

318306



318306

MEMORIA DESCRIPTIVA

DE

PATENTE DE INVENCION

EN

ESPAÑA

por veinte años

a favor de WERNER & PFLEIDERER y VEB CHEMISCHE WERKE BUNA

con domicilio en STUTTGART- Theodorstrasse, 10 y Schkopau u.
MERSEBURG -

de nacionalidad Alemana

por " PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE SALES AL-
CALINAS DEL ACIDO TEREFTALICO MEDIANTE ISOME-
RIZACION TERMICA"

de la que es inventor, los Sres. Prof.Dr.Dr.h.c.JOHANNES NELLES;
Dr e.h. CARL-AUGUST SCHUMACHER
Dr.REINHARD STREICHER
Sr.PAUL DRESCHER, y
Sr. HEINZ HERRMANN.

Reivindicandose prioridad de la solicitud alemana de 5
de Marzo de 1.965 n° W 38 692 IVb/12o.

318306



Se pueden fabricar ácidos bicarbónicos, por ejemplo ácidos tereftálicos, ácidos bicarbónicos de naftalina, ácidos difenil-bicarbónicos, ácidos ciclohexanbicarbónicos o ciclopentanbicarbónicos o ácidos piridinabicarbónicos o similares ácidos orgánicos de la serie aromática, cicloalifática o heterocíclica con uno o varios anillos por el hecho de que las sales de ácidos carbónicos cíclicos e isomeros o de adecuados ácidos mono o tricarbónicos cíclicos o mezclas de los mismos son calentadas hasta temperaturas de más de 300°C. De las sales surgidas pueden liberarse los mencionados ácidos bicarbónicos, por ejemplo por medio de aciculación.

El calentamiento por ejemplo, de sales alcalinas del ácido benzoico o del ácido o-ftálico, bajo presión normal o aumentada y con o sin catalizadores, sirve para fabricar ácido tereftálico. En este caso es de gran importancia un calentamiento uniforme y rápido de las sustancias de partida participantes en la reacción química, hasta la correspondiente temperatura de reacción, para conseguir una elevada explotación.

La sal alcalina de un ácido carbónico del benzoil introducida en el aparato, pasa durante la reacción química fases de distinta consistencia. El producto de partida está primeramente pulverizado, granulado, aglomerado, previamente formado como pasta o de otra forma y se ablanda al aumentar la temperatura convirtiéndose en una masa pastosa que consiste en una mezcla de partículas sólidas y espesamen-

318306 80



te líquidas. Aquí es donde comienza la reacción de isomerización y la masa espesa, conforme va progresando la reacción se convierte en un sólido pastel.

5 Por este motivo y por ejemplo, para realizar esta reacción según DWP 32975 en gran escala técnica se introduce material base muy pulverizado en un autoclave provisto de un agitador especial, para que dicho material, al calentarse a través de la pa-
10 red del autoclave se mantenga pulverizado durante todas las fases de reacción.

Según DAS 1 062 701 se conoce además un horno de cinta de acero de trabajo continuo sobre cuya cinta se coloca la materia base previamente formada ca-
15 lentando después por medio de elementos eléctricos dispuestos en el interior del horno hasta llegar a la temperatura de reacción. Las piezas formadas y conglomeradas después de la reacción sobre la cinta pasan por dispositivos de trituración y son sacadas
20 del horno.

Además se conoce a base de DAS 1 155 770 realizar la reacción de isomerización en un reactor de torbellino.

Según la patente de CSSR 89919 se propone rea-
25 lizar la reacción de modificación de o-ftalato bipo-
tásico en un aparato de tornillo de dos ejes con tornillos de marcha opuesta.

Estos procedimientos conocidos van acompañados todos de grandes inconvenientes.

30 Al realizar la reacción en un autoclave con agi-

318306 80



tador especial sólo es posible un trabajo discontinuo. Por la dificultad de introducción del calor de reacción, el reactor no puede ampliarse por dimensiones relativamente pequeñas. También el manejo y cuidado de los autoclaves exige mucho trabajo.

