



SECCION TECNICA
CLASIFICACION I. P. C.
CLASE <u>C08</u>
SUBCLASE <u>G</u>

377694

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

por VEINTE años

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

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

entidad de nacionalidad española, domiciliada en Barcelona, Paseo de Sta. Coloma, núm. 27, relativa a:

"PERFECCIONAMIENTOS EN UN PROCEDIMIENTO DE FABRICACION DE POLICONDENSADOS LINEALES SATURADOS".

POOR
QUALITY



MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere, conforme se indica en su enunciado, a unos perfeccionamientos en un procedimiento de fabricación de policondensados lineales saturados. - - - - -

5.

De acuerdo con la invención reivindicada en la patente nº 265.144, concedida a favor de la misma solicitante, se han estudiado unas mejoras en el procedimiento de fabricación de policondensados lineales (poliésteres), con el fin de lograr una mejora en las propiedades técnicas de dichos plastificantes particularmente en lo que hace referencia a la resistencia al frío de los mismos y por otra lograr una economía en la fabricación de los plastificantes resultantes. - - - - -

10.

15.

Para lograr la mejora técnica de los plastificantes se ha ampliado la gama de productos reaccionantes que pasan a ser ahora un ácido, orgánico dibásico, un glicol y un mono alcohol con la particularidad de que éste se añade a la mezcla reaccionante una vez avanzada ya en cierto grado

X

20.

la reacción entre los dos primeros productos a fin de evitar la combinación directa del ácido orgánico dibásico y el mono alcohol lo cual daría lugar a la presencia de un plastificante no poliéster con gran detrimento de las propiedades del producto final. Por ejemplo, la reacción simultánea de

25.

ácido adípico, propilenglicol y octanol daría lugar a la pre-



sencia de adipato de dioctilo material de tipo no poliester y por lo tanto sin las propiedades características correspondientes. - - - - -

5. Así, en resumen, el procedimiento se caracteriza esencialmente por llevarse a cabo una reacción inicial entre el ácido dibásico y el glicol y una vez esta reacción alcanza cierto grado se añade el monoalcohol con lo cual las cadenas inicialmente formadas se terminan con el monoalcohol en cuestión. - - - - -

10. Para lograr una economía en la fabricación se ha añadido al aparato de reacción un condensador a reflujo cuyo serpentín interior va calefaccionado con vapor de manera que dicho condensador deja pasar el agua que se produce en la esterificación pero en cambio condensa y retorna al aparato de reacción los productos reaccionantes. De esta forma se evita el uso de un notable exceso de los mismos.-

15. Para facilitar al máximo la reacción se utiliza un catalizador ácido, la elevación de temperatura y la inyección de un gas inerte (anhídrido carbónico o nitrógeno) para facilitar la eliminación del agua formada en la reacción y también la utilización de vacío. - - - - -

20. Según una realización preferente del procedimiento objeto de la invención, ésta se caracteriza, esencialmente, porque partiendo de un ácido orgánico dibásico y un glicol como productos reaccionantes, en presencia de un catalizador ácido, se calienta la mezcla, en un aparato equipado con un condensador a reflujo calefaccionado con vapor, a una temperatura comprendida entre 140-160°C. eliminándose el agua de esterificación con ayuda de una corriente de

25.



7

gas inerte. Cuando el índice de acidez de la masa fluída es de alrededor de 60 se añade a la mezcla un mono alcohol y se continúa la reacción de esterificación hasta índice de acidez alrededor de 20 alcanzado el cual se sustituye el gas inerte por un elevado vacío aumentándose la temperatura gradualmente hasta 220-230°C. con lo cual tiene lugar simultáneamente un proceso de polimerización, continuándose la reacción hasta que el índice de acidez es inferior a 2. Alcanzado este punto se corta el vapor que se introduce en el condensador de reflujo y se mantienen el vacío y la temperatura durante una hora con lo cual se eliminan las últimas trazas de humedad y el pequeño exceso de productos reaccionantes volátiles, glicol y mono alcohol. - - - - -

En la preparación de policondensados (poliesteres) lineales, según la invención deben distinguirse los siguientes aspectos fundamentales: - - - - -

- 1) Clase de productos reaccionantes:
 - a) En cuanto a los ácidos pueden ser todos los diácidos orgánicos saturados como succínico, adípico, azelaico, sebácico, ftálico, etc. y sus mezclas.-
 - b) En cuanto a los glicoles pueden ser cualesquieran tales como etilenglicol, dietilenglicol, propilenglicol, dipropilenglicol, etc. y sus mezclas. - - - - -
 - c) En cuanto a los monoalcoholes pueden ser todos los orgánicos con cadena a partir de cuatro carbonos como butanol, hexanol, 2-etil hexanol, alcohol decílico, etc. - - - - -



2) Catalizadores:

Pueden ser usados, en la proporción de 0,1-1%, ácido sulfúrico o fosfórico. - - - - -

3) Adición de los productos reaccionantes:

5. Es específico del procedimiento la reacción previa hasta un cierto grado entre el diácido y el glicol y la adición posterior del monoalcohol. - - - - -

4) Condiciones operatorias:

10. Es específico del procedimiento el uso de un aparato con un condensador de reflujo calefaccionado con vapor, de agitación, de temperatura hasta 230°C, de gas inerte y de vacío. - - - - -

Para facilitar la comprensión de las ideas precedentes, se describe una realización práctica desarrollada según la presente invención la cual, dado su fin primordialmente explicativo, deberá ser interpretada como desprovista de todo alcance limitativo respecto a la amplitud de la protección legal que se solicita. - - - - -

15.

