

409310

20



P.- 52.730  
L4/GFC-S-L/DM A

Int. Cl.<sup>2</sup>: C07C

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar PATENTE DE INTRODUCCION por DIEZ años

A nombre de EASTMAN KODAK COMPANY

entidad norteamericana

con domicilio en 343 State Street, Rochester, Nueva York,  
Estados Unidos de América.

por: "UN METODO DE MEJORAR LA ESTABILIDAD DE LOS ESTERES,  
TEREFTALATO DE DIALCOHILO, ISOFTALATO DE DIALCOHILO  
O FTALATO DE DIALCOHILO FUNDIDOS"

(Clase Internacional C07c)

15-12-72

- 1 -

409310



5 Esta invención se refiere a ésteres orgánicos estabilizados exentos de átomos de hidrógeno ácidos, que tienen una estabilidad de color mucho mayor cuando se someten a una exposición relativamente prolongada a temperaturas elevadas, tal como se encontrarían durante su almacenamiento y uso.

10 Según la invención, se proporciona un éster orgánico exento de átomos de hidrógeno ácidos, que tiene una mayor estabilidad de color por incorporación en el mismo de (A) átomos de metal alcalino proporcionados por al menos un carboxilato de metal alcalino que tiene de 2 a 18 átomos de carbono, o alcóxido de metal alcalino que tiene de 1 a 6 átomos de carbono, y (B) átomos de fósforo proporcionados por ácido fosforoso.

15 Los ésteres orgánicos a los que se refiere la invención incluyen en general ésteres alifáticos de ácidos carboxílicos aromáticos, ésteres alifáticos de ácidos carboxílicos alifáticos, y glicéridos grasos. Estos ésteres tienen generalmente pesos moleculares inferiores a 1000 y no son polímeros. Algunos ejemplos de estos ésteres orgánicos son el tereftalato de dimetilo, ftalato de dioctilo, benzoato de etilo, monolaurato de glicerilo, triestearato de glicerilo, monopalmitato de glicerilo, acetato de etilo, diacetato de etileno, adipato de dimetilo, propionato de butilo, sebacato de dibuti-

20  
25



lo, estearato de octilo, succinato de di-isopropilo, y similares. Son ésteres especialmente preferidos los tereftalatos de dialcoholo, iseftalatos de dialcoholo y ftalatos de dialcoholo en los que los grupos de alcoholo tienen de 1 a 10 átomos de carbono.

5

Los átomos de metal alcalino que son útiles en la combinación estabilizante del color de esta invención incluyen el potasio, sodio, litio y cesio. Como se ha indicado anteriormente, estos átomos de metal alcalino son proporcionados por carboxilatos de metal alcalino que tienen de 2 a 18 átomos de carbono, o alcóxidos de metal alcalino que tienen de 1 a 6 átomos de carbono. Los carboxilatos de metal alcalino pueden incluir las sales derivadas de ácidos mono- o dicarboxílicos alifáticos o aromáticos. Algunos ejemplos de estas sales incluyen el acetato de potasio, estearato de potasio, estearato de sodio, propionato de cesio, benzoato de litio, laurato de potasio, adipato de potasio, oxalato de potasio, oxalato de sodio y similares. Los alcóxidos de metal alcalino están ilustrados por el butóxido de litio, propóxido de cesio, metóxido de sodio, isopropóxido de potasio, y similares.

10

15

20

Las proporciones que pueden usarse de cada estabilizante dependen del grado deseado de estabilidad del color. En general, pueden emplearse de aproxima-

25

409310



20 1972

damente 0,25 a aproximadamente 200 p.p.m. en peso de los átomos de metal alcalino, y aproximadamente 0,1 a aproximadamente 160 p.p.m. en peso de los átomos de fósforo.

5 Se prefiere usar 0,25 a 50 p.p.m. en peso de los átomos de metal alcalino, y 0,1 a 40 p.p.m. en peso de los átomos de fósforo.

10 Los átomos de metal alcalino y los átomos de fósforo son incorporados en el éster orgánico en forma de los compuestos anteriores que proporcionan estos átomos, por cualquier técnica de mezcla conveniente fácilmente conocida y comprendida en la técnica.

15 La invención es ilustrada además por medio de los ejemplos siguientes, en los que se funde y después se mezcla tereftalato de dimetilo (DMT) con los aditivos indicados en la tabla. Después, las muestras mezcladas de DMT se colocan en receptáculos juntamente con varillas de acero inoxidable, y se envejecen en un bloque de calor mantenido a aproximadamente 165°C. Las muestras se inspeccionan periódicamente para determinar el color APHA, y se anota el número de horas de envejecimiento requeridas para alcanzar valores de color APHA de 25 y 20 50. Los resultados obtenidos se exponen en la tabla siguiente.

