



(12) **BREVET DE INVENȚIE**

**Hotărârea de acordare a brevetului de invenție poate fi revocată
în termen de 6 luni de la data publicării**

(21) Nr. cerere: **96-01531**

(22) Data de depozit: **25.07.1996**

(30) Prioritate:

(41) Data publicării cererii:
BOPI nr.

(42) Data publicării hotărârii de acordare a brevetului:
29.09.2000 BOPI nr. **9/2000**

(45) Data eliberării și publicării brevetului:
BOPI nr.

(61) Perfecționare la brevet:
Nr.

(62) Divizată din cererea:
Nr.

(86) Cerere internațională PCT:
Nr.

(87) Publicare internațională:
Nr.

(56) Documente din stadiul tehnicii:
RO 66492

(71) Solicitant: **INSTITUTUL DE CERCETĂRI CHIMICE - ICECHIM, BUCUREȘTI, RO;**

(73) Titular: **GENETIM CHEMICAL RESEARCH INSTITUTE S.A., TIMIȘOARA, RO;**

(72) Inventatori: **FARCAȘ MARIA, TIMIȘOARA, RO; MODRA DORINA, TIMIȘOARA, RO; CIORBAGIU
FELICIA, TIMIȘOARA, RO; BLEBEA MARIOARA, TIMIȘOARA, RO; MĂTIEȘ MARIUS
ILIE, TIMIȘOARA, RO;**

(74) Mandatar:

(54) **PROCEDEU DE OBTINERE A UNOR ESTERI AI
2-ETILHEXANOLULUI**

(57) **Rezumat:** Invenția se referă la un procedeu de obținere a unor esteri ai 2-etilhexanolului, utilizați ca plastifianți pentru policlorură de vinil, în industria prelucrătoare a maselor plastice, constând în esterificarea 2-etilhexanolului cu acid adipic, anhidridă ftalică și anhidridă trimelitică, în cataliză neacidă, reactanții introducându-se în sistem

concomitent cu catalizatorul pe bază de alchil-tanatați și staniu, reacția desfășurându-se în topitură, în mediu inert, la 170... 230°C, timp de 3...6 h și raport molar 2-etilhexanol/componentă acidă cuprins între 2,4/1 și 4/1, apa de reacție fiind eliminată prin distilare la presiune atmosferică și spre final, prin barbotare energetică de gaz inert.

Revendicări: 1

RO 116015 B1



Invenția de față se referă la un procedeu de obținere a unor esteri ai 2-etilhexanolului, utilizați în industria prelucrătoare a maselor plastice, ca plastifianți pentru policlorură de vinil.

Se cunosc procedee discontinue de obținere a plastifianților alifatici și aromatici pentru PVC, care constau în esterificarea în cataliză acidă a 2-etilhexanolului, reacția desfășurându-se în prezența sau absența unui agent reducător, la temperaturi de 110...180°C și cu reducerea treptată a presiunii, urmând purificarea esterului brut prin neutralizarea esterului brut prin neutralizare-spălare, devolatilizare și filtrare.

2-Etilhexanolul se mai poate esterifica și în flux continuu, utilizând catalizatori neacizi, pe bază de alchil-titanați, care însă prezintă dezavantajul că se folosesc numai în prezența unui agent de activare.

Procedeele desfășurate în cataliză acidă necesită manoperă suplimentară pentru realizarea fazelor de neutralizare-spălare a esterului brut, faze care conduc în același timp și la pierderi considerabile de produs finit. De asemenea, pentru aceste faze sunt necesare mari cantități de apă care necesită consumuri energetice suplimentare pentru epurarea lor.

Problema, pe care o rezolvă, invenția constă în stabilirea catalizatorului și a parametrilor reacției, astfel, încât să se asigure conversia practic totală a componentei acide la faza de esterificare, printr-un procedeu simplu, pe instalații universale de esterificare.

Procedeul de obținere a unor esteri ai 2-etilhexanolului, utilizați în industria prelucrătoare a maselor plastice, ca plastifianți pentru policlorură de vinil, constând în esterificarea 2-etilhexanolului cu acid adipic, anhidridă ftalică și anhidridă trimelitică, în cataliză neacidă, conform invenției, înlătură dezavantajele menționate, prin aceea că, reactanții se introduc în sistem, concomitent cu catalizatorul, pe bază de alchil-titanați și staniu, reacția desfășurându-se în topitură, în mediu inert, la temperatura de 170...230°C, timp de 3...6 h și raport molar 2-etilhexanol/componentă acidă cuprinsă, între 2,4/1...4/1, apa de reacție fiind eliminată prin distilare la presiune atmosferică și spre final prin barbotare energetică de gaz inert.

Invenția prezintă următoarele avantaje:

- reducerea consumurilor energetice, de manoperă și de materiale legate de epurarea apelor de spalare, prin eliminarea fazelor de neutralizare-spălare;
- diminuarea pierderilor de ester brut;
- reducerea costurilor de producție;
- plastifianții obținuți sunt de calitate superioară, iar trimelitatul de tri- 2-etilhexil poate fi utilizat în recepturile de PVC cu destinație specială, cum ar fi, izolări de sârme, repere de automobile, articole de protecție împotriva umidității.