EJEMPLO:

20. Preparación de poliéster adípico-ftálico-propilenglicol-octanol. - En un aparato de reacción provisto de un condensador a reflujo calefaccionado con vapor se cargan 300 kgs. de ácido adípico, 100 kgs. de anhídrido ftálico y 209 kgs. de 1-2-propilenglicol. 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 ácidos y de propilenglicol. Se cierra el aparato y se inicia el calentamiento del mismo, así como el paso de vapor por el condensador. A la tempera-

25.



- tura de alrededor de 90°C se funden y disuelven los ácidos, iniciándose en este momento el paso de una corriente de anhídrido carbónico que produce una atmósfera inerte que arrastra el agua que se forma en la reacción de esterificación. Se va aumentando la temperatura hasta que finalmente se mantiene entre 140-160°C. Cuando el índice de acidez de la mezcla es de alrededor de 60 se añaden 165 kgs de octanol y se continúa la reacción de esterificación hasta lograr un índice de acidez de alrededor de 20 alcanzado el cual se sustituye el gas inerte por un elevado vacío aumentándose la temperatura gradualmente hasta 220-230°C y continuándose el proceso hasta que el índice de acidez es inferior a 2. En este momento, se corta el vapor del condensador de reflujo y se mantienen el vacío y la temperatura durante una hora, con lo cual se eliminan las últimas trazas de humedad y el pequeño exceso de productos reaccionantes volátiles, propilenglicol y octanol. A continuación se enfría la masa a una temperatura inferior a 90°C, se elimina el vacío y se envasa el producto previa filtración del mismo. De esta forma, se obtiene un poliéster lineal saturado con un peso específico de 1,09 a 20°C, una viscosidad a dicha temperatura de 15-20 poises, un índice de acidez inferior a 2 y un índice de hidroxilo 10-15. - - - - -
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
25. Como se indicó en la patente nº 265.144, la principal es aplicación de los policondensados (poliesteres) lineales saturados es como plastificantes para el cloruro de polivinilo. Además de las propiedades allí indicadas, los modificados con monoalcoholes dan al cloruro de polivinilo



buena resistencia al frío. - - - - -

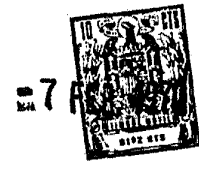
- Habiendo efectuado la descripción que precede, debe hacerse constar que en la realización práctica de esta Patente podrán aplicarse todas las variantes de detalle que la experiencia y la práctica puedan aconsejar en cuanto a
5. fases operatorias y tratamientos adicionales, usos de aparatos y demás circunstancias de orden accesorio, siempre que con ello no se desvirtúe su esencialidad, que es la que resume y concreta en la primera de las reivindicaciones
10. que siguen. - - - - -

N O T A

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

R E I V I N D I C A C I O N E S

15. 1.- Perfeccionamientos en un procedimiento de fabricación de policondensados lineales saturados, caracterizados porque primero se realiza una reacción parcial entre un ácido orgánico dibásico y un glicol a cuya mezcla, cuando ha alcanzado determinado grado de reacción, se le añade un
20. monoalcohol a fin de lograr cadenas de terminales alcohólicas. - - - - -
25. 2.- Perfeccionamientos en un procedimiento de fabricación de policondensados lineales según la anterior reivindicación, caracterizados porque se usa un aparato de reacción equipado con un condensador a reflujo cuyo fluido condensante circulante es vapor de agua y equipado



además con agitador, sistema de inyección de gases inertes, sistema de vacío y sistema de calefacción. - - - - -

- 5. 3.- Perfeccionamientos en un procedimiento de fabricación de policondensados lineales saturados según la reivindicación 1, caracterizados porque partiendo de un ácido orgánico dibásico (o de una mezcla de los mismos) 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 140-160°C
- 10. 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 de 60 momento en que se añade a la mezcla reaccionante un monoalcohol, continuándose la reacción de esterificación
- 15. hasta un índice de acidez de 20, efectuándose a continuación un elevado vacío y aumentándose la temperatura hasta 220-230°C. manteniéndose la misma hasta que el índice de acidez sea inferior a 2, eliminándose a continuación el exceso de glicol y monoalcohol por destilación. - - - - -

20. 4.- Perfeccionamientos en un procedimiento de fabricación de policondensados lineales, según la reivindicación 1, caracterizados porque como catalizador se emplea ácido sulfúrico. - - - - -

25. 5.- Perfeccionamientos en un procedimiento de fabricación de policondensados lineales saturados, según la reivindicación 1, caracterizados porque como catalizador se emplea ácido fosfórico. - - - - -

6.- "PERFECCIONAMIENTOS EN UN PROCEDIMIENTO DE FABRICACION DE POLICONDEMSADOS LINEALES SATURADOS". - - - - -

27



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.

BARCELONA, - 7 MAR, 1970
P. A. M. CURELL SUÑOL