

440 505

Int. Cl.:	C07C

MEMORIA DESCRIPTIVA

DE UNA PATENTE DE INVENCION POR VEINTE AÑOS EN ESPAÑA
A FAVOR DE DIDIER ENGINEERING GMBH, DE NACIONALIDAD
ALEMANA - RESIDENTE EN 43 ESSEN (Alemania) Alfredstr. 2 8

S o b r o

PROCEDIMIENTO PARA FABRICAR PREPOLIMEROS PARA LA CONTINUA
POLICONDENSACION DE POLIESTERES

**POOR
QUALITY**

La invención se refiere a un procedimiento para fabricar prepolimeros en pasada continua a través de varias zonas de reacción ó cuartos de reacción para la subsiguiente policondensación continua de poliesteros.

5.-

La producción de poliesteros de monomeros u oligomeros que se obtienen mediante esterización de un alquilenglicol, sobre todo de un etilenglicol con un ácido aromático dicarbónico, por ejemplo el ácido tereftálico ó mediante reesterización con Di-esteros de ácidos dicarbónicos por ejemplo de dimetiltereftalato, se realiza normalmente en varias fases sucesivas, a saber la esterificación o reesterización de la precondensación y de la policondensación. Como fase preliminar para la

10.-

policondensación se obtiene en la fase de precondensación el denominado "prepolimero", donde se trata del monomero del polietilentereftalato. El prepolimero está caracterizado por una viscosidad intrínseca de 0,1 a 0,4 ó bien por un grado de policondensación de 2 a 15.

15.-

Para fabricar el prepolimero los mencionados socios ó asociados de la reacción, el ácido tereftálico (TPA) ó el dimetiltereftalato (DMT) respectivamente han de disolverse previamente en etilenglicol (EG) hasta que mediante añadidura de catalizadores pueda realizarse la esterificación ó reacción de reesterización bajo separación de combinaciones volátiles como agua ó metanol para llegar al producto de esterificación bis-beta-hidroxietiltereftalato. (BHET).

20.-

25.-

Al emplear dimetiltereftalato el proceso de disolución puede realizarse sin dificultades, sin pro-

30.-

5.- sión porque el dimetiltereftalato se disuelve muy bien en etilenglicol. El empleo de ácido tereftálico en cambio ofrece bastantes dificultades porque este ácido se disuelve muy mal en etilenglicol bajo condiciones normales de presión y temperatura y las condiciones molares habitualmente aplicadas, de los dos asociados de reacción. Para acelerar el proceso de disolución pueden, naturalmente, emplearse presiones mayores y también temperaturas más altas, pero este exige un enorme gasto técnico. Mucho mejor se disuelve en cambio el ácido tereftálico incluso bajo presión normal en el prepolimero.

10.- El propósito de la invención es una aceleración y simplificación del procedimiento para la fabricación de prepolimero de etilenglicol y ácido tereftálico, debiendo ser la aceleración la condición de que la fabricación del prepolimero pueda montarse dentro de un procedimiento continuo de policondensación de poliéster. Al mismo tiempo, la fase de disolución que carga fuertemente los gastos, debe poder trabajar sin presión y la inversión de aparatos debe ser reducida. Además, por disminuir el tiempo de disolución deben suprimirse molestas reacciones secundarias lo que conduce a una mejora del producto, en cuanto a calidad.

15.-

20.-

25.- El procedimiento inventado para la fabricación de prepolimero de un alquilenglicol, preferentemente etilenglicol y un ácido aromático dicarbónico, preferentemente ácido tereftálico, en pasada continua a través de varias zonas de reacción o recintos de reacción se destaca por el hecho de que una parte del prepolimero es desviada conduciéndose nuevamente a la mez

