

6/7  
227283

227283

P - 14.258

VGF 887

14 MAR. 1956

14 MAR.



MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

PATENTE DE INVENCION

en

ESPAÑA

por VEINTE años

a nombre de VEREINIGTE GLANZSTOFF-FABRIKEN A.G., entidad alemana, establecida en Am Laurentiusplatz, wuppertal-Elberfeld, Alemania, por:

"PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE TEREFOTALATO DIMETILICO".

-----

El presente invento se refiere a un procedimiento para la obtención de ester tereftal dimetílico por inyección de los agentes de la reacción.

Es conocida la práctica de esterificar áci-



dos dicarboxílicos con alcohol en exceso en presencia de catalizadores en el punto de ebullición del alcohol. También es corriente evaporar los ácidos carboxílicos de bajo punto de ebullición juntamente con los alcoholes y esterificarlos a elevada temperatura en una cámara de reacción. Según otro procedimiento, se suspende el ácido tereftálico en un líquido inerte de alto punto de ebullición y, a través de esta suspensión, se conducen vapores de metanol. El ester tereftal dimetílico formado permanece en esta suspensión, de la cual hay que separarlo mediante una complicada reacción. También ha sido sugerido oportunamente esterificar los ácidos dicarboxílicos, en particular ácido tereftálico, transformando los ácidos dicarboxílicos sólidos a temperaturas de 100 a 310° con el correspondiente alcohol existente en forma de vapor. Con esto, el diester se destila, por cierto, inmediatamente del recinto de reacción pero, debido a las temperaturas relativamente altas, empieza a formar monoesteres o ésteres dimetílicos los cuales alteran el curso de la reacción. En este procedimiento, la duración de esta última es bastante grande.

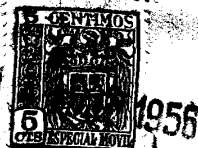
Se ha podido comprobar que la estereficación del ácido tereftálico con metanol, con gran rendimiento y elevada pureza así como con una reacción de corta duración, es practicable si se inyectan los agentes reaccionantes en un recinto de reacción calentador a 100-350° y, de preferencia, a 280-300°. Para ello, se pulveriza el ácido tereftálico en forma de polvo a través de una tobera situada en el extre-



mo superior con ayuda de un gas inerte en el recinto de la  
reacción y, a través de una segunda tobera o de una tubula-  
dura de alimentación, se conduce al mismo tiempo metanol a  
dicho recinto, bien en forma líquida o gaseosa. El dimeñil-  
5 ester deseado se precipita entonces en el extremo inferior  
del recinto de reacción, mientras que el metanol en exceso  
y el gas inerte retornan por circulación a través de una tu-  
bería existente en la parte inferior. La presencia de cata-  
lizadores, tales como borofosfato, ácido fosfórico o ácido  
10 clorhídrico gaseoso, favorece el curso de la reacción. Si  
se emplea ácido clorhídrico gaseoso, este puede ser intro-  
ducido en el recinto de la reacción junto con el metanol  
gaseoso, o a través de una entrada especial. Si se forma  
una suspensión a base de ácido tereftálico y metanol y se  
15 la pulveriza en el recinto de la reacción caldeado, por me-  
dio de un dispositivo a propósito, todos los componentes de  
la reacción pueden ser introducidos entonces al mismo tiem-  
po en este recinto a través de una sola entrada. De hacer  
uso de catalizadores, se les puede agregar a la suspensión  
20 antes de la pulverización.

Para la práctica de este procedimiento pue-  
den ser utilizados recipientes de reacción de distintas cla-  
ses. Una ejecución particularmente ventajosa está constituí-  
da por un tubo de reacción de unos 300 cms. de largo y un  
25 diámetro de unos 40 cms. Después, se pueden ajustar o diri-  
gir las toberas o tubuladuras de alimentación en este tubo  
de tal forma, que los componentes de la reacción circulen

227283



en forma espiral por la pared interior del mismo, o sea, que formen una especie de estriado, lo cual reporta una mezcla perfecta de los componentes en cuestión.

