

281105



- 6 NOV. 1962

281105

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud

de

1er. CERTIFICADO DE ADICION

formulada el 27 de Septiembre de 1962, con el Nº 281.105

en

E S P A Ñ A

a nombre de VEREINIGTE GLANZSTOFF-FABRIKEN A.G., entidad alemana, establecida en Glanzstoff-Haus, Wuppertal-Elberfeld, República Federal Alemana, por:

"MEJORAS INTRODUCIDAS EN EL OBJETO DE PATENTE PRINCIPAL" nº 273.029 exp. el 17 de enero de 1962, por: "Un procedimiento para descondensar tereftalato de polietileno a éster dimetilico del ácido tereftálico".

La patente principal describe un procedimiento para la descondensación de poli(tereftalato de etileno) a éster dimetilico del ácido tereftálico, según el cual, en primer lugar, se trata con vapor de agua recalentado, en un solo proceso de trabajo, poli(tereftalato de etileno), seguidamente se mezcla en forma finamente dividida con una cantidad de metanol de 2,5 a 5 veces mayor, y se introduce la mezcla para que reaccione en un recipiente a presión, a temperaturas de 300 a 400°C y a presiones de 80 a 140 atmósferas efectivas, y, por lo tanto, en condiciones en las que el metanol se encuentra en un estado hiperocrítico; después de una

281105



expansión con adición de calor, hasta la presión atmosférica o hasta una sobrepresión reducida, se liberan los productos de reacción de las sustancias sólidas o en forma de niebla, y se enfrían fraccionadamente. La reacción de descondensación de acuerdo con el procedimiento, se puede realizar, sin adición de catalizadores, con poli(tereftalato de etileno) puro o también con desperdicios de poli(tereftalato de etileno) en forma de hilado o de lana.

Los desechos textiles destinados a la descondensación del poli(tereftalato de etileno) están provistos frecuentemente debido a su fabricación, con aprestos o preparaciones oleosas. Se ha demostrado ahora que la composición química de estos aceites textiles, influyen en la reacción de descondensación de los desechos de poli(tereftalato de etileno). Efectivamente si los componentes de los aprestos o preparaciones contienen compuestos de ácidos tribásicos, especialmente los del ácido fosfórico, encontrándose especialmente compuestos de este tipo entre los aceites activos, antiestáticamente, se reduce considerablemente la velocidad de la reacción de descondensación según el procedimiento de la patente principal. La presencia de sustancias como éstas no actúa solamente retardando la reacción, sino que influye también en el rendimiento de tereftalato de dimetilo puro, el cual puede descender hasta valores por debajo del 50%. Como los componentes de los aceites para textiles que contienen compuestos de ácidos tribásicos, están muy fuertemente adheridos a la superficie de las fibras, e incluso en parte están infiltrados en el material de fibra, como es especialmente el caso cuando entre la fabricación del hilo y el tratamiento de los desechos transcurre un espacio de tiempo largo, un lavado de los desechos con agua caliente o disoluciones de detergentes antes de la utilización del procedimiento de descondensación lleva solo a un éxito pequeño, siendo, además, muy costoso.

281105



Se ha encontrado ahora que según el procedimiento de la pa-
tente principal se pueden descondensar también desechos textiles
del poli(tereftalato de etileno), que contienen aprestos o prepa-
raciones, en cuyos componentes están presentes compuestos de áci-
dos tribásicos, especialmente del ácido fosfórico, sin tener que
separar estos aceites para textiles antes de la reacción de descon-
densación, si al material de reacción se le añaden en cantidades
de 0,1 a 2%, compuestos de zinc que pueden ser puestos en suspen-
sión en metanol, especialmente óxido de zinc, carbonato de zinc
u otra sal de zinc de un ácido orgánico o inorgánico en forma fina-
mente dividida. Los catalizadores de óxido de zinc o de carbonato
de zinc anulan la actividad retardadora de los componentes de áci-
dos tribásicos presentes en los aceites para textiles, elevando
el rendimiento en tereftalato de dimetilo puro hasta valores del
90% aproximadamente. De la misma manera que el óxido de zinc y que
el carbonato de zinc, actúan también, por ejemplo, el nitrato de
zinc, el cromato de zinc, el fluoruro de zinc, o el salicilato de
zinc, en cantidades de 0,1 a 2% con relación al poli(tereftalato de
etileno) empleado.

