

409542

1-9 ENE



P. = 52.767  
L4/GFCS=L/DM K

Int. Cl.º: <u>C07c</u>

M E M O R I A   D E S C R I P T I V A

para solicitar PATENTE DE INTRODUCCION por 10 años

A nombre de EASTMAN KODAK COMPANY

entidad norteamericana

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

por: "UN PROCEDIMIENTO PARA MEJORAR LA ESTABILIDAD TER-  
MICA DEL TEREFTALATO DIMETILICO"

(Clase Internacional C07c)

409542



Este invento se refiere a un procedimiento para la mejora de la estabilidad térmica del éster dimetílico del ácido tereftálico.

5 En la preparación de fibras de poliéster y películas de poliéster, el éster dimetílico del ácido tereftálico que sirve como producto básico, se necesita usualmente en forma fundida. Si las instalaciones de producción y las instalaciones de policondensación de tereftalato de dimetilo (en lo sucesivo designado TDM) están situadas una al lado de la otra, el TDM puede ser bombeado en su forma fundida a la instalación de policondensación. Si la distancia es mayor actualmente es usual para fines de transporte convertir el TDM desde la forma fundida en forma cristalina, por ejemplo por medio de un rodillo de formación de escamas, y fundirlo de nuevo a la llegada de la fábrica de policondensación. La formación de escamas, el envasado y la nueva fusión del producto introduce innecesariamente costos relativamente elevados en los salarios, energías de explotación y materiales de envase. Si el TDM pudiera transportarse en estado fundido estos costos podrían ser reducidos. Sin embargo, es conocido que la calidad del producto se deteriora bajo tales condiciones, puesto que la estabilidad térmica del TDM no es grande a 160-180°C. Esta inestabilidad térmica es apreciable a través de un in-

10

15

20

25

4095-9 ENE. 1973



dice de acidez aumentado y de una descoloración del producto.

5 Se ha descubierto ahora de modo sorprendente que la estabilidad térmica del TDM puede ser aumentada mediante adición al mismo de alcoholes alifáticos saturados y monovalentes, que tienen de 1 a 4 átomos de C, preferiblemente metanol, en cantidades pequeñas, por ejemplo, de 0,01-3,0%, y preferiblemente de 0,1-1,0%.

10 En un amplio aspecto de este invento, se crea un procedimiento para mejorar la estabilidad térmica del tereftalato dimetílico que comprende añadir al tereftalato dimetílico fundido una cantidad pequeña de un alcohol alifático saturado y monovalente que contiene de 1 a 4 átomos de carbono.

15 En otro aspecto de este invento, se crea una composición de tereftalato dimetílico que tiene una estabilidad mejorada en estado fundido, comprendiendo dicha composición tereftalato dimetílico y una cantidad pequeña de un alcohol alifático saturado y monovalente que contiene de 1 a 4 átomos de carbono.

20 Todavía en otro aspecto de este invento, se crea un método para almacenar tereftalato dimetílico fundido que comprende introducir una cantidad pequeña de un alcohol alifático saturado y monovalente que contiene de 1 a 4 átomos de carbono en el tereftalato dime



409542

tílico almacenado fundido.

La adición de alcohol puede llevarse a cabo ventajosamente introduciendo en la masa fundida de TDM una corriente de un material gaseoso inerte, por ejemplo, 5 nitrógeno, dióxido de carbono o un gas inerte, que previamente ha sido saturado con el alcohol a 40 - 50°C. Con el fin de saturar el material gaseoso inerte, la cantidad necesaria del alcohol colocada en un recipiente adecuado es calentada suavemente hasta 40 - 50°C y el material gaseoso inerte es burbujeado a través de la misma. 10 Si se almacenan grandes cantidades de TDM, es aconsejable añadir el alcohol por medio de una bomba dosificadora. El alcohol se disuelve en la masa fundida pero se evapora gradualmente, de modo que después de largos períodos de almacenamiento la adición de alcohol tiene que repetirse. Alternativamente el alcohol puede añadirse de modo continuo. Incluso aunque el alcohol etílico y los 15 alcoholes propílicos isómeros y los alcoholes butílicos isómeros tienen el mismo efecto sobre la estabilidad térmica, se prefiere especialmente emplear metanol, porque en tal caso no se introducen sustancias extrañas. 20

Aunque no se desea estar influenciado por cualquier teoría, se cree que la influencia de los alcoholes inferiores sobre la estabilidad térmica del TDM 25 se debe probablemente al hecho de que el alcohol bloquea



PO 511 103

409542

los centros catalíticamente activos de la superficie del  
recipiente. La evitación de la auto-oxidación mediante  
la formación de una capa protectora de gas sobre la parte  
superior de la masa fundida no se cree que sea una expli-  
5 cación válida, puesto que un manto de nitrógeno puro o  
la adición de cetonas inferiores, ésteres o hidrocarburo-  
ros clorados no tienen ningún efecto sobre la estabili-  
dad térmica del TDM.

