

233307

PATENTE DE INVENCION

29 EN



2.33307

MEMORIA DESCRIPTIVA

sobre:

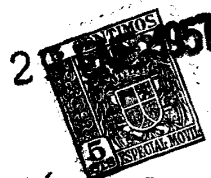
"Procedimiento para la obtención de ácido tereftálico".

=====

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

=====

- Es sabido, que se obtienen sales ácido tereftálicas si las sales, especialmente las sales potásicas, de otros ácidos benzolcarbónicos, por ejemplo ácido ftálico, ácido benzoico y ácido isoftálico, se calientan, convenientemente en presencia de catalizadores, y, en caso dado, de dióxido de carbono u otros gases inertes.
- Además es sabido, que en lugar de las sales terminadas de los ácidos carbónicos a transponer se pueden someter, como materias iniciales, al tratamiento térmico también los ácidos libres o sus anhídridos en mezcla con carbonato
- 5.
 - 10.



potásico o hidróxido potásico. La elaboración, el aislamiento del ácido tereftálico del producto de reacción sólido se efectúa generalmente disolviendo el producto y precipitando el ácido tereftálico mediante la acidificación de la solución con ácidos que son más fuertes que el ácido tereftálico, especialmente con ácido clorhídrico o con ácido sulfúrico. El potasio se pasa entonces a la sal del ácido más fuerte empleado y queda así perdido para la preparación de nuevas mezclas para la transposición, a no ser que la sal precipitada por ulteriores procesos de trabajo se transforme en el hidróxido o carbonato.

Se ha descubierto que en forma sencilla se puede recuperar el potasio si el producto de reacción obtenido esencialmente por el calentamiento de sales potásicas de otros ácidos carbónicos aromáticos, mono-nucleares distintas al ácido tereftálico, ventajosamente en presencia de catalizadores y en caso dado de dióxido de carbono o mezclas de dióxido de carbono-nitrógeno, se disuelve en agua o disolventes acuosos hasta formar una solución tereftálica saturada, ésta, en caso dado después de separar los residuos insolubles, se trata con carbonato sódico, hidróxido sódico o sales de sodio de los ácidos carbónicos a transponer, se separa el tereftalato sódico obtenido, la solución restante se evapora, en caso dado después de agregar ácido carbónico fresco a transponer, el residuo, en caso deseado con nuevo catalizador, se vuelve a someter al tratamiento térmico y del tereftalato sódico separado se libera en forma usual el ácido tereftálico mediante acidificación con ácidos

233307



más fuertes.

- Como ácidos carbónicos aromáticos mononucleares que se pueden emplear como materia inicial en forma de sus sales compuestas esencialmente de compuestos potásicos se pueden emplear, además del ácido tereftálico todos los demás ácidos benzolcarbónicos, tales como ácido benzoico, ácido ftálico, ácido hemillítico, ácido trimellítico, ácido trimesínico, ácido mellofánico, ácido prenítico, ácido piromellítico y ácidos mellíticos.
5. También son adecuadas las sales demezclas de estos ácidos benzolcarbónicos, por ejemplo aquellas que se obtienen por oxidación de xilol en bruto.
- 10.

- El tratamiento térmico de las materias iniciales se efectua en forma en sí usual, por ejemplo calentando las materias iniciales, preferentemente en presencia de 0,1 hasta 10% en peso de catalizador (según la clase del catalizador empleado), por ejemplo óxidos, carbonatos, halogenuros o sales orgánicas, especialmente sales de los ácidos carbónicos empleados como materia inicial, del cinc, cadmio o hierro bivalente, convenientemente en presencia de dióxido de carbono o mezclas de dióxido de carbono-nitrógeno, en caso dado bajo presión, a temperaturas de unos 350 hasta 450°.
- 15.
- 20.

- El producto de reacción sólido se disuelve entonces en agua o disolventes acuosos, por ejemplo metanol acuoso, de manera que se obtenga una solución saturada. Ventajosamente se trabaja aquí con calor bajo presiones normal o aumentada, por ejemplo a temperatura de ebullición, ya que así tarda menos en disolverse. La solución saturada también se puede obtener preparando
- 25.
- 30.



primero una solución diluída y concentrando ésta hasta la saturación.

- La solución saturada, ventajosamente después de haberse liberado de residuos que han quedado insolubles, tales como partículas de catalizador y residuos carbonosos, se trata con carbonato sódico, hidróxido de sodio o las sales sódicas de los ácidos benzolcarbónicos iniciales, donde en lugar de las sales sódicas terminadas de los ácidos carbónicos aromáticos mononucleares también se pueden emplear mezclas de compuestos que formen estas sales, por ejemplo, mezclas de ácidos benzolcarbónicos e hidróxido sódico o carbonato sódico. Los compuestos sódicos se agregan en caliente, ventajosamente a temperatura de ebullición, a la solución saturada en forma sólida o disuelta en tales cantidades que el contenido de los iones sódicos bien corresponda al contenido de iones potásicos contenidos en la solución o bien sea algo superior, por ejemplo 20% sobre la cantidad calculada.
5. De la solución de reacción se separa la precipitación compuesta de tereftalato disódico, por ejemplo por filtración o centrifugado. Convenientemente se efectuará la separación por etapas, por ejemplo filtrando la mezcla caliente mantenida a temperatura de trabajo, se deja enfriar el filtrado y filtrando de nuevo la sal que se precipita de la solución sobresaturada en tereftalato disódico. El último filtrado enfriado, que contiene toda la cantidad de iones potásicos y pequeñas cantidades de iones sódicos, se vaporiza, en caso dado después de agregar la cantidad equivalente de los ácidos
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.

