

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I. P. C.
CLASE C07 C08
SUBCLASE C K



370800

PATENTE DE INVENCION
=====

por "Procedimiento para la fabricación de aditivos para polímeros orgánicos".

a favor de PRIMMA, S.A., domiciliada en Barcelona, Paseo de Gracia, 56.

=====

MEMORIA DESCRIPTIVA

El objeto de la presente solicitud de patente de invención es un procedimiento para obtener aditivos para polímeros orgánicos.

Entre los productos aditivos para polímeros orgánicos y sus procedimientos de fabricación destaca el empleo de los ésteres del ácido ftálico que parten del anhídrido ftálico como materia prima y de diferentes tipos de alcoholes para formar el éster. El uso mas importante de estos ésteres, es dar plasticidad a los polímeros orgánicos.

El inconveniente de estos ésteres en su aplicación, es su facil descomposición química, su gran solubilidad en toda clase de disolventes orgánicos y en algunos casos su volatibilidad. Debido a estos defectos, los productos manufacturados con estos



aditivos, sufren un envejecimiento mas o menos rápido según la aplicación del producto manufacturado que después queda inservible.

Los productos fabricados por el procedimiento cuya patente de invención se solicita, no presentan los defectos de inestabilidad química de los ésteres al tratarse de ésteres de fenoles clorados con grupos alifáticos, cicloalifáticos o aromáticos.

Los ésteres de fenoles clorados no se descomponen por reacción con medios ácidos o alcalinos en presencia de agua como suele ocurrir con los ésteres.

La solubilidad de estos ésteres de fenoles clorados se puede regular y limitar según requiera el uso del producto de plástico manufacturado, cambiando el grupo radical que forma el éster o según sea el diéter.

Para obtener estos ésteres de fenoles clorados se parte del hexaclorobenceno o pentaclorobenceno haciéndoles reaccionar con alcoholes en presencia de hidróxidos alcalinos o terroalcalinos.

El hexaclorobenceno o pentaclorobenceno se tritura junto con la cantidad equivalente de materia alcalina en un exceso del alcohol cuyo grupo etéreo se desea obtener. Para conseguir una máxima finura de partículas se usará un molino de bolas o triturador mecánico de máxima eficiencia.

La suspensión así obtenida, se cargará en un reactor con agitación muy intensa. La calefacción del reactor se regulará según la temperatura necesaria para conseguir una buena reacción y que suele ser entre 150 y 250°. Como que los alcoholes de reacción pueden tener un punto de ebullición inferior a las temperaturas indicadas, el reactor tendrá que ser, en aquellos casos en que la temperatura de ebullición del alcohol sea inferior, un



autoclave de presión.

La reacción de esterificación también se puede realizar de manera continua y a cualquier presión y temperatura idóneas al tipo de alcohol empleado introduciendo la mezcla en suspensión de los tres citados productos, por medio de una bomba dosificadora, en un reactor tubular equipado con agitador y envolvente de calefacción y valvula automática de descarga y mantenimiento de presión.

El producto de reacción obtenido de manera continua o discontinua con los aparatos arriba indicados, contiene el éter disuelto en el exceso de alcohol de reacción mas el cloruro correspondiente al tipo de álcali que se usó, que puede ser sosa o potasa o cal viva. El producto de reacción se filtra o lava con agua para eliminar los cloruros, después se recupera el exceso de alcohol por destilación normal o en vacío según sea el punto de ebullición del alcohol. Después de esta destilación se obtiene como residuo el éter fenólico de la reacción que se puede usar tal cual o bien purificar con decolorante o bien destilar en alto vacío.

Los éteres de los tetra o pentaclorofenoles obtenidos, son productos cristalizados con puntos de fusión inferior a 100° o bien productos líquidos; estas características fisicoquímicas dependen esencialmente del radical orgánico formado por parte del alcohol de reacción con el grupo clorofenólico.

Asimismo este radical influye muy especialmente en la actividad y propiedad que pueda dar el producto como aditivo de materias polimerizadas.

Mientras que la adición de un pentaclorofenol-isopropil-eter al cloruro de polivinilo duro puede servir en pequeñas cantidades como lubricante para la extrusión, el mismo producto en



mayor cantidad aumentará la dureza del cloruro de polivinilo.

El pentaclorofenolisooctileter que forma un líquido oleoso incoloro de punto de ebullición de 280° a 30 Torr, química y térmicamente muy estable, es un aditivo de propiedades interesantes para la mayoría de polímeros duros ya que les proporciona, incorporado en pequeñas cantidades, una mayor flexibilidad sin disminución de dureza y en cantidades superiores de 20 a 40% un efecto plastificante.