El invento crea la posibilidad de almacenar  
10 una masa fundida de TDM sin deterioración considerable de  
la calidad durante al menos aproximadamente 7 días a  
160°C. Esto es de importancia en casos en donde el TDM  
no puede ser convertido inmediatamente en el policonden-  
sado. Esto en particular, hace posible el transporte de  
15 este producto en forma líquida a distancias más grandes.

Los siguientes son ejemplos del presente  
invento.

#### EJEMPLO 1

20 TDM puro de la producción de una instala-  
ción de gran escala fue introducido en forma de escamas  
en tubos de ensayo de vidrio "Jena" de 2,3 cm de diáme-  
tro y 20 cm de altura. A algunos de los tubos de ensayo  
se añadió metanol de grado reactivo en una cantidad de  
25 0,1-1% del peso del TDM añadido y todos los tubos fueron

-9 ENE. 1973



409542

fundidos. Los tubos fueron cubiertos luego con vasos pequeños y fueron calentados durante cuarenta y ocho horas a 200°C en una vitrina de calentamiento y se determinó el índice de color Hazen de la masa fundida a intervalos de 12 horas. La tabla siguiente muestra los resultados de este ensayo:

Muestras	Indice de color Hazen de la masa fundida antes del calentamiento	Adición:	Color Hazen de la masa fundida después de			
			12 h.	24 h.	36 h.	48 h.
1	10	sin adición	120	250	350	más de 500
2	10	sin adición	90	150	200	300
3	10	1% de metanol	10	10	10	10
4	10	1% de metanol	10	10	10	10
5	10	0,5% de metanol	10	10	10	10
6	10	0,5% de metanol	10	10	10	10

2-1-73

-9 ENE. 1973



40954Z

Mue- tra Nº	Indice de color Hazen de la masa fundida an- tes del ca- lentamiento	Adición: Color Hazen de la masa fundi- da después de	12 h. 24 h. 36 h. 48 h.				
			12 h.	24 h.	36 h.	48 h.	
5	7	10	0,2% de metanol	10	10	10	10
10	8	10	0,2% de metanol	10	10	10	10
	9	10	0,1% de metanol	10	10	40	70
	10	10	0,1% de metanol	10	10	20	60

15

Los resultados muestran que sin adición de metanol, después de 48 horas de calentamiento hasta 200°C se produce una fuerte descoloración del producto (muestras 1 y 2). Después de la adición de metanol en una cantidad de más de 0,2%, el mismo producto, en las mismas condiciones, es relativamente estable (muestras 3-8). La adición de solamente 0,1% de metanol da como resultado una menor inestabilidad del producto (muestras 9 y 10). La adición de tal cantidad menor de metanol no es por lo tanto suficiente en las condiciones

25

2-1-73



409542

de ensayo dadas para conseguir una sustancial estabilidad térmica, aunque se mejoró la estabilidad térmica.

EJEMPLO 2

5 TDM puro de la producción de una instalación de gran escala, que tenía un índice de color Hazen de 10, se calentó hasta 200°C durante 48 horas, en las mismas condiciones que las descritas en el Ejemplo 1. Sin embargo en lugar de metanol se añadieron antes del  
10 calentamiento 0,5% de alcohol etílico anhidro. El índice de color Hazen del producto quedó inalterado en 10 después del tratamiento térmico.

ENSAYO COMPARATIVO A

15 2,5 toneladas de TDM puro procedente de la producción de una instalación de gran escala fueron bombeadas a un recipiente de 3 m<sup>3</sup> formado de acero inoxidable (V4A) y fueron almacenadas en él bajo gas inerte a 160°C. Después de 155 horas el producto fue trans-  
20 formado en escamas mediante un rodillo de formación de escamas, y se tomaron una serie de muestras, las cuales fueron analizadas en cuanto a su índice de acidez, punto de solidificación e índice de color Hazen.