Los compuestos de zinc se añaden al recinto de reacción, pre-
ferentemente, en forma de una suspensión en metanol. Esta suspen-
sión puede ser introducida en el recinto de reacción por separado,
pero es también posible preparar una suspensión en la que el poli-
(tereftalato de etileno) granulado y el catalizador de sal de zinc
están suspendidos uno junto a otro, y añadir esta suspensión al re-
cipiente de reacción. De aquí, que los catalizadores deban estar
en forma finamente dividida y deban poder ponerse en suspensión lo
más fácilmente y bien posible. Por esta razón, el polvo de zinc me-
tálico demuestra ser por sí mismo inadecuado como catalizador.

El siguiente ejemplo debe explicar con mayor detalle el proce-

281105-6



dimiento de acuerdo con la invención:

Ejemplo:

100 kilos de desechos de poli(tereftalato de etileno) que es
tán impurificados con un aceite textil que contiene un compuesto
5 de ácido fosfórico, se tratan en un tubo en contracorriente con va
por de agua recalentado y a una temperatura de unos 400°C. Se se
paran así por destilación con el vapor de agua los compuestos oleo
sos de los auxiliares textiles adheridos a los residuos, pero los
componentes que contienen ácido fosfórico se separan solo en una
10 proporción reducida. El poli(tereftalato de etileno) es calenta
do por el vapor de agua recalentado hasta por encima de su punto
de fusión, reuniéndose la masa fundida en la parte inferior del tu
bo. Se solidifica la masa fundida calentada a unos 280°. El poli
li(tereftalato de etileno) que se ha vuelto muy quebradizo median
15 te el tratamiento con vapor de agua, se muele después hasta un pol
vo de un tamaño de partícula de 0,025 a 0,1 mm de diámetro, en un
molino de tipo usual. Este polvo de polímero se mezcla con 0,5 ki
los de carbonato de zinc, y se agita la mezcla con 400 kilos de me
tanol, hasta obtener una suspensión finamente dividida. La suspen
20 sión se traslada con una bomba a un serpentín tubular de 8 metros
de longitud y 20 mm. de diámetro, calentado a 300°C. El caudal de
la suspensión se regula de manera que, en el espacio de una hora, en
tre en el espacio de reacción aproximadamente un kilo de polvo de
poli(tereftalato de etileno). El recipiente de reacción se ajusta
25 a una presión de 100-110 atmósferas efectivas. Los productos de
reacción se expanden a través de una válvula hasta la presión nor
mal, después de salir del recinto de reacción, y se introducen en
un separador que retiene los componentes sólidos y en forma de nie
bla. La temperatura del vapor se reduce a 210°C mediante un grupo
30 refrigerador, lo cual tiene como consecuencia que precipiten en for

281105

-6



ma líquida, principalmente, los tereftalatos de etileno oligóme-
ros, y que puedan separarse. Los materiales residuales en forma
de vapor se introducen, seguidamente, en un segundo grupo refrige-
rador que hace descender la temperatura del material hasta unos
5 65°C. De la mezcla líquida resultante de metanol-glicol se ob-
tiene, mediante separación por cristalización, un tereftalato de
dimetilo muy puro, en una cantidad de 85 kilos, que se separa por
centrifugación y se lava con metanol.

Esta solicitud que corresponde a la presentada en la Repú-
blica Federal Alemana, el 18 de octubre de 1961, bajo el N^o V
10 21478 IVb/12 o, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vi-
gente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

N O T A

15

Los puntos de invención propia y nueva, que se presentan pa-
ra que sean objeto de la presente solicitud de Certificado de Adi-
ción en España, son los siguientes:

1.- Mejoras introducidas en el objeto de la Patente princi-
20 pal, o sea en un procedimiento para la descondensación de poli(te-
reftalato de etileno) a éster dimetílico del ácido tereftálico,
caracterizadas porque al poli(tereftalato de etileno) se le aña-
den compuestos de zinc en forma finamente dividida, suspendibles
en metanol, especialmente óxido de zinc o sales de zinc de ácidos
25 orgánicos o inorgánicos, en una cantidad de 0,1 a 2% con relación
al poli(tereftalato de etileno) empleado.

2.- Mejoras según el punto 1, caracterizadas porque los
compuestos de zinc suspendibles en metanol, se introducen por se-
parado en el recinto de reacción, preferentemente, en forma de sus-
30 pensión en metanol.

28.105-6



3.- Mejoras según el punto 1, caracterizadas porque los compuestos de zinc suspendibles en metanol, se introducen en el recipiente de reacción, en mezcla con poli(tereftalato de etileno) y, preferentemente, en forma de una suspensión en metanol.

5 4.- Mejoras introducidas en el objeto de la Patente principal.

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

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

Madrid, = 6 NOV. 1962

P.A.

Alfredo de Elizaso
Por poder

EPG