



NOV. 30 1964 5586

P A T E N T E
D E
I N V E N C I O N

por "UN PROCEDIMIENTO PARA LA REGENERACION DEL TEREFTALATO DE POLIETILENO", a favor de la firma italiana MONTECATINI SOCIETA GENERALE PER L'INDUSTRIA MINERARIA E CHIMICA, domiciliada en Milan (Italia), Largo Guido Donegani 1-2.

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Este invento se refiere a un procedimiento para la regeneración del ftalato de polietileno a partir de los desechos de este polímero. Según la práctica anterior, los métodos para la preparación de polímero regenerado a partir de desechos de tereftalato de polietileno constan generalmente de varias etapas, tales como la demolición de los desechos poliméricos, la recuperación de los productos de

5.



= 2 =

30 55 86

la demolición (ácido tereftálico o ésteres glicólicos de este ácido), la purificación de estos productos y luego su uso para preparar tereftalato de polietileno.

5. Estas diversas etapas están ampliamente expuestas en la literatura de patentes; más particularmente, en la patente norteamericana Nº 3.037.050, de la Vereinigte Glanzstoff Fabriken, se describe un método para la alcoholisis con metanol de los desechos de tereftalato de polietileno, para recuperar tereftalato de dimetilo; en la patente 10. norteamericana Nº 3.037.048, de la Vereinigte Glanzstoff Fabriken, se describe un método para purificar el tereftalato de dimetilo obtenido por metanólisis de los desechos de tereftalato de polietileno; y en la patente italiana 15. Nº 580.463 se describe un procedimiento para regenerar el ácido tereftálico de los tereftalatos de polimetileno.

Objeto del invento que aquí se expone es un procedimiento que permite regenerar directamente tereftalato de polietileno a partir de los desechos de este polímero, sin etapas intermediarias.

20. En efecto, hemos descubierto sorprendentemente, y este es un objeto del invento aquí expuesto, que resulta posible obtener de los desechos de tereftalato de polietileno (en forma de hilos, hebras, telas, retazos, películas, masas compactas y similares) un polímero regenerado, que 25. por lo general tiene peso molecular superior al del polímero



= 3 =

30 5586

de los desechos de partida, si se funden los desechos y se los somete a un tratamiento con óxido de etileno en proporciones comprendidas entre 0,1 y 20% en peso con relación al copolímero.

5. El invento consiste en fundir el desecho, preferentemente bajo un gas inerte, y hacer burbujear a través de la masa fundida, por cierto tiempo y con agitación, óxido de etileno secado previamente; luego se aplica vacío para extraer los productos volátiles, si los hay, procedentes de la demolición del polímero y eliminar el óxido de etileno que no ha reaccionado; y por último se descarga el polímero y se le seca.

El procedimiento de acuerdo con este invento puede efectuarse de manera continua o por partidas.

15. El tereftalato de polietileno obtenido de los desechos de este polímero de acuerdo con el invento aquí expuesto tiene suficiente grado de pureza y puede usarse para preparar fibras, películas, artículos moldeados y similares. Tiene además características distintas de las de los desechos de partida; más particularmente, el polímero regenerado tiene peso molecular superior al del polímero de partida sometido a regeneración, mayor solubilidad en los disolventes (cresoles) y mayor presencia de unidades $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$ que los desechos de partida.



30 5586

En los detalles de la realización práctica de este invento caben diversas modificaciones y cambios sin salirse del espíritu ni del alcance del invento.

Los ejemplos que siguen ilustran el invento sin limitar su alcance.

EJEMPLO 1.

- En un matraz de tres tubuladuras y 500 cc de capacidad, provisto de agitador, tubo de admisión y válvula de descarga,
10. se introducen 100 g de tereftalato de polietileno en forma de películas cortadas y que tiene las características siguientes:
- viscosidad intrínseca $[\eta] = 0,60$ (medición en o-clorofenol a 25°C)
 - grupos $\text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-O-CH}_2\text{-CH}_2$: ninguno
15. - punto de fusión = 261°C.

Después de lavado repetido, alternando la aplicación de vacío con la aplicación de nitrógeno, se funde el polímero por medio de un baño de sales fundidas, a 280°C.

20. Cuando la masa se halla a punto de fusión, se inicia la agitación, se introduce por el tubo de admisión óxido de etileno secado sobre cal sodada y se le hace burbujear a través del polímero.

- Después de 25 minutos de burbujeo, se interrumpen la introducción de óxido de etileno y la agitación, se aplica
25. un destilador con condensador de reflujo y se coloca la insta-



= 5 =

lación bajo vacío (0,15 mm de Hg) durante 4 horas, a 280°C y bajo ligera corriente de nitrógeno.

Luego se descarga el polímero en estado de fusión.

El polímero presenta las características siguientes:

5. - viscosidad intrínseca $[\eta] = 0,80$
- punto de fusión = 257°C
- grupos $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$ = 4,5 grupos por 100 grupos alifáticos.

10. EJEMPLO 2.

En un matraz de tres tubuladuras y 500 cc de capacidad, provisto de agitador, tubo de admisión y válvula de descarga, se introducen 100 g de tereftalato de polietileno en forma de recortes de película y que tiene las características siguientes:

15. - viscosidad intrínseca $[\eta] = 0,49$
- punto de fusión = 254,5°C.

Después de lavados repetidos alternando la aplicación de vacío con la aplicación de nitrógeno, se funde el polímero por medio de un baño de sales fundidas, a 280°C.

