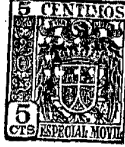


252404

P.10.758

VGF 1019 Sp

En del. 1955



252404

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

PATENTE DE INVENCION

en

ESPAÑA

por VEINTIEN años

a nombre de VE HENRICH GLANZSTOFF-FABRIKEN AG, entidad alemana, establecida en Glanzstoff-Haus, Wuppertal-Elberfeld, Alemania, por:

" UN PROCEDIMIENTO PARA DESPURAR TERFTALATO DE DIMETILICO EN BRUTO OBTEALICO POR DEMONSTRACION DE MINERALIZACION DE POLIMERIZACION "

Los residuos de teroftalato polietilénico se degradan de acuerdo con diversos procedimientos a objeto de recuperar sustancias de partida, en especial el teroftalato dietílico. El éster dietílico del ácido teroftálico que se obtiene por estos procedimientos, contiene frecuentemente impurezas pegajosas, que dificulten su tratamiento ulterior. Estas impurezas consisten, en su mayoría, en oligómeros. Así p.e. resulta imposible, el liberar el éster en bruto de estas impurezas mediante centrifugado o filtración, Las impurezas impiden una se-

252404

25 26



dimentación y obturan los filtros. Tampoco los usuales métodos de cristalización permiten conseguir una purificación. El empleo de carbón activo u otros adsorbentes similares, si bien proporciona una amplia separación de las impurezas, hace, sin embargo, que éstas se pierdan para el proceso de fabricación, ya que no pueden ser empleadas para una nueva carga, ni tampoco pueden ser transformadas en tereftalato dimetílico en una fase separada de trabajo. Aparte de todo ello, resulta complicado y molesto este procedimiento.

Se ha descubierto ahora, que la purificación del tereftalato dimetílico en bruto, que contenga tales impurezas pegajosas, puede realizarse de manera sencilla, si el éster en bruto que se obtiene caliente en la primera fase, se hace cristalizar en presencia de metanol a 53 - 50°, hasta que al menos 50% del tereftalato dimetílico contenido en el producto en bruto, haya precipitado después de lo cual se prosigue la cristalización a 48°, hasta que ya no se deposite ningún tereftalato dimetílico más, y entonces se decanta la papilla de cristales obtenida a temperaturas superiores de 27° y se centrifuga inmediatamente.

Si se opera de acuerdo con el procedimiento según el invento, entonces en la primera fase de cristalización precipitan grandes cristales de tereftalato dimetílico a temperaturas entre 53 y 50°. Durante la refrigeración a 48° precipita el resto del tereftalato dimetílico contenido en el producto bruto, en forma de cristales más pequeños. Esta papilla de cristales es entonces fácilmente centrifugable, si bien hay que cuidar de que no se enfríe por debajo de 27°. Es importante que, al menos 50% del tereftalato dimetílico precipitado, lo haga en forma de cristales grandes, ya que de otro modo la centrifugación no

252404



transcurre de manera satisfactoria. Las impurezas separadas pueden ser sometidas de nuevo a una reacción de degradación, con lo cual no representan una pérdida para el proceso de fabricación.

5 El procedimiento de acuerdo con el invento es de importancia especialmente en los casos en que debido a defectos del procedimiento o del dispositivo, se produzcan cargas defectuosas en la degradación del tereftalato polietilénico, es decir, en los que la degradación transcurrió de manera incompleta. Hasta ahora no podían aprovecharse ya tales cargas, o bien eran  
10 recuperables en condiciones económicamente inaceptables.

El procedimiento será ilustrado detalladamente a base del ejemplo siguiente.

Ejemplo:

15 Una carga (105 kg) de tereftalato dimetílico en bruto impurificado, con contenido de glicol y obtenida como solución metanólica caliente en la degradación de 110 kg. de tereftalato polietilénico - mediante reacción con 440 kg de metanol - se  
20 introduce en un cristalizador. Mediante extracción de muestras se averigua el contenido de tereftalato dimetílico de la carga. En el cristalizador se colocan previamente 36 kg de metanol, lo que corresponde a la cantidad de alcohol usado en la reacción de degradación precedente. Como la despolimerización se realiza  
25 a presión elevada en un autoclave, se produce una distensión a presión normal al pasar al cristalizador. Al mismo tiempo se regula la temperatura de este último a 50°. Se cristaliza entonces, mientras la temperatura desciende a 50°, hasta que 50% del tereftalato dimetílico contenido en el producto bruto, ha precipitado en forma de cristales largos, es decir, durante 45 minutos.  
30



252404

Después se da fin a la cristalización a 46° y el contenido del cristizador se vacía a más de 27°, conduciéndose inmediatamente a una centrífuga. El tereftalato dimetílico obtenido, una vez lavado con metanol y secado, lo es en forma pura, con un punto de fusión riguroso de 140°.

Con una carga, que contenga 65% de tereftalato dimetílico, se obtiene de este modo 70% de la cantidad total en forma pura.

Si el éster bruto se lleva desde el autoclave a un cristizador y se deja enfriar continuamente a una temperatura de p.e. 20°, sin tener en cuenta las características del procedimiento de acuerdo con el invento, entonces se obtiene un producto pegajoso, malamente centrifugable, que todavía se halla fuertemente impurificado y tiene un punto de fusión de 129 - 137°. Tampoco mediante lavado repetido o recristalización con o desde metanol, se llega a un tereftalato dimetílico de una pureza que corresponda a la del éster obtenido de acuerdo con el ejemplo, de modo que no es posible su aprovechamiento ulterior para cargas de policondensación.

Esta solicitud que corresponde a la presentada en Alemania el 14 de Enero de 1959, bajo el número V 13747 IVb/12 o, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

- F O T A -

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

1ª.- Un procedimiento para depurar tereftalato de dimetilo

252404



en bruto, obtenido por despolimerización de tereftalato de polietileno mediante cristalización, caracterizado por que el óster bruto obtenido en caliente en la primera fase, se deja cristalizar en presencia de metanol a 50 - 50°, hasta que al menos 50% del tereftalato dimetílico contenido en el producto bruto, ha precipitado, continuándose entonces la cristalización a 48°, hasta que ya no precipite ningún tereftalato dimetílico más, después de lo cual se saca la papilla de cristales resultante a temperaturas superiores a 27° y se centrifuga inmediatamente.

2°.- Un procedimiento para separar tereftalato de dimetilo en bruto obtenido por despolimerización de tereftalato de polietileno.

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

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

Madrid, 2 de Julio de 1956

P.A.

*[Handwritten signature]*