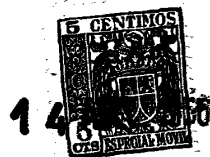


227937

PATENTE DE INVENCION

O.Z. 18.218.



MEMORIA DESCRIPTIVA

sobre:

"Procedimiento para la obtención de ácido tereftálico".

=====

Solicitantes : BADISCHE ANILIN-& SODA-FABRIK,  
Aktiengesellschaft, entidad alemana,  
residente en Ludwigshafen A.Rhein, Alemania.

=====

- Ya se conoce el procedimiento de transformar sales secas, especialmente las sales potásicas de ácidos carbónicos aromáticos, por ejemplo ácido benzoico o ácido ftálico, en caso dado en presencia de dióxido de carbono, por tratamiento a temperaturas elevadas, en sales tereftalácidas y la obtención del ácido mediante acidificación con ácido sulfúrico o ácido clorhídrico diluidos (patentes belgas 524.035 y 522.829). Además se ha propuesto la transformación de ácidos benzolcarbónicos con por lo menos tres grupos carboxílicos en ácido tereftálico
- 5.
  - 10.



- calentando las sales neutrales o ácidas de los ácidos polibenzolcarbónicas a temperaturas superiores a los 300° y liberar el ácido tereftálico con ácidos minerales después de haber disuelto la mezcla de reacción en agua.
15. En este procedimiento consiste una dificultad en que al acidificar la mezcla de reacción con ácidos minerales se vuelve a obtener el cation ligado al ácido tereftálico en una forma, que resulta poco adecuada para volver a utilizarla/<sup>en</sup> la transformación de los ácidos
20. carbónicos aromáticos. Se ha descubierto ahora, que el ácido tereftálico se puede obtener, sin los inconvenientes mencionados, de mezclas de reacción que se han obtenido calentando sales de ácidos benzolcarbónicos, si se disuelven las mezclas en agua o disolventes
25. acuosos, en caso dado se filtran, se tratan con dióxido de carbono bajo presión, ventajosamente con calor, y la precipitación se separa bajo presión de dióxido de carbono. Los residuos que se obtienen de la solución del filtrado, en caso dado después de agregar ácido
30. benzolcarbónico fresco, por evaporización, en caso dado en mezcla con ácido benzolcarbónico fresco pueden ser conducidos de nuevo al tratamiento térmico.
- La ejecución del procedimiento se puede efectuar calentando las sales exentas de agua, especialmente
35. las sales de potasio o talio, de ácidos benzolcarbónicos, como ácido benzoico, ácido ftálico, ácidos hemimelítico, trimelítico, trimesínico, melofánico, prenítico, piromelítico, ácido benzolpentacarbónico y ácido melítico y los ácidos en mezcla con carbonatos, oxalatos o
40. hidróxidos de metales, por ejemplo potasio o talio, a



temperaturas elevadas, convenientemente superiores a 300°, especialmente a unos 370 hasta 410°. Convenientemente se efectuara esto mezclando bien y excluyendo oxigeno y agua, en presencia de catalizadores, ventajosamente bajo presiones de dióxido de carbono de aproximadamente 2 hasta 100 atm.

Como catalizadores se utilizan por ejemplo los óxidos o sales de cinc, cadmio y hierro bivalente, especialmente los halogenuros y las sales de ácidos orgánicos, ventajosamente las de los ácidos benzolcarbónicos que sirven como materias iniciales. También son adecuados los óxidos de manganeso y Cerio.

De la mezcla de reacción, que además del tereftálato de potasio o talio contiene poco ácido benzolcarbónico sin sedimentar, se efectua la separación del ácido tereftálico, por ejemplo en forma tal, que la mezcla se disuelve en agua o disolventes acuosos, por ejemplo metanol acuoso o alcohol etílico, convenientemente con calor, De las partes sin disolver residuales, tales como productos de carbonización y componentes del catalizador, se puede filtrar si se desea. Del residuo se puede extraer el catalizador, ventajosamente por tratamiento con una solución caliente del ácido benzolcarbónico que sirve para la transposición y ulterior lavado con agua caliente. El extracto, en caso dado junto con la lejía madre obtenida durante la separación del ácido tereftálico, se vaporiza. El catalizador se puede separar de la mezcla con residuos carboníferos también por tratamiento con disolventes orgánicos de las materias acompañantes, por ejemplo con carbono



sulfúrico.

