

PATENTE DE INVENCION

USSN 456.219.

32 6853

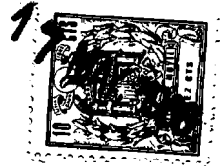


Memoria Descriptiva
sobre

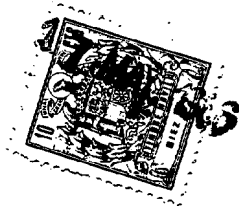
"Procedimiento de purificación de ácido policarboxílico
aromáticos"

Solicitante: STANDARD OIL COMPANY,
entidad norteamericana, residente en
910 South Michigan Avenue, Chicago,
Illinois, 60680, EE.UU.de A.

5. Esta invención se relaciona con la purifi-
cación de ácidos aromáticos policarboxílicos y más
particularmente con la preparación de ácido aromá-
tico policarboxílico dotado de una pureza suficien-
te para la directa esterificación con dioles para



- producir superpoliésteres. El procedimiento de la presente invención es aplicable a la purificación de ácidos aromáticos policarboxílicos, tales como por ejemplo tereftálico, trimésico, isoftálico,
5. naftaleno-dicarboxílico, trimefítico, melítico, etc. El procedimiento se describe aquí aplicando a la purificación de ácido tereftálico crudo para producir ácido tereftálico de una calidad de grado fibroso; sin embargo, esto no debe considerarse como limitación del procedimiento.
10. Los poliésteres de ácido tereftálico de elevado peso molecular con varios dioles tienen una amplia aplicación como fibras de Dacron, Terylene, Kodol y Vycron y como película de Mylar. Estos superpoliésteres, descritos por primera vez en la
15. patente estadounidense nº 2.465.319, de Whinfield y Dickson, han sido preparados anteriormente a partir de tereftalato dimetílico, que es transesterificado con el adecuado diol, tal como etilén glicol, y luego policondensado para formar el superpoliéster. La preparación de poliésteres mediante tereftalato dimetílico se ha considerado como operación esencial en razón a los requisitos excepcionalmente elevados de pureza impuestos sobre el poliéster.
20. Con la aparición de perfeccionados procedimientos de fabricación de ácido tereftálico, se ha prestado mucha atención a la obtención de poliésteres mediante directa esterificación de ácido tereftálico con el diol. Esto tiene unas manifiestas ventajas en cuanto a sencillez y economía en comparación
25. 30.

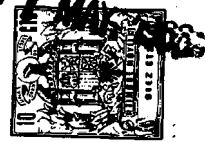


- con el procedimiento mediante tereftalato dimetílico. Sin embargo, hasta ahora sigue habiendo una seria dificultad en la obtención de ácido tereftálico de adecuada pureza. A menos que el ácido tereftálico
5. inicial esté virtual y completamente libre de contaminadores extraños, el poliéster tendrá un punto de fusión demasiado bajo y será de color insatisfactorio.
10. Se supone que las impurezas del ácido tereftálico son de dos tipos. En primer lugar, el compuesto 4-carboxibenzaldehído, un producto intermedio formado cuando se obtiene ácido tereftálico a partir de la oxidación de paraxileno u otro benceno alquílico para-disustituído, se sabe que es nocivo respecto a la calidad del poliéster. En segundo lugar, unos cuerpos cromáticos sin identificar, posiblemente de la estructura del bencilo o fluoronona, se encuentran ordinariamente presentes como subproductos en pequeñísimas cantidades de muchos
15. procedimientos de producción de ácido tereftálico, produciendo unos poliésteres de color indefinido. Cualquier método de purificación de ácido tereftálico ha de reducir o eliminar tanto el 4-carboxibenzaldehído (4-CBA) como las otras impurezas, tales como los cuerpos cromáticos.
- 20.
25. Se ha descubierto ahora, de acuerdo con la invención, la posibilidad de obtener ácido policarboxílico de una pureza adecuada para su directa esterificación con dioles a fin de producir
30. películas y fibras, a partir de ácido aromático