El ester tereftal dimetílico obtenido se utiliza como agente de síntesis para la obtención de poliesteres aromáticos lineales.

#### EJEMPLO I

1.000 grs. de ácido tereftálico en polvo se pulverizan a través de una tobera con ayuda de nitrógeno en un tubo de unos 3 m. de largo y de 40 cms. de diámetro, de tal manera que el ácido tereftálico circule en espiral, o sea, como si describiese una torsión a lo largo de la pared interior del tubo de reacción, el cual está calentado por vía eléctrica hasta 280°. A través de una segunda tobera se inyectan al mismo tiempo 1000 cm<sup>3</sup> de metanol en dicho tubo caldeado. A través de otro conducto de entrada se aporta una ligera corriente de ácido clorhídrico gaseoso. El ester tereftal dimetílico obtenido cae con gran pureza en forma de largas agujas prismáticas, en un recipiente refrigerado. El gas inerte y el exceso de metanol pueden ser extraídos luego del recinto de la reacción con el concurso de una bomba de membrana existente en la parte inferior del tubo de reacción. El rendimiento del ester tereftal dimetílico es de un 98% y, el punto de fusión, 141°.

227283



MAR 1955

EJEMPLO 2

Se procede según las indicaciones del ejemplo 1. Como catalizador se mezclan, sin embargo, con el ácido tereftálico, 60 grs. de borofosfato y, al mismo tiempo, se pulverizan. En este caso se inyecta metanol gaseoso en el reactor. El rendimiento es de un 99% y, el punto de fusión del tereftalato de dimetilo, 141°.

EJEMPLO 3

A través de una tobera y con ayuda de un gas inerte (nitrógeno) se inyecta en un tubo de reacción calentado eléctricamente hasta 280 a 300°, una suspensión compuesta de 1000 grs. de ácido tereftálico, 60 cm<sup>3</sup> de ácido fosfórico al 85% y 1000 cm<sup>3</sup> de metanol, de tal manera que los mencionados componentes reaccionantes describan una torsión, merced a la cual la suspensión finamente distribuida circula en espiral por el tubo de reacción. En un recipiente refrigerado cae el tereftalato de dimetilo resultante en forma de agujas largas, prismáticas, con un punto de fusión de 141°. El gas inerte así como el exceso de metanol se devuelven en ácido con ayuda de una bomba de membrana adecuada.

Esta solicitud, que corresponde a la presentada en Alemania el 15 de Marzo de 1955, bajo el número

227283



V 8630 IVd/120, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto-Ley sobre Propiedad Industrial.

=oOo= N O T A =oOo=

5 Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

10 1º. - Procedimiento para la obtención de ester tereftal dimetílico, caracterizado porque los componentes de la reacción finamente distribuidos, o sea, el ácido tereftálico en estado sólido pulverizado, y el metanol, en estado líquido o gaseoso, se inyectan en un recipiente de reacción calentado a 100 hasta 350º y, de preferencia, 280 a 300º.

15 2º. - Procedimiento según reivindicación 1, caracterizado porque la reacción tiene lugar en presencia de catalizadores, tales como borofosfato, ácido fosfórico o ácido clorhídrico gaseoso.

20 3º. - Procedimiento según reivindicación 1, caracterizado porque en el recipiente de reacción calentado

227283

14 MAR 1956



se inyecta una suspensión compuesta de ácido tereftálico y metanol.

4º. - Procedimiento según reivindicación 1 y 2, caracterizado porque en el recipiente de la reacción se inyecta una suspensión formada por ácido tereftálico, metanol y por el catalizador.

5º. - Procedimiento para la obtención de tereftalato dimetilico.

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

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

Madrid, 14 MAR. 1956

P. A.

Alberto de Elzabur

Director