



265 144

73

PATENTE DE INTRODUCCION

por DIEZ años

cuyo privilegio se solicita para España y todos sus territorios y plazas de soberanía, a favor de :

TRANSFORMACIONES QUIMICO-INDUSTRIALES, S.A.  
(TRAQUISA)

entidad española, domiciliada en Barcelona, Paseo de Santa Coloma, núm. 17, relativa a :

"PROCEDIMIENTO DE FABRICACION DE POLICONDENSADOS LINEALES SATURADOS".

=====



La presente Patente de Introducción, se contrae, tal como indica su enunciado, a un procedimiento de fabricación de policondensados lineales, también llamados poliésteres, que son productos que ya han adquirido una cierta importancia industrial, la cual, por sus adecuadas propiedades, es de esperar que aumentará considerablemente. -

Los métodos actuales de preparación de los policondensados lineales adolecen de varios defectos: o bien se obtienen mediante un proceso de muy larga duración que da lugar a productos oscuros, o bien, cuando el proceso es de duración normal, se obtienen policondensados de relativamente alta acidez. Tanto en un caso como en otro quedan muy desmerecidas las propiedades de los policondensados. De aquí que ha sido estudiado y resuelto, un procedimiento de fabricación de policondensados lineales. - - - - -

Según se ha visto durante trabajos experimentales, son factores decisivos para la preparación de policondensados de buena calidad los siguientes: 1) adecuada proporción molar entre el ácido y el glicol la cual debe estar comprendida entre 1:1 y 1:2 según cual sea la viscosidad deseada en el producto final; 2) el empleo de un catalizador ácido tanto en la fase inicial de esterificación como en la final de polimerización; 3) en empleo de temperaturas apropiadas en las fases de esterificación y de polimerización; 4) la utilización de atmósfera inerte o vacío para evitar la formación de productos coloreados; 5) el empleo de una buena agitación principalmente en la fase

265144<sup>23</sup>



30. de polimerización; 6) elevado grado de pureza de los productos reaccionantes. - - - - -

El procedimiento objeto de Patente se caracteriza, esencialmente, porque partiendo de un ácido orgánico dibásico y un glicol como productos reaccionantes, u y un catalizador en proporción comprendida entre 0,1 y 1%, se

35. calienta la mezcla a una temperatura comprendida entre 140 y 160°C. y se elimina el agua de esterificación mediante inyección de un gas inerte, anhídrido carbónico, por ejemplo, a través de la masa fluida. Cuando el índice de acidez de la masa fluida alcanza un valor igual o inferior a

40. 60 se interrumpe el burbujeo de gas y se substituye por un elevado vacío mientras se mantiene la temperatura entre 120 y 140°C, hasta que el índice de acidez alcanza un valor inferior a la unidad, a partir de cuyo momento se procede a la eliminación del exceso de glicol por destilación,

45. pudiendo desarrollarse posteriormente una polimerización hasta alcanzar el grado de viscosidad deseado. - - - - -

Para eliminar del glicol por destilación pueden presentarse dos variantes, según sea el grado de viscosidad requerido para el producto resultante: si se desea un

50. poliéster de baja viscosidad se mantiene el vacío y se eleva la temperatura hasta 180°C hasta lograr la total destilación del glicol, una vez conseguida la cual se enfría la masa resultante, que es el poliéster de baja viscosidad (30-80 poises a 25°C). - - - - -

55. En su segunda variante, para la obtención de un poliéster viscoso, una vez eliminado totalmente el exceso de glicol en la forma expuesta en el párrafo anterior, se

265144



60. eleva la temperatura hasta 200-210°C manteniéndose ésta hasta alcanzar el grado de viscosidad deseado por desarrollarse en dicha fase una polimerización que permite obtener productos de hasta 1.000 poises y más de viscosidad, con excelente color e índice de acidez bajo inferior a dos unidades, una vez enfriado el producto. - - -

65. Con carácter potestativo se prevé que el catalizador empleado para las reacciones de esterificación y polimerización, ya explicadas, esté constituido por ácido sulfúrico o ácido fosfórico. - - - - -

70. En la preparación de policondensados lineales, según la Patente, deben distinguirse dos aspectos fundamentales: - - - - -

- 1).- Clase de productos reaccionantes.
- 2).- Obtención de los policondensados lineales.