El horno de cinta de acero como aparato de reacción exige por ejemplo por la deformación de la sustancia de partida una fase adicional de trabajo, técnicamente costosa. Además los productos permanecen en el horno durante varias horas y el desigual calentamiento conduce a transformaciones diferenciadas. Sobre todo al hacer funcionar el horno bajo presión se consigue una solución técnica para realizar la isomerización térmica únicamente por dispositivos complicados.

En la reacción de isomerización en el reactor de torbellino no se puede evitar que, debido a la fase de fusión de la reacción, después de un breve funcionamiento del reactor se conglo meren partes del producto en movimiento precisando continuamente interrupciones para limpiar el aparato.

Con un aparato de tornillo de dos ejes, cuyos tornillos marchan en sentido opuesto, si bien es posible un proceso continuo, no se puede conseguir ningún tiempo uniforme de permanencia por la marcha opuesta de los tornillos, durante la mezcla o mezclado transversal necesario para la homogenización de la temperatura. Por lo tanto, parte del género de reacción queda demasiado tiempo en la zona de reacción, se aglomera y conduce a obstrucciones y descomposiciones que

318306



pueden parar rápidamente el proceso continuo.

Se ha encontrado, pues, que las sales alcalinas de ácidos carbónicos del benzol o de otros ácidos carbónicos cíclicos, por ejemplo de ácido o-ftálico pueden transformarse ventajosamente em ácido tereftálico mediante isomerización térmica con o sin presión en presencia o ausencia de catalizadores y gases protectores de forma continua en un aparato de tornillo, en cuanto dicha isomerización se realice en un aparato de tornillo con dos o varios tornillos de marcha idéntica enganchados entre sí. Por esta disposición se consigue una intensa limpieza propia de los tornillos y un tiempo de permanencia uniforme del producto de reacción.

A través de dispositivos sencillos o especiales de entrada 1 una sal alcalina de un ácido carbónico del benzol es conducida a un aparato de tornillo 2; un tornillo dosificador 3 puede utilizarse como precalentador para la sal. El precalentamiento sin embargo puede realizarse tambien en la parte delantera 4 del tornillo de reacción 4. En el aparato 2 pasa la sal alcalina por una zona de calentamiento 4, una zona de fusión 5 y una zona de reacción 6. Sobre una eliminación de gases 7 se expulsan tanto los gases de reacción liberados como el aire introducido junto con el producto. Puesto que en una transformación completa de la sal alcalina del ácido carbónico del benzol en una sal alcalina del ácido tereftálico, éste se endurece enseguida inutilizando el aparato la reacción no se puede realizar



318306

5 hasta la transformación completa. La interrupción de la reacción se consigue enfriando hasta llegar a un valor inferior a la temperatura de reacción. De esta forma queda cierta parte del producto primitivo en el material extraído que puede estar entre 5 y 50%, preferentemente entre 8 y 18%, sobre todo de 12% y que obtiene la consistencia de la fase de fusión. En este estado el producto es sacado del aparato 2 a través de dispositivos sencillos y
10 especiales 8 a propósito y conducido a cubas de disolución. La parte no transformada del material base es conducida nuevamente a la isomerización térmica a lo largo de la recuperación del álcali. Por el estrecho espectro del tiempo de permanencia en el
15 tornillo, es decir en el aparato, no puede producirse carbón como producto secundario.

El aparato de tornillo presenta un sistema de varios ejes de acuerdo con la finalidad, por ejemplo un sistema de tornillo doble del tipo ZSK de la
20 firma Werner & Pfleiderer.

El calentamiento de los tornillos se efectúa eléctricamente a través de las paredes exteriores; adicionalmente puede realizarse un calentamiento de los tornillos desde el interior. Se consigue un
25 intenso mezclado transversal del producto, para la mejor introducción del calor, dotando los tornillos de marcha uniforme de sector en sector con platos amasadores y elementos de contrarosca.