20. Cuando la masa está a punto de fusión, se inicia la agitación, se introduce por el tubo de admisión óxido de etileno secado sobre cal sodada y se le hace burbujear a través del polímero fundido. Después de 25 minutos de burbujeo, se interrumpen la aportación de óxido de etileno

25. burbujeo, se interrumpen la aportación de óxido de etileno



= 6 =

y la agitación, se aplica un destilador con condensador de reflujo y se coloca la instalación en vacío (0,15 mm de Hg) durante 4 horas a 280°C y bajo ligera corriente de nitrógeno.

Luego se descarga el polímero en estado de fusión.

5. El polímero obtenido tiene las características siguientes:
- viscosidad intrínseca $[\eta] = 0,69$
 - punto de fusión = 256,5°C.

EJEMPLO 3.

10. En un matraz de tres tubuladuras y 500 cc de capacidad, provisto de agitador, tubo de admisión y válvula de descarga, se introducen 100 g de tereftalato de polietileno en forma de recortes de película y que tiene las características siguientes:

15. - viscosidad intrínseca $[\eta] = 0,54$.
- punto de fusión = 257,5°C.

Después de lavado repetido alternando la aplicación de vacío con la aplicación de nitrógeno, se funde el polímero por medio de un baño de sales fundidas, a 280°C.

20. Cuando la masa está a punto de fusión, se inicia la agitación, se introduce por el tubo de admisión óxido de etileno secado sobre cal sodada y se le hace burbujear a través del polímero fundido.

Después de 25 minutos de burbujeo, se interrumpen

25. la introducción de óxido de etileno y la agitación, se aplica



un destilador con condensador de reflujo y se coloca la instalación en vacío (0,15 mm de Hg) durante 4 horas a 280°C y bajo ligera corriente de nitrógeno.

Luego se descarga el polímero en estado de fusión.

5. El polímero obtenido tiene las características siguientes:

- viscosidad intrínseca $[\eta] = 0,79$
- punto de fusión = 259°C.

10. EJEMPLO 4.

En un matraz de tres tubuladuras y 500 cc de capacidad, provisto de agitador, tubo de admisión y válvula de descarga, se introducen 100 g de tereftalato de polietileno en forma de recortes de película y que tiene las características siguientes:

- 15.
- viscosidad intrínseca $[\eta] = 0,55$
 - punto de fusión = 261°C.

Después de lavados repetidos alternando la aplicación de vacío con la aplicación de nitrógeno, se funde el polímero por medio de un baño de sales fundidas, a 280°C.

20.

Cuando la masa está a punto de fusión, se inicia la agitación, se introduce por el tubo de admisión óxido de etileno secado sobre cal sodada y se le hace burbujear a través del polímero fundido.



Después de 25 minutos de burbujeo, se interrumpen la aportación de óxido de etileno y la agitación, se aplica un destilador con condensador de reflujo y se coloca la instalación en vacío (0,15 mm de Hg) durante 4 horas, a 280°C y con 5. ligera corriente de nitrógeno.

Se descarga el polímero en estado de fusión.

El polímero obtenido tiene las características siguientes:

- viscosidad intrínseca $[\eta] = 0,69$
- 10. - punto de fusión = 260°C.

EJEMPLO 5.

En un matraz de tres tubuladuras y 500 cc de capacidad, provisto de agitador, tubo de admisión y válvula de descarga, 15. se introducen 100 g de tereftalato de polietileno en forma de recortes de película y que tiene las características siguientes:

- viscosidad intrínseca $[\eta] = 0,48$
 - punto de fusión = 263°C.
20. Después de lavados repetidos alternando la aplicación de vacío con la aplicación de nitrógeno, se funde el polímero por medio de un baño de sales fundidas, a 280°C.

Cuando la masa está fundiéndose, se inicia la agitación, se introduce por el tubo de admisión óxido de etileno secado sobre cal sodada y se le hace burbujear a través 25.



30 5-23

del polímero fundido.

- Después de 25 minutos de burbujeo, se interrumpe la aportación de óxido de etileno y se detiene la agitación, se aplica un destilador con condensador de reflujo y se
5. coloca la instalación en vacío (0,15 mm de Hg) durante 4 horas, a 280°C y con ligera corriente de nitrógeno.

Luego se descarga el polímero en estado de fusión.

El polímero obtenido tiene las características siguientes:

10. - viscosidad intrínseca = 0,57
- punto de fusión = 251°C.

= 10 =



3 37 86

N O T A

Descrito el invento se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones, con prioridad de la demanda de patente italiana Nº 23.101/63 del 12 de noviembre de 1.963.

5. 1. Un procedimiento para la regeneración del tereftalato de polietileno, a partir de desechos de este polímero, procedimiento que se caracteriza por fundirse los desechos y hacerse burbujear óxido de etileno a través de la masa fundida.
10. 2. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que se usa óxido de etileno en cantidades entre 0,1 y 20% en peso con relación al poliéster.
15. 3. Un procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 y 2, en el que la reacción se efectúa bajo un gas inerte.
20. 4. Un procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1, 2 y 3, en el que el óxido de etileno se seca antes de usarlo.



30 55 86

5. Un procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones que preceden, caracterizado por la presencia en la cadena polimérica de los polímeros obtenidos de unidades $-CH_2-CH_2-O-CH_2-CH_2-$ en cantidad superior a la del polímero de partida.

6. Un procedimiento para la regeneración del tereftalato de polietileno.

10. Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 11 páginas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 2 NOV. 1984

p. a.

JAIME ISERN

b. p.