30.-

- cla de las materias iniciales etilenglicol y ácido aromático dicarbónico. Preferentemente se retorna aproximadamente la mitad del producto que acaba de formarse. Con ello, parte del prepolimero se emplea como disolvente para el ácido dicarbónico. La simplificación del procedimiento conseguida de esta forma, que es simplificación al mismo tiempo de los aparatos y aceleración de la marcha, facilita el empleo del procedimiento en un proceso continuo de policondensación para poliéster.
- 5.-
- 10.- Productos de partida preferentes son etilenglicol y ácido tereftálico.
- Cuando se esterifica el ácido tereftálico con etilenglicol en una pasada a través de varias zonas ó recintos de reacción convirtiéndose en BHET, en otra realización de la invención el producto a retornar es sacado del último recinto en el que aún se produzca una esterificación.
- 15.-
- 20.- En otra realización del procedimiento, junto con el BHET es desviado y retornado la parte de agua que corresponda al BHET, que se produce como producto de separación en la esterificación del ácido tereftálico con etilenglicol en BAET. El recinto de reacción, en el que se introducen el ácido tereftálico y al menos una primera cuantía parcial de la cantidad necesaria total de etilenglicol, se mantiene evacuado y la mezcla que regresa es partida finalmente o introducida así en este recinto, sobre todo en forma de rocío ó pulverizada. -
- 25.- Además, también la parte del producto destinada a la entrega a una fase de policondensación puede introducirse preferentemente rociarse ó inyectarse finalmente deshecha-
- 30.-

junto con el agua producida como producto de separación, en un recinto compensador que también se mantiene evacuado.

- 5.- El dispositivo para realizar el procedimiento contiene en una forma practica favorable, como aparato o instalación para pulverización, un tubo dotado de salidas de inyección por toda su longitud que se extiende tanto al primer recinto de reacción como al recinto compensador. A continuación se explica la invención como
- 10.- más detalle a base de dos ejemplos practicos haciendo referencia a los planos adjuntos. Las dos figuras 1 y 2 del plano muestran cada una esquematicamente las zonas ó recintos de reacción y el flujo del material, Figura 2 muestra además todavia un detalle del aparato.
- 15.- En la alimentación del material según figura 1 se llevan los materiales de partida, estilenglicol y ácido tereftalico, de acuerdo con las flechas que señalan la via de conducción del material 10 y 11 respecto a una primera zona de reacción ó a un primer recinto
- 20.- de reacción 1, desde donde la mezcla bajo progresiva esterificación, llega sucesivamente a otros recintos 2 y 3 y si fuera necesario, aún a mas recintos de este tipo retirandose productos de separación de cada uno de los recintos de reacción. La ultima de estas zonas de
- 25.- reacción es en la disposición según figura 1 la zona final 4, desde la cual el prepolimero, es decir, la mitad del mismo, es conducido de acuerdo con la flecha del flujo de material 12 a la fase de policondensación, mientras que la otra mitad irá por la via 13 al recinto
- 30.- de reacción 1. Por consiguiente se encuentra en el re-

cinto de reacción 1 una mezcla que contiene etilenglicol, ácido tereftálico y prepolimero. En ello actúa el prepolimero como disolvente para el ácido tereftálico.

- 5.- En la disposición según figura 2, la zona de reacción 1 está algo modificada y descrita con más detalle, lleva aquí la referencia 1'. Por consiguiente también las zonas sucesivas, caso de ser necesario, pueden realizarse un poco distintas, la similitud de las tareas que corresponden a estas zonas 2', 3' y 4', con las tareas que han de cumplir las zonas 2, 3 y 4 de fig. 1 queda insinuada por mantener las referencias caracterizadas tan solo añadiendo la coma elevada '. A través del conducto 13' de la zona de reacción 4' se lleva a la zona 1', aparte de etilenglicol fresco (flecha de flujo 10) y ácido tereftálico (flecha de flujo 11) también bis-beta-hidroxietiltereftalato (BHET) y un resto de los productos de separación no retirados en los recintos de reacción anteriores. Al mismo tiempo, parte de esta mezcla de BHET y producto de separación es llevada a una zona de limpieza y tampon 5 y el prepolimero liberado de sus productos de separación es entregado a través de 12' a la fase de policondensación. Tanto el primer recinto de reacción 1' como el recinto de limpieza y tampon 5 se mantienen a baja presión (vacío) lo que conduce a que allí se extraen continuamente los restantes productos de separación, preferentemente agua. La consecuencia es que el recinto de reacción 1 se mantiene una concentración de prepolimero aún más alta y en el recinto de limpieza y regulación 5 la eliminación de productos de separación del prepolimero-
- 10.-
- 15.-
- 20.-
- 25.-
- 30.-