29.ENE.1957

- 5 -

233307



- benzolcarbónicos, empleados como ácidos iniciales, o de sus anhídridos. El residuo seco obtenido se compone esencialmente de sales potásicas adecuadas para la transposición y contiene solamente pequeñas cantidades de sales sódicas cuya cantidad no molesta la transposición.
- 5.

El residuo, en caso deseado después de agregar nuevo catalizador, se conduce de nuevo al tratamiento térmico.

10. De las fracciones de tereftalato disódico separadas se puede obtener el ácido tereftálico en la forma usual.

- Por ejemplo se puede disolver la sal en agua y liberar el ácido tereftálico mediante acidificación con un ácido más fuerte que el ácido tereftálico, por ejemplo, con ácidos minerales.
- 15.

Las partes mencionadas en los ejemplos son partes en peso.

EJEMPLO 1.

20. 133 partes de ftalato dipotásico se calientan en presencia de 2,5 partes de óxido de cadmio como catalizador, bajo una presión de dióxido de carbono de 24 atm. a 422°. La mezcla de reacción obtenida se disuelve en 300 partes de agua. Después de filtrar del catalizador no disuelto y algo de residuo carbonoso finamente distribuido, lo que contribuye a aclarar la solución, se calienta la mezcla de reacción a 100°. Agitando bien se agregan entonces en el transcurso de 15 minutos 53 partes de carbonato sódico libre de agua. Se precipita entonces una precipitación blanca cristalina de tereftalato disódico que se filtra después de 10 minutos. El
- 25.
- 30.

233307

29



- en un recipiente a presión calentado eléctricamente bajo una presión de dióxido de carbono de 25 atm durante 4½ horas a una temperatura de 435°. Durante la destensión y condensación fraccionada del gas se obtienen 61 partes del bencol formado por desproporción. El producto de reacción suelto, de color gris, que asciende a 181,5 partes, se disuelve en 450 partes de agua a la temperatura de ebullición. Se filtra del residuo insoluble que esencialmente se compone de compuestos de cinc y pocos productos de reacción carbonosos, el residuo se trata con solución de ácido benzoico caliente y se lava con agua caliente. El agua de lavado y el extracto ácido benzoico se reúnen y se siguen empleando como se indica más abajo.
15. En la solución de filtrado se agitan a la temperatura de ebullición 203 partes de benzoato sódico y la mezcla se calienta agitando en un recipiente agitador de presión durante 1 hora a 140°. Se deja entonces enfriar y se centrifuga el tereftalato disódico precipitado. El residuo del centrifugado se lava con poco metanol, se suspende en agua y se acidifica con ácido sulfúrico. El ácido tereftálico se separa en caliente, se lava bien con agua caliente y se seca. Se obtienen 118 partes de ácido tereftálico. Del filtrado se obtienen al enfriar 4,5% en peso de la cantidad de ácido ftálico empleado, que se separan y se pueden volver a emplear en el siguiente ensayo.

30. La solución de filtrado que queda después de centrifugar el tereftalato sódico, que se compone principalmente de benzoato potásico, se reúne con la



solución de lavado metanólica y con el mencionado residuo carbonoso insoluble en agua obtenido, y todo ello se vaporiza hasta secar. El residuo se somete, para la transposición a tereftalato, al tratamiento térmico descrito.

5.

N O T A

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 presentada en Alemania con fecha 3 de marzo de 1956, nº B 39.364 IVb/12 o, acogiéndose 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 España: "Procedimiento para la obtención de ácido tereftálico"; caracterizándose por lo siguiente:

10.

15.

20.

12.- Procedimiento para la obtención de ácido tereftálico mediante calentamiento de sales compuestas esencialmente de compuestos potásicos de otros ácidos carbónicos aromáticos mononucleares, ventajosamente en presencia de catalizadores y en caso dado de dióxido de carbono o mezclas de dióxido de carbono-nitrógeno, caracterizado porque el producto de reacción se disuelve en agua o disolventes acuosos hasta formar una solución tereftálica saturada, ésta, en caso dado después de separar los residuos insolubles, se trata con carbonato

25.

30.

233307 29



5. sódico, hidróxido sódico o sales de sodio de los ácidos carbónicos a transponer, se separa el tereftalato sódico obtenido, la solución restante se evaporiza, en caso dado despues de agregar ácido benzolcarbónico inicial, el residuo, en caso deseado con nuevocatalizador, se vuelve a someter al tratamiento térmico y del tereftalato sódico separado se libera en forma usual el ácido tereftálico mediante acidificación con ácidos más fuertes.

10. 2ª.- Procedimiento, según reivindicación 1ª, caracterizado porque las soluciones del producto de reacción esencialmente compuestas de tereftalato potásico saturadas en caliente, ventajosamente a temperatura aumentada y, en caso dado, bajo presión, se tratan en la misma zona de temperatura con carbonato sódico, 15. hidróxido sódico o las sales sódicas de los ácidos carbónicos aromáticos mononucleares a transponer.

20. 3ª.- Procedimiento, según reivindicaciones 1ª y 2ª, caracterizado porque la solución saturada a temperatura elevada, que esencialmente se compone de tereftalato potásico, se trata con mezclas de aquellos compuestos, de los cuales se puede formar la sal sódica del ácido carbónico aromático mononuclear a transponer.

25. 4ª.- Procedimiento para la obtención de ácido tereftálico; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria que consta de nueve hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

29 ENE. 1957

BADISCHE ANILIN-& SODA-FABRIK
Aktiengesellschaft.

J. GÓMEZ ACEBO Y MODESTO
P.P.