25

15-12-72



TABLA I

Muestras	Ftalato de dimetilo más los aditivos siguientes	Horas de envejecimiento a 165°C	
		APHA	APHA 50
5		<u>25</u>	
A	Ninguno	1	< 24
B	Oxalato de potasio (10 ppm.)	1	2
C	Oxalato de potasio (20 ppm.)	1	2
10	D Acido fosforeso (10 ppm.)	1	665
E	{ Acido fosforeso (8 ppm.) Oxalato de potasio (10 ppm.) }	1	> 2.064 <sup>a</sup>
F	{ Acido fosforeso (6 ppm.) Oxalato de potasio (10 ppm.) }	1	> 2.064 <sup>b</sup>
15	G { Acido fosforeso (4 ppm.) Oxalato de potasio (10 ppm.) }	2	1.176
H	{ Acido fosforeso (4 ppm.) Oxalato de potasio (10 ppm.) }	2	920
20	I { Acido fosforeso (6 ppm.) Oxalato de potasio (5 ppm.) }	2	1.585
J	{ Acido fosforeso (4 ppm.) Oxalato de potasio (5 ppm.) }	2	1.752

<sup>a</sup> Al final de 2.064 horas el color APHA es 35

<sup>b</sup> Al final de 2.064 horas el color APHA es 40

25

Nota. El oxalato de potasio contiene 47% de

409310

200



potasio; el ácido fosforoso contiene 37% de fósforo.

5 Como se deduce de los resultados de la tabla anterior, la combinación de oxalato de potasio y ácido fosforoso proporciona al tereftalato de dimetilo una estabilidad de color muy aumentada cuando se somete a temperaturas elevadas. Una combinación estabilizante especialmente efectiva se presenta en las muestras E y F.

10 Esta invención permite el almacenamiento ventajoso de tereftalato de dimetilo en un estado fundido antes de su uso como reaccionante en la fabricación de poliésteres, tales como el poli(tereftalato de etileno) y el poli(tereftalato de 1,4-ciclohexanedimetileno).

15 El patrón de color APHA citado anteriormente se describe en los Métodos normalizados para el examen de agua, de la American Public Health Association, 10ª edición, págs. 87-89. El valor APHA se basa en las ppm. de platino presentes en una disolución acuosa de cloruro de platino-cobalto. La escala APHA de color está comprendida entre menos de 25 (esencialmente incoloro) y 500, amarillo oscuro. Los valores APHA de 75 indican que hay visiblemente presente en la muestra un ligero amarilleamiento.

25 Habiendo descrito así con detalle la in-



vención, los expertos en la técnica entenderán que pueden hacerse ciertas variaciones y modificaciones sin apartarse del espíritu y objeto de la invención, tal como se ha descrito aquí y se define en las reivindicaciones anexas.

5

10 REIVINDICACIONES

15 Los puntos de invención propia, no nueva, pero no establecida, practicada ni divulgada en España, que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Introducción, por DIEZ años, son los que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

20 1ª.- Un método de mejorar la estabilidad de los ésteres, tereftalato de dialcoholo, isoftalato de dialcoholo o ftalato de dialcoholo fundidos, en los que los grupos alcoholo tienen hasta diez átomos de carbono, caracterizado por añadir desde 0,25 a 200 partes por millón en peso de átomos de metal alcalino, incor-

25

15-12-72

4) 9310



5 porando un carboxilato de metal alcalino que tiene de 2 a 18 átomos de carbono, o un alcóxido de metal alcalino que tiene hasta seis átomos de carbono, juntamente con desde 0,1 a 160 partes por millón de átomos de fósforo incorporando ácido fosforoso.

2ª.- Un método según la reivindicación 1ª, en el que el éster orgánico es un isoftalato de dialcoholo en el que los sustituyentes de alcoholo tienen 1 a 10 átomos de carbono.

10 3ª.- Un método según la reivindicación 1ª, en el que el éster orgánico es un tereftalato de dialcoholo en el que los sustituyentes de alcoholo tienen 1 a 10 átomos de carbono.

15 4ª.- Un método según la reivindicación 1ª, en el que el éster orgánico es un ftalato de dialcoholo en el que los sustituyentes de alcoholo tienen 1 a 10 átomos de carbono.

20 5ª.- Un método según la reivindicación 1ª, en el que los átomos de metal alcalino son potasio, sodio, cesio y litio.

6ª.- Un método según la reivindicación 1ª, en el que dicho éster orgánico es tereftalato de dimetilo.

25 7ª.- Un método según la reivindicación 6ª, en el que dichos átomos de metal alcalino son de potasio

15-12-72



proporcionados por oxalato de potasio.

8º.- Un método según la reivindicación 7ª, en el que la relación de oxalato de potasio a ácido fosforoso es de aproximadamente 3 a 2.

5

9º.- Un método de mejorar la estabilidad de los ésteres, tereftalato de dialcoholo, isoftalato de dialcoholo o ftalato de dialcoholo fundidos.

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

10

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

20 DIC. 1972

Madrid,

P.A.

Alberto de...  
Por poder.

15

20

Re

25