75. En cuanto a los ácidos a emplear pueden ser todos los diácidos orgánicos saturados como oxálico, malónico, succínico, adípico, sebácico, ftálico, etc., en cuanto a los glicoles pueden ser cualesquiera tales como etilenglicol, dietilenglicol, trietilenglicol, propilenglicol, dipropilenglicol, 2,2dietil-1,3-propanoglicol, 2-etil-2-butil-1-3-propanodiol, 1-5-pentanodiol, 2-etil-1-3-exanodiol, 80. hexilenglicol, etc. - - - - -

85. A continuación, y a fin de facilitar la comprensión de las ideas precedentes, se describe una realización práctica desarrollada según la presente patente de introducción la cual, dado su fin primordialmente explicativo, deberá ser interpretada como desprovista de todo alcance limitati-

265144



vo respecto a la amplitud de la protección legal que se solicita. - - - - -

PREPARACION DE POLIESTER ADIPICO PROPILENGLICOL

- En un aparato de reacción se carga una cantidad conocida de ácido adípico y luego una cantidad tal de propilenglicol de forma que la proporción molar de ácido adípico a propilenglicol sea de 1:1,75. Se añade luego una cantidad de ácido sulfúrico o fosfórico que esté comprendida entre el 0,1-1 % de la suma de los pesos de ácido adípico y de propilenglicol. Una cantidad apropiada es la de 0,5 %. Se cierra el aparato y se inicia el calentamiento. A una temperatura de alrededor de 90°C se funde y disuelve el ácido adípico. En este momento se inicia el paso de una corriente de anhídrido carbónico que produce una atmósfera inerte y que arrastra el agua que se forma en la reacción de esterificación. La corriente de gas se lleva a un condensador en donde se recupera un condensado formado principalmente por agua que lleva disuelto un 10-15 % de glicol. De dicho condensado se puede recuperar este glicol para su empleo en otra operación. Se va aumentando lentamente la temperatura hasta que finalmente se mantiene entre 140-160°C. Al cabo de aproximadamente 4 horas de reacción el índice de acidez es de alrededor de a 60. Se enfría la masa reaccionante y se mantiene su temperatura a 120-140°C. Se corta la corriente de anhídrido carbónico, se cierra el orificio de entrada de dicho gas y se aplica vacío siendo necesario como mínimo alcanzar 50 mm. De esta forma avanza rápidamente la reacción de esterificación lo que se comprueba con determinaciones periódicas del índice
- 90.
- 95.
- 100.
- 105.
- 110.



2651443

115. de acidez. Al cabo de dos horas de trabajo en las condiciones indicadas el índice de acidez es inferior a la unidad. El condensado obtenido se junta con el anterior para la recuperación del propilenglicol. A continuación y manteniendo el vacío se eleva la temperatura a 180°C. El propilenglicol en exceso se destila siendo recogido en el condensador. Este propilenglicol es puro y puede emplearse directamente en otra operación. Cuando se observa que ha cesado la destilación se continúa aumentando la temperatura hasta alcanzar 200-210°C. Se mantiene ésta y se controla el aumento de viscosidad por determinaciones periódicas de la misma.
120. Transcurridas tres horas en estas condiciones el producto ha alcanzado una viscosidad de aproximadamente 350 poises a 25°C. Se enfría hasta una temperatura de 90°C por debajo de la cual puede ya eliminarse el vacío sin peligro de coloraciones. El preparado está listo para su envasado y uso. De esta forma se obtiene un poliéster de la indicada viscosidad, de color claro y con un índice de acidez inferior a 2 unidades. Continuando el tiempo de polimerización pueden obtenerse viscosidades superiores. - - - - -
125. La principal aplicación práctica de los policondensados (poliésteres) lineales saturados es como plastificantes para las diversas preparaciones a base de cloruro de polivinilo. En ciertos aspectos superan a los demás plastificantes. Se distinguen principalmente por su elevada acción plastificante y por su bajísima volatilidad y dificultad de extracción por agua, agua jabonosa y disolventes. Son marcadamente no migrantes. Todo ello hace prever que estos productos alcanzarán una notable aplicación en las industrias de plásticos. - - - - -
130. - - - - -
135. - - - - -
140. - - - - -