Se dau, în continuare, 4 exemple de realizare a invenției.

Exemplul 1. Într-un balon de esterificare prevăzut cu agitator, termometru, refrigerent ascendent și fiolă Dean Stark se introduc concomitent: 148 g anhidridă ftalică, 312 g 2-etilhexanol și 0,23 g oxalat de staniu.

Instalația trebuie să fie perfect etanșă, iar încălzirea masei de reacție se face în atmosferă de gaz inert. Condensul format pe întreaga durată a esterificării se colectează în fiola Dean Stark, de unde 2-etilhexanolul se recirculă în balon, iar apa se elimină. Temperatura de reacție este, de 185...230°C. Spre sfârșitul reacției trebuie aplicată barbotarea de gaz inert, astfel, încât să se asigure o distilare normală.

RO 116015 B1

Esterificarea se continuă în acest mod până la colectarea întregii cantități de apă, stoichiometric calculată din sistem(5...4) h. Se oprește încălzirea și produsul se răcește. Indicele de aciditate al produsului este sub 0,1 mg KOH/g.

Purificarea esterului brut se face prin devolatilizare și filtrare. Se obține ftalatul de di-2-etilhexil, plastifiant pentru PVC, având următoarele caracteristici:

- indice de aciditate mai mic de 0,1 mg KOH/g;
- densitate, la 20°C 0,984 ± 0,002 g/cm³;
- punct de inflamabilitate (Marcusson) minimum 206°C.

Exemplul 2. În condițiile de reacție, descrise la exemplul 1, se introduc în balonul de esterificare 146 g acid adipic, 312 g 2-etilhexanol și 0,33 g tetrabutilortotitanat.

Temperatura de reacție este de 220...230°C, iar durata 4...5 h. Indicele de aciditate al produsului este sub 0,1 mg KOH/g.

Purificarea esterului brut se face prin devolatilizare și filtrare. Se obține adipatul de di-2-etilhexil, plastifiant pentru PVC, având următoarele caracteristici:

- indice de aciditate..... mai mic de 0,1 mg KOH/g;
- densitate, la 20°C..... 0,927 ± 0,003 g/cm³;
- punct de inflamabilitate (Marcusson) minimum 195°C.

Exemplul 3. În instalația de esterificare, descrisă la exemplul 1, se introduc 192 g anhidridă trimelitică, 468 g 2-etilhexanol cu conținut de apă sub 0,1% și 0,23 g tetraizobutilortotitanat (C₄H₉)₄Ti. Temperatura de reacție este, de 210°C, iar timpul de reacție este de 4 h. Spre finalul esterificării, eliminarea apei din sistem se face cu o barbotare energetică de gaz inert. În aceste condiții, aciditatea masei de reacție scade sub 0,1 mg KOH/g.

Purificarea esterului brut se face prin devolatilizare și filtrare, ca în exemplul 1.

Exemplul 4. În condițiile de reacție, descrise în exemplul 3, se supun esterificării 192 g anhidridă trimelitică, 648 g 2-etilhexanol și 0,25 g dihidroxiclorbutilstaniu: C₄H₉Sn(OH)₂Cl.

Lucrându-se, conform exemplelor 3 și 4, se obține trimelitatul de tri-2-etilhexil, plastifiant cu destinație specială, care are următoarele caracteristici:

- indice de aciditate mai mic de 0,1 mg KOH/g;
- densitate, la 20°C 0,988 g/cm³;
- indice de refracție, la 25°C 1,484;
- punct de congelare - 42°C;
- punct de inflamabilitate (Marcusson) minimum 240°C;
- viscozitate, la 25°C 207...208 cSt.

Revendicare

Procedeu de obținere a unor esteri ai 2-etilhexanolului, utilizați în industria prelucrătoare a maselor plastice, ca plastifianți pentru policlorură de vinil, constând în esterificarea 2-etilhexanolului cu acid adipic, anhidridă ftalică și anhidridă trimelitică, în cataliză neacidă, **caracterizat prin aceea că** reactanții se introduc în sistem, concomitent cu catalizatorul pe bază de alchil-titanați și staniu, reacția desfășurându-se

RO 116015 B1

în topitură, în mediu inert, la temperatura, de 170...230°C, timp de 3...6 h și raport molar 2-etilhexanol/componentă acidă cuprinsă, între 2,4/1....4/1, apa de reacție fiind eliminată prin distilare la presiune atmosferică și spre final, prin barbotare energetică de gaz inert.

Președintele comisiei de examinare: **ing. Georgescu Mirela**

Examinator: **ing. Ioanițescu Cezarina**



Editare și tehnoredactare computerizată - OSIM
Tipărit la: Oficiul de Stat pentru Invenții și Mărci