La tabla siguiente muestra los valores del  
25 análisis:



409542

Mue- tra Nº	La muestra se tomó:	Indice de acidez	Punto de soli- dificación	Indice de co- lor Hazen de la masa fun- dida:
5	1 Antes de em- pezar del ensayo	0,00	140,63	10
10	2 Durante la formación de escamas de 0-800 kg	0,05	140,61	40
15	3 Durante la formación de escamas de 800-1600 kg	0,05	140,61	40
20	4 Durante la formación de escamas de 1600- -2500 kg	0,05	140,62	30

El almacenamiento de los productos duran-  
te 155 horas a 160°C en condiciones fuera del conjunto



LINE 107

409542

de aspectos de este invento, dió como resultado consi-  
guientemente un aumento considerable del índice de aci-  
dez y del índice de color Hazen.

5

EJEMPLO 3

10

15

2,5 toneladas de TDM puro procedente de la  
producción de una instalación de gran escala fueron bom-  
beadas a un recipiente de 3 m<sup>3</sup> de acero inoxidable (V4A)  
y fueron almacenadas a una temperatura de 160°C en pre-  
sencia de 10,75 kg de metanol añadido. El metanol se aña-  
dió mediante una bomba dosificadora de tal manera que se  
añadió al principio en 3 horas 2,5 kg de metanol, y lue-  
go en 165 horas una dosis de 0,05 kg de metanol por ho-  
ra. Después de 168 horas el producto fue transformado en  
escamas mediante un rodillo de formación de escamas, y  
del producto resultante se tomaron muestras que fueron  
analizadas en cuanto a su índice de acidez, punto de so-  
lidificación e índice de color Hazen.

20

La tabla siguiente muestra los valores  
analíticos.

25

2-1-73



409542

<u>Nº</u>	<u>La muestra se tomó:</u>	<u>Indice de acidez</u>	<u>Punto de solidificación</u>	<u>Indice de color Hazen de la masa fundida</u>
5	1 Antes de <u>em</u> pezar el <u>en</u> sayo	0,00	140,63	10
10	2 Durante la formación de escamas de 0 - 800 kg	0,00	140,62	10
15	3 Durante la formación de escamas de 800-1600 kg	0,00	140,62	10
20	4 Durante la formación de escamas de 1600 - - 2500 kg	0,00	140,61	10

El almacenamiento del producto durante  
168 horas a 160°C en presencia de 0,1% de metanol añadi-  
do, dentro del ámbito de aspectos de este invento no



409542

redujo apreciablemente de modo significativo la calidad del producto.

5

REIVINDICACIONES

10

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:

15

1ª.- Un procedimiento para mejorar la estabilidad térmica del tereftalato dimetílico, caracterizado porque se añade al tereftalato dimetílico fundido una cantidad pequeña de un alcohol alifático, saturado y monovalente que contiene de 1 a 4 átomos de carbono.

20

2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, en donde dicho alcohol se añade en cantidades de 0,01 - 3,0% en peso.

25

2-1-73

*Rey*

409542



3ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, en donde dicho alcohol se añade en cantidades de 0,1 - 1,0% en peso.

5 4ª.- Procedimiento según las reivindicaciones 1ª, 2ª ó 3ª, en donde dicho alcohol es metanol.

10 5ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, en donde dicho alcohol se añade introduciendo una corriente de un medio gaseos inerte saturado con dicho alcohol en dicho tereftalato dimetílico fundido.

6ª.- Procedimiento según la reivindicación 5ª, en donde el gas es nitrógeno o dióxido de carbono.

15 7ª.- Procedimiento según la reivindicación 5ª, en donde el gas se satura con el alcohol a una temperatura de 40 - 50°C.

8ª.- Procedimiento según las reivindicaciones 5ª, 6ª ó 7ª, en donde dicho alcohol se añade en una cantidad de 0,1 - 1,0% en peso.

20 9ª.- Procedimiento según las reivindicaciones 5ª, 6ª ó 7ª, en donde dicho alcohol se añade en una cantidad de 0,1 - 1,0% en peso y en donde el alcohol es metano.

25 10ª.- Un procedimiento para mejorar la estabilidad térmica del tereftalato dimetílico.

7.5.73

Ry

409542

17



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

Esta Memoria consta de catorce hojas escri-  
tas a máquina por una sola cara.

Madrid,

17 MAYO 1973

P.A.

Alberto de Eizaburu  
Per Podes  
*Alto*

7.5.73  
MCM

- 14 -

*Rey*