265144<sup>2</sup>



145. Habiendo efectuado la descripción que precede, debe hacerse constar que en la realización práctica de esta patente de introducción por 10 años, podrán aplicarse todas las variantes de detalle que la experiencia y la práctica puedan aconsejar, en cuanto a fases operativas y tratamientos adicionales, usos de aparatos, y demás circunstancias de orden accesorio, siempre que con ello no se desvirtúe su esencialidad, que es la que se resume y concreta en la primera de las reivindicaciones que siguen, ya sea considerada aisladamente, ya sea considerada junto con una o varias de las reivindicaciones restantes y sus combinaciones técnicamente posibles. - - - - -
- 150.
- 155.

N O T A

Se declaran de novedad y propiedad para España y todos sus territorios y plazas de soberanía, las siguientes:

160. REIVINDICACIONES

- 1.- Procedimiento de fabricación de policondensados lineales saturados, caracterizado porque partiendo de un ácido orgánico dibásico y un glicol como productos reaccionantes, y un catalizador en proporción comprendida entre 0,1 a 1%, se calienta la mezcla a una temperatura comprendida entre 140° y 160°C., inyectándose a través de la masa fluida una corriente de gas inerte, para la eliminación del agua de esterificación, hasta que el índice de acidez alcanza un valor inferior a 60, efectuándose a continuación un elevado vacío, mientras se mantiene la temperatura entre 120 y 140°C., hasta que el índice de acidez alcanza
- 165.
- 170.



175. un valor inferior a la unidad, eliminándose a continuación el exceso de glicol por destilación y desarrollándose una eventual posterior polimerización para alcanzar el grado de viscosidad requerido. - - - - -

180. 2.- Procedimiento de fabricación de policondensados lineales saturados, según la reivindicación anterior, caracterizado porque la eliminación del exceso de glicol se lleva a cabo manteniendo el vacío y elevando la temperatura de los productos reaccionantes y resultantes hasta 180°C., la cual se mantiene hasta alcanzar la total destilación del glicol, enfriando a continuación la masa resultante, que es un poliéster de baja viscosidad. - - - - -

185. 3.- Procedimiento f de fabricación de policondensados lineales saturados, según la primera reivindicación, caracterizado porque la eliminación del exceso de glicol se lleva a cabo manteniendo el vacío y elevando la temperatura de los productos reaccionantes y resultantes hasta 180°C, la cual se mantiene hasta alcanzar la total destilación del glicol, elevando a continuación la temperatura hasta un valor comprendido entre 200 y 210°C., y manteniéndose ésta hasta alcanzar el grado de viscosidad deseado, por llevarse a cabo una reacción de polimerización, alcanzado el cual se enfría la masa. - - - - -

195. 4.- Procedimiento de fabricación de policondensados lineales saturados, según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque como catalizador de las reacciones de esterificación y polimerización se emplea ácido sulfúrico. - - - - -

265.442



200. 5.- Procedimiento de fabricación de policondensados lineales saturados, según la primera reivindicación, caracterizado porque como catalizador de las reacciones de esterificación y polimerización se emplea ácido fosfórico. -

205. 6.- "PROCEDIMIENTO DE FABRICACION DE POLICONDENSADOS LINEALES SATURADOS". - - - - -

Todo ello conforme se describe y reivindica en la presente memoria que consta de nueve hojas foliadas y mecanografiadas por una sola de sus caras.

23 FEB 1961