ro a entregar a la fase de policondensación. La división de la mezcla extraída de la zona 4' para el recinto de reacción 1' y el recinto regulador 5 se realiza en el modelo práctico expuesto simplemente por el hecho de que la mezcla es introducida en un tubo 14 dotado de toberas u orificios de inyección que pasa por uno de los dos recintos 1' y 5 concluyendo cada vez en el otro, la cantidad de BHET a inyectar en cada recinto 5' y 5 ó bien parte de la cantidad total que corresponda a uno de los dos recintos, es determinada por el largo del tubo 14 en el correspondiente recinto, por su sección y por el número y tamaño de los orificios.

Por la descripción anterior se ve que el depósito 5 sirve como regulador para extraer el prepolimero llevándolo a la fase de policondensación.

En la forma práctica según figura 2, la zona 1' recibe a través del conducto 10 tan solo parte del etilenglicol necesario. La parte que resta es llevada a la zona 2' por el conducto 15.

En caso de duda resultan esenciales de la invención todas las características aquí descritas y/o expuestas por si solas ó en cualquier combinación lógica. Se pretende la protección de lo que objetivamente sea patentable.

N O T A

En resumen, la presente solicitud recaerá sobre las siguientes reivindicaciones:

1ª.- Procedimiento para fabricar prepolimeros para la continua policondensación de poliésteres, de alquilenglicol, preferentemente ateilenglicol y un

5.- ácido aromático dicarbónico, ácido tereftálico ó de un di-éster de un ácido aromático dicarbónico, dimetilte-reftalato, en pasada continua, caracterizado porque parte del prepolimero es desviada y retornada nuevamente a la mezcla de los productos iniciales.

10.- 2ª.- Procedimiento para fabricar prepolimeros para la continua policondensación de poliésteres, según la reivindicación 1ª caracterizado porque aproximadamente es la mitad del producto que acaba de formarse, la que es retornada.

15.- 3ª.- Procedimiento para fabricar prepolimeros para la continua policondensación de poliésteres, según las reivindicaciones 1ª ó 2ª en el que la esterificación del ácido tereftálico con etilenglicol tiene lugar al pasar por varios recintos ó zonas de reacción, caracterizado porque el producto a retornar es secado del último recinto en el que aún se produzca una esterificación.

20.- 4ª.- Procedimiento para fabricar prepolimeros para la continua policondensación de poliésteres, según una de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque junto con el producto de esterificación se desvia y se retorna una parte de agua aún no totalmente eliminada que surge como producto de separación al esterificar el ácido tereftálico y el etilenglicol, porque el recinto de reacción, en el que se introducen el ácido tereftálico y al menos la primera cuantía parcial de la cantidad total necesaria del etilenglicol, se mantiene evacuado y porque la mezcla retornada es pulverizada finamente -
30.- distribuida en este recinto, (es inyectada en forma pul-

verizada).

- 5.- 5ª.- Procedimiento para fabricar prepolimeros para la continua policondensación de poliesteres, según la reivindicación 4ª, caracterizado porque también la parte del producto destinada a ser entregada a la fase de policondensación es introducida junto con el agua que se forma como producto de separación y no está todavía plonamente eliminada finamente pulverizada, preferentemente inyectada en un recinto regulador que también se mantiene evacuado.

- 10.- 6ª.- Procedimiento para fabricar prepolimeros para la continua policondensación de poliesteres, según la reivindicación 5ª, caracterizado porque el dispositivo para la pulverización es constituido por un tubo dotado en todo su largo de unos orificios de inyección y que se extiende tanto al primer recinto de reacción como también al recinto regulador.

