

336902

P- 34.279

Pos VGF 1274



336902

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud
de

PATENTE DE INVENCION

formulada el 16 de Febrero de 1.967, con el núm. 336.902

en

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de GLANZSTOFF AG, entidad alemana establecida en
Wuppertal-Elberfeld, República Federal Alemana por:

"PROCEDIMIENTO PARA LA ELABORACION DE GLICOLIS QUE ESTÁN
IMPURIFICADOS POR PRODUCTOS DE OXIDACION".

La fabricación de poliésteres, especialmente de
poli(tereftalato de etileno) se ejecuta de manera de por sí
conocida a altas temperaturas, por transesterificación del
tereftalato de dialcohol y glicol, y subsiguientemente por
5 policondensación del tereftalato de bis-hidroxicohilo re-
sultante en la primera etapa.

Aquí resultan como subproducto grandes cantidades
de glicol, que son desdobladas en la etapa de policonden-
sación. Para realizar de manera económica el procedimiento de
10 fabricación, el glicol es nuevamente recuperado, purificado



y conducido de nuevo al procedimiento. En un procedimiento activo de purificación se deben eliminar no solo las decoloraciones del glicol sino también sus productos de oxidación, por ejemplo aldehidos, oxiácidos etc.

Ya se propuso purificar el glicol calentando bajo agitación hasta 70-130°C en presencia de una monimorillonita pulverulenta digerida con acidos minerales, con la composición de 50-75% de SiO_2 , 10-23% de Al_2O_3 , 2-7% de Fe_2O_3 , 1-5% de MgO , 0,5-4% de CaO y 0,2-1,5% de $\text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O}$. o de una hectorita activada con ácidos con la composición de 50-75% de SiO_2 , 0,3-1,5% de Al_2O_3 , 0,3-2,5% de Fe_2O_3 , 0,2-5,5% de CaO y 10-30% de MgO , y se separa por filtración el glicol de los materiales sólidos. Este procedimiento conduce a una eliminación lo más amplia posible de los productos de oxidación. Así, se comprueba que el contenido de aldehido, al cual se ha de considerar como medida de la impurificación, es disminuído hasta por debajo de 50 ppm. Un glicol purificado de esta manera puede ser empleado sin dificultades de nuevo para la fabricación de poli(tereftalato de etileno).

Aunque este procedimiento conduce a muy buenos resultados podría considerarse como desventaja que para su realización se deben utilizar instalaciones especiales, por ejemplo reactores con agitación susceptibles de ser caldeados.

Ya que la purificación industrial tenía lugar primeramente por destilación y por ello existen instalaciones correspondientes, sería deseable poder realizar una elaboración mejorada de los glicoles en dispositivos existentes.

Se ha encontrado ahora, que se puede purificar glicoles, que están impurificados por productos de oxidación, por tratamiento con montmorillonita pulverulenta digerida con

336902



ácidos minerales, con la composición de 50-75% de SiO₂
10-23% de Al₂O₃, 2-7% de Fe₂O₃, 1-5% de MgO, 0,5-4% de CaO
y 0,2-1,5% de Na₂O + K₂O ó hectorita activada con ácido,
con la composición de 50-75% de SiO₂, 0,3-1,5% de Al₂O₃,
5 0,3-2,5% de Fe₂O₃, 0,2-5,5% de CaO, y 10-30% de MgO, des-
tilando el glicol impurificado, después de añadir agua en
una cantidad de aproximadamente 1:10 a 1:50 (agua:glicol) a una
presión disminuída de 200-250 torr, hasta que se haya eli-
minado ampliamente el agua, y terminando la destilación en va-
cío subsiguientemente añadiendo 0,2 a 0,3% en peso de montmo-
rillonita o hectorita (referido a la cantidad empleada de gli-
col) a la presión disminuída de 10-100 torr.

El procedimiento es explicado con ayuda de un ejem-
plo; En una columna de destilación puesta bajo vacío se intro-
ducen por aspiración 30000 litros de glicol impurificado y
15 3000 litros de agua. Entonces se destila bajo presión dismi-
nuída de 250 torr, hasta que prácticamente ya no se separa na-
da más de agua. Entonces se introducen en la columna de desti-
lación 75 kg (correspondiente a 0,26% en peso) de una montmo-
rillonita activada con ácido, que se encuentra en el mercado
bajo el nombre comercial "Tonsil L 80" de la firma Südchemie
AG, Munich, mezclada empastada con 200 litros de glicol, y se
termina la destilación en vacío bajo presión disminuída de
20 50 torr a una temperatura de aproximadamente 150°C. El glicol
que se separa por destilación muestra un contenido de aldehi-
do de solo 0,0001 a 0,002%, mientras que el contenido de alde-
hido del glicol empleado era de 0,0038%.

La presente solicitud que corresponde a la presentada
en La República Federal Alemana, el 16 de Abril de 1.966, ba-
jo el núm. V-30.864 IVb/120 se acoge a los beneficios del artí-
30

336902



culo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

N O T A

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

1.- Procedimiento para la elaboración de glicoles que están impurificados por productos de oxidación, por tratamiento con una montmorillonita pulverulenta digerida con ácidos minerales con la composición de 50-75% de SiO_2 , 10-23% de Al_2O_3 , 2-7% de Fe_2O_3 , 1-5% de MgO , 0,5-4% de CaO y 0,2-1,5% de $\text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O}$, o con hectorita activada con ácido con la composición de 50-75% de SiO_2 , de SiO_2 , 0,3-1,5% de Al_2O_3 , 0,3-2,5% de Fe_2O_3 , 0,2-5,5% de CaO , 10-30% de MgO , caracterizado porque se destila el glicol impurificado después de añadir agua en una cantidad de aproximadamente 1:10 a 1:50 (agua:glicol) a 200-250 torr, hasta que se haya eliminado ampliamente el agua, y se termina la destilación en vacío subsiguientemente con adición de 0,2 a 0,3% en peso de una montmorillonita digerida con ácidos minerales pulverulenta, con la composición de 50-75% de SiO_2 , 10-23% de Al_2O_3 , 2-7% de Fe_2O_3 , 1-5% de MgO , 0,5-4% de CaO y 0,2-1,5% de $\text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O}$, o de hectorita activada con ácido con la composición de 50-75% de SiO_2 , 0,3-1,5% de Al_2O_3 , 0,3-2,5% de Fe_2O_3 , 0,2-5,5% de CaO , 10-30% de MgO (referido a la cantidad empleada de glicol) bajo la presión disminuída de 10-100 torr.

336902



2.- Procedimiento para la elaboración de glicoles que están impurificados por productos de oxidación.

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

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

Madrid,

2 MAR 1967

P.A.

Alberto de Elzabur

336902