una sola cara.

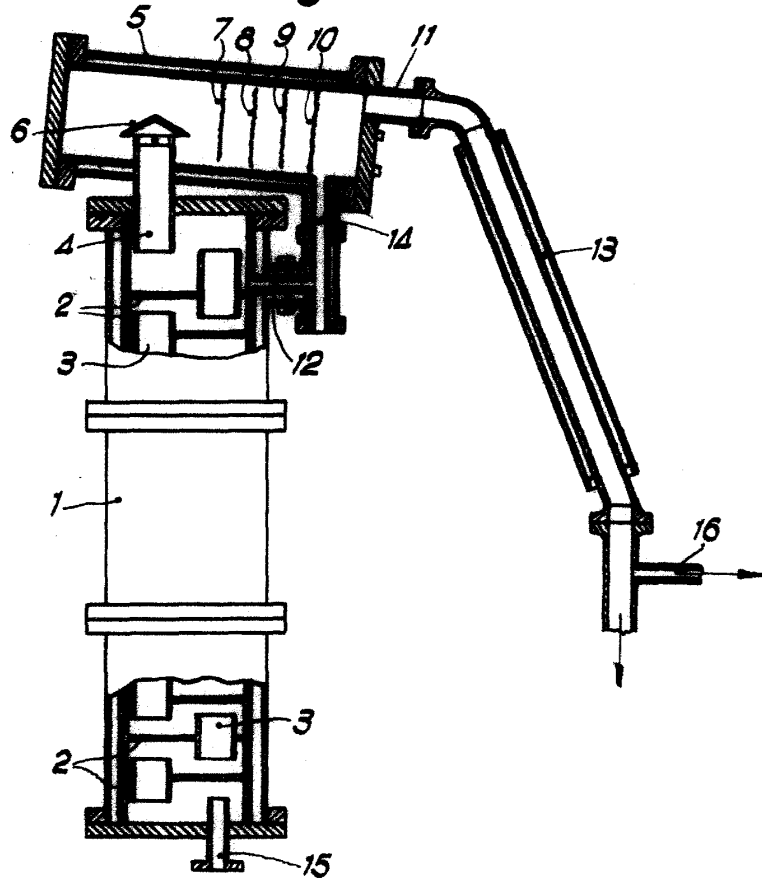
BARCELONA, 28 de Marzo de 1958.

P. A.

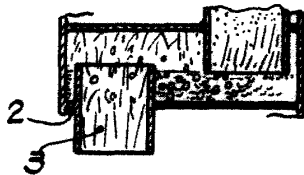


241388

-Fig. 1-



-Fig. 5-

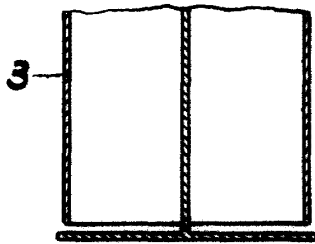


P.A.

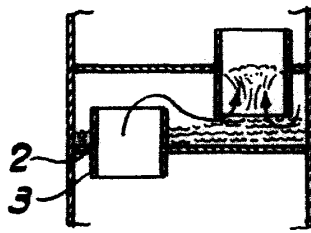


241388

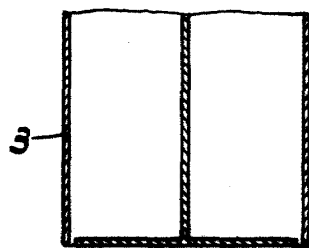
-Fig.2-



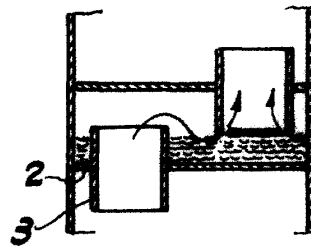
-Fig.6-



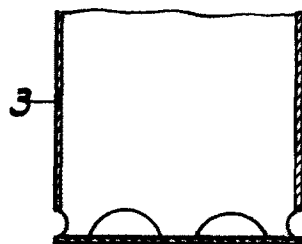
-Fig.3-



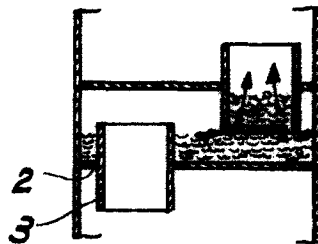
-Fig.7-



-Fig.4-



-Fig.8-

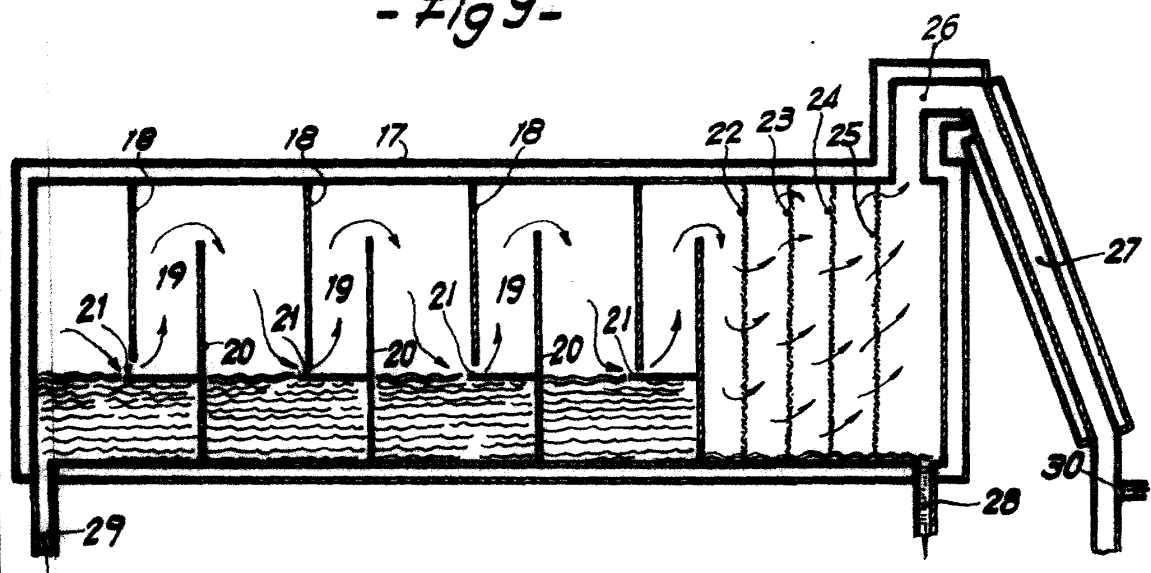


P.A.
[Handwritten signature]



241388

- Fig 9 -



R. F. *[Signature]*