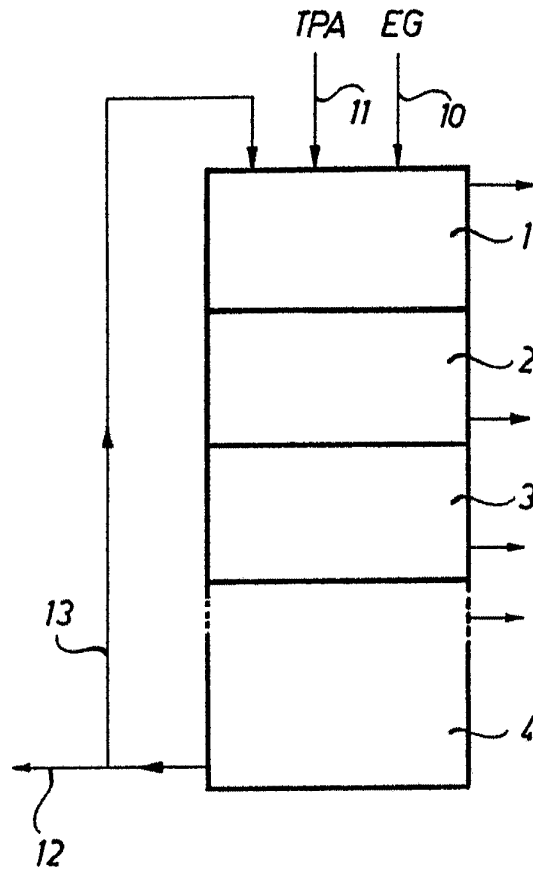
- 15.- 7ª.- PROCEDIMIENTO PARA FABRICAR PREPOLIMEROS PARA LA CONTINUA POLICONDENSACION DE POLIESTERES.

- 20.- Según se describe en la presente memoria descriptiva que consta de nueve hojas escritas a máquina por una sola de sus caras y dibujos.

Madrid, 27 AGO. 1975



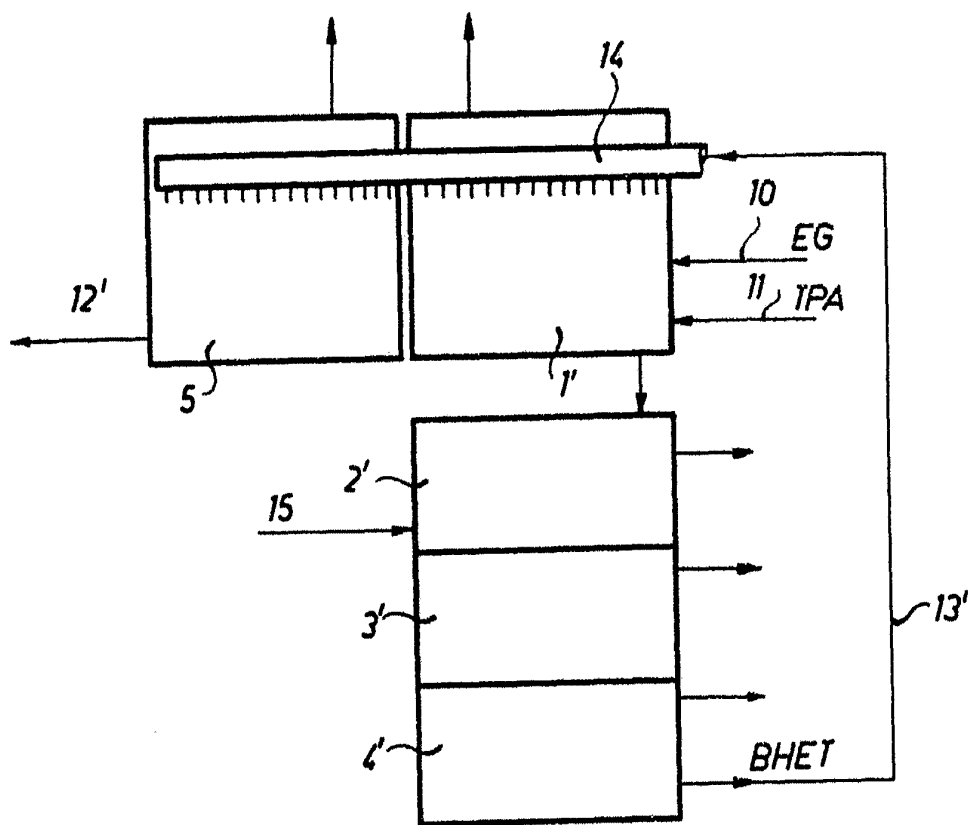
FIG. 1



ESCALA VARIABLE
Madrid, de 27 AGO. 1975

M

FIG. 2



ESCALA VARIABLE
Madrid, de ~~27~~ 160. 1975 12.....