75. El filtrado del producto de reacción, separado de lo no disuelto, se trata en un recipiente cerrado con dióxido de carbono presando el gas a presiones hasta unas 60 atm. separandose el ácido tereftálico en la mezcla con sal ácida prácticamente cuantitativamente. Las presiones especialmente adecuadas se encuentran entre aproximadamente 5 y 50 atm. La precipitación se separa entonces bajo presión de dióxido de carbono, por ejemplo, filtrando, centrifugando o aspirando y destensando al mismo tiempo. El ácido tereftálico se obtiene entonces, según la posición del correspondiente equilibrio de la hidrólisis en forma de una mezcla de ácido libre y tereftalato de potasio-hidrógeno. Diluyendo la solución y calentando, así como sometiendo a presión de dióxido de carbono, se puede desplazar el equilibrio totalmente al lado del ácido tereftálico libre. La precipitación se lavará convenientemente de nuevo con agua caliente y se secará.
- 80.
- 85.
90. El ácido tereftálico así obtenido es de un elevado grado de pureza y se puede seguir utilizando directamente, por ejemplo, para la fabricación de fibras artificiales. El filtrado, si se desea, se puede reunir con el agua de lavado y tratada con una cantidad de ácido benzolcarbónico correspondiente al contenido de potasio o talio calculado y, en caso dado, ser vaporizado junto con las soluciones que contienen al catalizador ya arriba mencionadas. El residuo se puede entonces, sin necesidad de añadir catalizador, someter al tratamiento térmico para la transposición del ácido en ácido tereftálico.
- 95.
- 100.



tálico. Pero también se pueden vaporizar directamente los filtrados y utilizar el carbonato de potasio y binarbonato potásico así obtenido, después de mezclar con un ácido benzolcarbónico, como materia inicial para el tratamiento térmico.

105.

Las partes mencionadas en los ejemplos son partes en peso.

EJEMPLO 1.

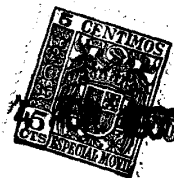
110. 240 partes de una mezcla de reacción, obtenida por el calentamiento de 242 partes de ftalato dipotásico a 405° bajo una presión de dióxido de carbono de 24 atm en presencia de polvo de cinc como catalizador, se introducen en 500 partes de agua. La solución se libera del catalizador no disuelto por aspiración y se pone en un recipiente agitador a presión, a temperatura de ambiente, bajo una presión de 20 atm. de dióxido de carbono. Se sigue apretando, mientras se agita, tanto dióxido de carbono de 20 atm. hasta que no se efectue más recepción de presión. Después se separa el precipitado obtenido bajo presión con un filtro de aspiración bajo presión. La precipitación se trata varias veces con agua caliente y se seca. En el filtrado diluido en agua se vuelve a prensar dióxido de carbono y el precipitado formado se separa como antes mencionado y se lava con agua. Después de secar se obtienen en total 160 partes de ácido tereftálico. En el filtrado reunido con las aguas de lavado se introducen 145 partes de anhídrido de ácido ftálico. Se vaporiza la solución y el residuo se seca a 180°. Se obtienen 238 partes de ftalato dipotásico que calentando se pueden transformar en ácido tereftálico.

115.

120.

125.

130.



EJEMPLO 2.

135. 242 partes de la mezcla de reacción obtenida según el ejemplo 1 se introducen, en calor, en 500 partes de agua y 200 partes de metanol, la solución se filtra del catalizador no disuelto y se introducen en un recipiente bajo presión, en el que se oprime dióxido de carbono de 10 atm. Cuando después de ulteriores prensados la presión no se reduce, se centrifuga bajo presión. La precipitación se hierve con agua caliente, el filtrado
140. se trata, después de añadir agua, nuevamente con dióxido de carbono y la precipitación formada se separa como arriba descrito. Después de lavar las precipitaciones con agua caliente y ulterior secado se obtienen en total 145 partes de ácido tereftálico de elevado grado de pureza.
145. El filtrado y el agua de lavado se elaboran con 148 partes de anhídrido de ácido ftálico como se ha descrito en el ejemplo 1.

N O T A

150. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una patente
155. presentada en Alemania con fecha 3 de mayo de 1955, nº B 35597, acogiendo por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en
160. España: "Procedimiento para la obtención de ácido



tereftálico"; caracterizándose por lo siguiente:

165. 1ª.- Procedimiento para la obtención de ácido tereftálico, por calentamiento de sales de ácidos benzolcarbónicos, en caso dado en presencia de un catalizador y bajo presión de dióxido de carbono aumentada, caracterizándose porque después del tratamiento térmico el producto de reacción se disuelve en agua o disolventes acuosos, en caso dado se filtra, se trata con dióxido de carbono bajo presión, ventajosamente con calor, y la precipitación se separa bajo presión de dióxido de carbono.

175. 2ª.-Procedimiento, según reivindicación 1ª, caracterizándose porque el filtrado obtenido después de la precipitación y separación bajo presión del ácido tereftálico se vaporiza después de añadir el ácido benzolcarbónico, que sirve como material inicial, y los residuos obtenidos se someten nuevamente al tratamiento térmico.

180. 3ª.- Procedimiento, según reivindicación 1ª y 2ª, caracterizándose porque del residuo carbonífero que queda después de filtrar el producto de reacción disuelto se recupera el catalizador, convenientemente por tratamiento con el ácido benzolcarbónico que sirve como material inicial.

185. 4ª.- Procedimiento para la obtención de ácido tereftálico; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria que consta de siete hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 14 ABR 1952

BADISCHE ANILIN-& SODA-FABRIK, Aktiengesellschaft

J. GÓMEZ ACEBO Y MODET  
P. P.