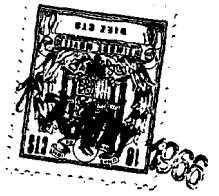


- polycarboxílico impuro que contenga aldehído y otras impurezas mediante hidrogenación catalítica del aldehído y las otras impurezas en el ácido impuro mediante formación de una solución del ácido impuro
5. en agua y el contacto de la solución en presencia de hidrógeno con un catalizador que contenga metal noble, bajo suaves condiciones de hidrogenación y recuperación del ácido purificado en solución así
10. puesto en contacto, conteniendo sustancialmente menos aldehído y otras impurezas mediante cristalización, empleando enfriamiento evaporativo con ritmo controlado. Mediante este procedimiento, hay una reducción química del aldehído, así como una notable destrucción de las impurezas de los cuerpos cromáticos. Sorprendentemente, cuando el ritmo de evaporación del disolvente acuoso de dicha solución se controla, manteniendo una contrapresión, a un ritmo inferior al de desprendimiento de vapor espontáneo y sin controlar, la pureza del ácido
15. cristalizado resulta muy incrementada.
- 20.

- De acuerdo con la presente invención, se proporciona un procedimiento de purificación de ácido polycarboxílico aromático producido mediante oxidación catalítica en fase líquida de hidrocarburos aromáticos polialquílicos para separar indeseable aldehído y otras impurezas, que comprende las operaciones de formar una solución acuosa de dicho ácido conteniendo tales impurezas en agua, el contacto de dicha solución, en presencia de hidrógeno, con un catalizador que contenga metal no-
- 25.
- 30.



- ble, bajo suaves condiciones de hidrogenación, y la recuperación de ácido purificado conteniendo sustancialmente menos de dichas impurezas indeseables mediante cristalización efectuada por evaporación
5. con ritmo controlado del citado agua de dicha solución puesta en contacto. El procedimiento es particularmente adecuado para la purificación de ácidos dicarboxílicos aromáticos, tales como por ejemplo la producción de ácido tereftálico de grado fibroso
10. a partir de ácido tereftálico crudo. El catalizador que contiene metal noble consiste adecuadamente y de modo esencial en carbón vegetal que lleva sustentado del 0,01 al 1,0% en peso de metal noble. Preferiblemente, el soporte de carbón vegetal será
15. uno que tenga un área superficial del orden de 1000 a 2000 m² por gramo aproximadamente. Metales nobles particularmente deseables para su empleo como catalizador, son el platino y el paladio, preferiblemente el último.
20. La presente invención proporciona también un método de purificación de ácido policarboxílico aromático crudo obtenido mediante oxidación catalítica en fase líquida de un hidrocarburo aromático polialquílico con oxígeno molecular en presencia de un catalizador de oxidación metálico pesado,
25. teniendo dicho hidrocarburo aromático por lo menos dos sustitutivos hidrocarburos alquílicos nucleares cuyo carbono ligado al carbono aromático nuclear tenga por lo menos un átomo de hidrógeno,
30. cuyo ácido policarboxílico aromático crudo posee

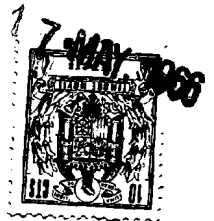


- un contenido en ácido policarboxílico aromático del 99,0% en peso, por lo menos, y preferiblemente del 99,5% en peso, y que tiene como principal impureza un aldehído carboxílico aromático correspondiente
5. al citado ácido policarboxílico aromático, cuyo método comprende la formación de una solución líquida acuosa del referido ácido crudo en agua, el contacto de dicha solución en fase líquida, a una temperatura del orden de 232 a 316°C aproximadamente, y en
10. presencia de hidrógeno, con un catalizador de hidrogenación que contenga metal noble, durante un tiempo suficiente para efectuar una sustancial reducción de dicho aldehído, y la recuperación de ácido purificado conteniendo menos de 125 ppm de dicho aldehído,
15. mediante cristalización efectuada por evaporación con ritmo controlado del citado agua de la solución puesta en contacto.