También pueden utilizarse los tornillos que es-
30 tén contruïdos totalmente o en parte como platos

318306



amasadores. Los pasos de rosca engranan mutuamente de tal manera que quede garantizada una propia limpieza en todas las partes. Los cantos exteriores del perfil de los tornillos o platos amasadores
5 recogén el producto de reacción de la pared del aparato. El juego de los tornillos entre sí y con la pared del aparato sólo puede ser de 0,3 mm. De esta forma se consigue una buena transmisión del calor desde la pared del aparato al interior de la máquina. Mediante pasos de rosca en disminución, contrarrosca, ranura variable en la apertura de salida u oprimiendo gas inerte puede emplearse la máquina como aparato de presión hasta 100 atm. y más.

EJEMPLO 1

15 Una máquina de doble tornillo de la firma Werner & Pfleiderer del tipo ZSK 53 con rosca izquierda y juego amasador es calentada eléctricamente hasta 400°C. Sobre una dosificación sacudida y un tornillo de calentamiento previo se introduce en el aparato del tornillo principal o-ftalato bipotasito que contiene 3%
20 de peso de carbonato de cadmio. El aire introducido junto con el producto y parte de los gases que surgen durante la reacción escapan sobre una boca de salida. Con una revolución de 200 por minuto y un tiempo de permanencia de unos 5 minutos se obtienen 25 kg/h
25 de producto de isomerización. Este consiste en 70% tereftalato bipotásico, 20% o-ftalato bipotásico y 10% productos restantes. A causa del corto tiempo de permanencia no se puede formar en segundo lugar carbón.
30

318306



EJEMPLO 2.

En una máquina de tornillo doble como en el ejemplo 1 se introduce o-ftalato bipotásico que contiene 1% de peso de cloruro de cinc, a través de dos esclusas de presión al tornillo de calentamiento previo. La estructura de presión se efectua añadiendo óxido bicarbónico despues de llenar la primera esclusa. La eliminación del producto de reacción tambien se efectúa a través de esclusas de presión. La composicion del producto de reacción arroja 82% tereftalato bipótásico, 10% o-talato bipotasico y 8% substancias restantes.

EJEMPLO 3.

En la misma máquina de tornillo doble como en ejemplo 1 se introduce benzoato potásico que contiene 2% de peso de óxido de cadmio, sobre dosificación sacudida y tornillo precalentador. Bajo las mismas condiciones como en ejemplo 1 se obtiene un producto de reacción que se compone de 87% tereftalato bipotásico, 8% benzoato potásico, 5% substancias restantes. El benzol que se produce en la reacción es eliminado en forma de gas de un depósito anexo a la salida del tornillo y se licua a través de un refrigerador.

EJEMPLO 4.

Bajo las condiciones del ejemplo 1 se introduce bajo una presión de 50 atm en la máquina de tornillo doble softalato bipotásico que contiene 3% de peso de cloruro de cadmio. El producto de reacción contiene 70% tereftalato bipotásico, 20% softalato bipotásico

318306



y 10% substancias restantes.

N O T A

Se reivindicán como propios y nuevos para que sean objeto de una Pateten de Invención en España por veinte años; reivindicándose la prioridad de la Patente depositada en Alemania el 5 de Marzo de 1965 bajo el N^o W 38 692 IVb/12o, los puntos siguientes:

5
10
15
1.- Procedimiento para la fabricación de sales alcalinas del ácido tereftálico mediante isomerización térmica, en presencia o ausencia de catalizadores de sales alcalinas de ácidos carbónicos de benzol con o sin presión en un aparato de tornillo de varios ejes, calentable, caracterizado porque la isomerización se efectúa en un aparato de tornillo con dos o más tornillos de igual marcha que engranan muy juntamente.

20
2.- Procedimiento para la fabricación de sales alcalinas del ácido tereftálico mediante isomerización térmica, según reivindicación 1, caracterizado porque una parte de 5 a 50% del producto primitivo, convenientemente de 8 a 18%, sobre todo de 12% no es isomerizada, para conservar la fase de fusión del género de reacción.

25
3.- Procedimiento para la fabricación de sales alcalinas del ácido tereftálico mediante isomerización térmica, según reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque se trabaja con presiones de 1 a 150 atmósferas.