EJEMPLOS

10 1º. 285 Kgs. de hexaclorobenceno técnico puro molido se introducen junto de 42 kgs. de sosa en escamas y 1.000 litros de alcohol isopropílico en un molino de bolas. La trituración se considerará suficiente al obtener una suspensión finísima y estable que será diluida en una caldera con agitador añadiendo 15 1.000 litros de alcohol isopropílico y esta suspensión se inyectará con una bomba dosificadora en un sistema de autoclaves tubulares previstos con agitación y envolvente de calefacción. La temperatura de los autoclaves se mantendrá entre 190 y 200° con una presión interior de 35 a 40 atmósferas. La mezcla suspensión 20 pasará por los autoclaves en un tiempo de 10 a 20 minutos descargándose continuamente por medio de una válvula automática. El producto de reacción descargado por la válvula pasa a una caldera con agitador donde destila el alcohol enfriándose al mismo tiempo el producto. El proceso continuo se dirigirá de tal forma que no destile totalmente el exceso de alcohol para obtener un 25 líquido caliente y de baja viscosidad que permita separar por filtración el cloruro de sosa formado y las trazas de hexaclorobenceno que no haya reaccionado. El producto de reacción disuelto en el exceso de alcohol isopropílico pasa a un cristallizador 30 obteniéndose 250 Kgs. de pentaclorofenolisopropileter. Las aguas madres separadas del producto cristalizado, se concentran desti-



28

lando totalmente el exceso de alcohol isopropílico. El residuo obtenido que son 32 Kgs. del mismo éter, solidifica.

2º. 285 Kgs. de hexaclorobenceno de trituración impalpable y 42 Kg. de sosa en escamas, se disuelven en 600 litros de alcohol isooctílico cargado todo en una caldera con agitador centrífugo rápido triturador; la caldera con camisa de calefacción, estará equipada con una columna fraccionadora y deflegmador. Se calienta lentamente hasta 150º en que se inicia la reacción y aumentando hasta la temperatura de ebullición del alcohol se consigue así una reacción completa del hexaclorobenceno con el alcohol isooctílico formándose pentaclorofenolisooctileter. El producto de reacción se filtra para separar el cloruro sódico formado y a continuación se destila en vacío el alcohol isooctílico que hay en exceso, quedando como residuo 355 Kgs. de un aceite que es el pentaclorofenolisooctileter.

3º. 249 Kgs. de pentaclorobenceno se trituran junto con 42 Kgs. de sosa en escamas y 500 Kgs. de ciclohexanol en un molino de bolas para obtener una finísima suspensión que se pasa a una caldera de reacción con agitador rápido, columna fraccionadora y deflegmador y calefacción. Se calienta la mezcla a ebullición durante 5 horas hasta comprobar de haberse consumido totalmente la sosa de reacción. Después de enfriar el producto de reacción, se filtra para separar el cloruro sódico, después se destila el exceso del ciclohexanol recuperando 385 Kilos; el residuo de la destilación se trata con carbón activo y se filtra en caliente; el aceite obtenido solidifica a 25º y es el tetraclorofenolciclohexanoleter.

4º. 31 Kgs. de pentaclorofenolisopropileter se mezclan con 5 Kgs. de potasa escamas y 50 lts. de isooctilalcohol; después de obtener una finísima dispersión de la potasa se pasa todo a



una caldera con agitación rápida y calefacción y columna de re-
 flujo con deflegmador, calentandose varias horas a una tempera-
 tura de 150 a 170° hasta consumir totalmente la potasa. El pro-
 ducto de la reacción se filtra para separar el cloruro potásico,
 5 después se destila en vacío el exceso de alcohol isooctílico ob-
 teniendose como residuo, un aceite transparente incoloro que es
 el tetraclorohidrochinonisopropilisoctildieter.

En la ejecución practica del objeto de la presente pa-
 tente podrán variar cuantos detalles de montaje y manipulativos
 10 no afecten cambiándola o modificandola a su propia esencialidad.

N O T A
 =====

Se reivindica como objeto de la presente patente de
 invención:

15 1ª.- Procedimiento para la fabricación de aditivos para
 polímeros orgánicos, caracterizado por la reacción de hexacloro-
 benceno o pentaclorobenceno con productos alcalinos en suspensión
 de alcoholes para formar éteres de clorofenoles.

20 2ª.- Procedimiento para la fabricación de aditivos para
 polímeros orgánicos según la reivindicación 1ª, llevando a cabo
 la reacción de manera discontinua ya sea en una caldera de reac-
 ción o en un autoclave.

3ª.- Procedimiento para la fabricación de aditivos para
 polímeros orgánicos según la reivindicación 1ª, de manera conti-



nua haciendo pasar las mezclas de reacción, por un sistema de autoclaves tubulares con o sin agitación interior, inyectando los productos con bomba dosificadora y descarga continua por válvula automática.

5 4º.- Procedimiento para la fabricación de aditivos para polimeros orgánicos, según 1) y 2) o según 1) y 3), llevando a cabo la reacción del hexaclorobenceno o pentaclorobenceno con uno o dos moles de materia alcalina para obtener en una o dos etapas los mono o diéteres de uno o de diferentes radicales por reacción con los correspondientes alcoholes.

10

5º.- PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE ADITIVOS PARA POLIMEROS ORGANICOS.

Consta la presente memoria de siete hojas foliadas y mecanografiadas por una sola cara.

15

Barcelona, 28 de Julio de 1969

PRIMMA, S.A.

p/a.