30
4.- PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE SALES ALCALINAS DEL ACIDO TEREFTALICO MEDIANTE ISOMERIZA-

318306



ACION TERMICA.

Todo conforme se describe en la memoria que antecede, se ilustra como ejemplo de ejecución en los planos unidos a ella y se reivindica en su NOTA.

5 Esta memoria consta de diez hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara y planos que la acompañan.

Madrid, 8 de Octubre de 1.965

WERNER & PFLEIDERER y

VEB CHEMISCHE WERKE BUNA

P. A.
ERNESTO BOTELA MONTOYA
P. P.

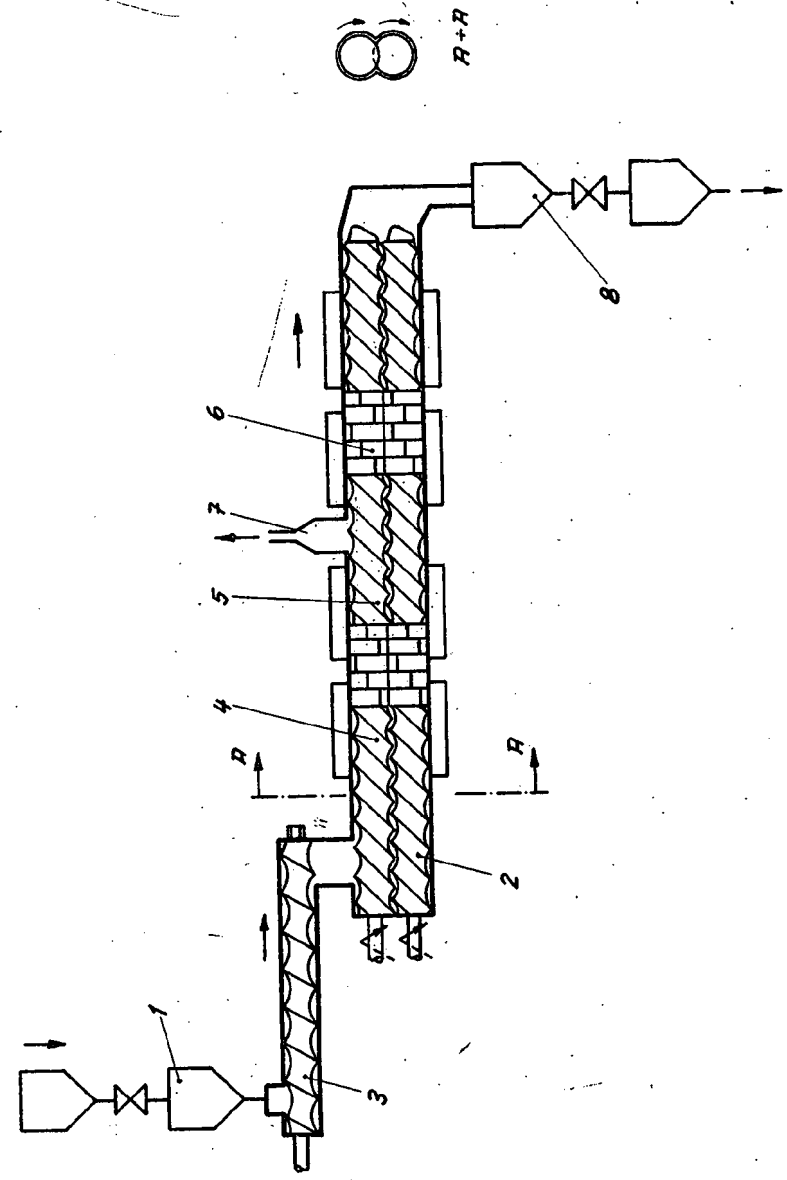


HOJA UNICA

VERNER & PFLEIDERER Y VEB CHEMISCHE WERKE BUNA

318306

30707



ESCALA VARIABLE
 Madrid 8 OCT 1958
 ERNESTO GONZALEZ MONTOLAN
 E. G.