- De acuerdo con una versión preferida de la presente invención, se proporciona un método
20. de producción de ácido tereftálico de grado fibroso a partir de ácido tereftálico crudo obtenido mediante oxidación catalítica en fase líquida de paraxileno con oxígeno molecular en presencia de un catalizador de oxidación metálico pesado, cuyo ácido
25. tereftálico crudo posee un contenido en ácido tereftálico del 99,0% en peso, por lo menos, y preferiblemente del 99,5% en peso, y que tiene como principal impureza el 4-carboxibenzaldehído, cuyo método comprende la formación de una solución de
30. dicho ácido tereftálico crudo en agua, el contacto



- de la citada solución en fase líquida, a una temperatura del orden de 232 a 316°C y en presencia de hidrógeno, con un catalizador de hidrogenación de carbón vegeta-metal noble, durante un tiempo suficiente para efectuar una sustancial reducción del
5. citado aldehído a ácido para-toluino, y la recuperación de ácido tereftálico de grado fibroso mediante cristalización a partir de la solución puesta en contacto, mediante evaporación con ritmo controlado de agua de la solución.
10. Cuando el ácido tereftálico u otro ácido dicarboxílico aromático a emplear en la producción de superpoliésteres se purifica mediante el procedimiento de la presente invención, se dice que es
15. de una calidad de "grado fibroso". El término "grado fibroso" no indica un grado cuantitativo de pureza, sino más bien describe un ácido tereftálico suficientemente libre de 4-carboxibenzaldehído y otras impurezas para producir un superpoliéster tras la
20. directa esterificación con un diol, que es satisfactorio para el fin pretendido. Así, el poliéster de ácido tereftálico destinado a película transparente o fibra blanca requerirá un ácido tereftálico de pureza notablemente superior a la de los poliésteres destinados a cuerdas de reforzamiento de neumáticos. El contenido adecuado en 4-carboxibenzaldehído (4-CBA) del ácido tereftálico para su empleo en
25. la producción de película y fibra incoloras es inferior a 125 partes por millón aproximadamente,
30. mientras que para cuerdas de neumático puede ser



tan elevado como de 500 partes por millón o incluso superior. El contenido en ácido p-toluico y 4-CBA del ácido tereftálico de grado fibroso es, cada uno de ellos, adecuadamente inferior a 125 ppm, deseablemente inferior a 75 ppm, preferiblemente inferior a 25 ppm e idealmente nulo. El contenido en 4-CBA es más crítico que el de ácido p-toluico.

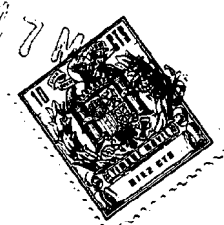
5. El procedimiento de la presente invención tiene una particular aplicación para la purificación de ácido tereftálico producido mediante la oxidación con aire en fase líquida (oxígeno molecular) de paraxileno usando un metal pesado y bromo como catalizador, según se describe en la patente estadounidense nº 2.833.816, de Saffer y colaboradores.
10. El procedimiento de la presente invención puede emplearse también ventajosamente para la purificación de ácido tereftálico por otros procedimientos para la oxidación catalítica en fase líquida de para-dialquilbencenos con oxígeno molecular en presencia de un catalizador de oxidación metálico pesado, tales como los promovidos con acetaldehído o metil-etil-cetona, pues los ácidos tereftálicos producidos por estos procedimientos de oxidación contienen también la impureza de 4-CBA.
15. El ácido tereftálico de cualquier procedencia que contenga 4-carboxibenzaldehído y que sea de color amarillento, puede convertirse en ácido tereftálico de grado fibroso mediante el procedimiento de esta invención.

20. El procedimiento de la invención se rea-
- 25.
- 30.



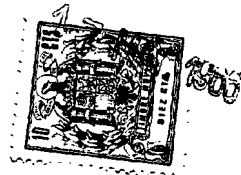
- liza a temperatura y presión elevadas mientras se disuelve el ácido tereftálico en un disolvente polar inerte. Ejemplos de adecuados disolventes incluyen a los ácidos carboxílicos alquílicos de inferior peso molecular y al agua, siendo esta última el disolvente preferido. En razón a su escasa solubilidad en agua, el ácido tereftálico requiere grandes volúmenes de agua o elevadas temperaturas a fin de que sea puesta en solución la cantidad deseada de producción de ácido tereftálico. Por razones de diseño económico del equipo y de explotación del procedimiento, es por consiguiente deseable realizar el procedimiento entre 200 y 371°C aproximadamente, aunque pueden emplearse temperaturas inferiores o superiores en circunstancias particulares. El nivel de temperatura más ventajoso es de 227 a 300°C aproximadamente, por ejemplo de 240 a 288°C. La cantidad de agua necesaria para disolver el ácido tereftálico a diversas temperaturas puede calcularse con la siguiente tabla:

Acido tereftálico, g/100 g. H ₂ O	Temperatura, °C, para la solución
1	185
5	205
10	242
20	259
30	271



- Ordinariamente, el agua del procedimiento no es satisfactoria para su empleo como disolvente acuoso en el procedimiento de la presente invención cuando se usa paladio como catalizador, ni tampoco lo es ordinariamente el agua destilada. Se ha descubierto que el catalizador de paladio es contaminado por minerales disueltos, tales como por ejemplo cobre y otros metales; por consiguiente, es crítico para la duración útil del catalizador de metal precioso empleado para efectuar la particular hidrogenación de esta invención, que tales minerales sean separados del agua a emplear como disolvente. Ventajosamente, el agua, convenientemente condensado de vapor de agua, se desmineraliza hasta un contenido total de sólidos disueltos inferior a 10 partes por millón de partes de agua, preferiblemente inferior a 5 ppm y óptimamente inferior a 1 ppm. El agua puede desmineralizarse por cualquier procedimiento adecuado conocido en el arte, tal como por ejemplo pasando el agua a través de una capa de resina queladora. La duración útil del catalizador de paladio se incrementa grandemente cuando se separan los minerales y en particular el cobre. Es sorprendente que el cobre contamine al paladio, puesto que el cobre en varias formas se sabe que es un catalizador de hidrogenación.
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.

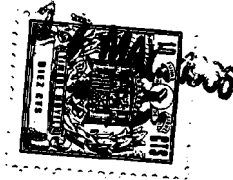
Las condiciones de presión para el procedimiento de esta invención dependen de la temperatura a que se realice el procedimiento. Como las temperaturas a que pueden disolverse cantidades no-



- tables del ácido tereftálico impuro en agua son sustancialmente superiores al punto de ebullición normal del agua, y como la sección de hidrogenación del procedimiento de esta invención ha de llevarse a cabo con el disolvente en fase líquida, la presión será necesariamente bastante superior a la atmosférica.
- 5.
- Es preferible escurrir la solución líquida de ácido a través de una capa del catalizador porque se requiere una baja presión parcial de hidrógeno o energía de activación del hidrógeno, respecto a la requerida cuando la capa de catalizador se utiliza llena de líquido. Puede mantenerse una atmósfera de hidrógeno estática o un flujo, concurrente o a contracorriente, de hidrógeno a través de la cámara del catalizador. Para el método de escurrido o filtración se requieren bajas presiones parciales de hidrógeno en la realización de la sección de hidrogenación del procedimiento de esta invención,
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.
- Para tal método de filtración en la realización de la hidrogenación, no es esencial un flujo continuo o atmósfera de hidrógeno. Sin embargo, para la obtención de los máximos ritmos de hidrogenación, es beneficioso disolver por lo menos algún



- hidrógeno en la solución, convenientemente en el disolvedor ácido, antes de ponerlo en contacto con el catalizador. El procedimiento de esta invención puede practicarse mediante introducción intermitente
5. de hidrógeno en la capa de catalizador extendido durante la introducción continua de la solución acuosa de ácido tereftálico impuro. El mínimo de hidrógeno a introducir intermitentemente es, naturalmente, una cantidad superior a la requerida para la reducción de la impureza disuelta, de manera que la adsorción del exceso de hidrógeno en el soporte catalizador poroso pueda efectuarse simultáneamente. Mediante el procedimiento de purificación de esta invención se consume muy poco hidrógeno.
- 10.
15. De acuerdo con una versión preferida de esta invención, es particularmente ventajoso imponer sobre la solución acuosa objeto de tratamiento una presión superior a la requerida para mantener una fase líquida de la solución acuosa de ácido
20. tereftálico impuro e hidrógeno disuelto. Esta presión adicional impide una cristalización prematura del ácido debido a menores variaciones de presión en el procedimiento que causan vaporización de parte del disolvente. Esto se efectúa fácilmente mediante el uso de un gas inerte y no condensable, tal
25. como nitrógeno. Por gas "inerte" se entiende el gas que no es reactivo con el ácido tereftálico o el hidrógeno o el disolvente. El nitrógeno es un gas inerte conveniente. Un beneficio adicional derivado
30. del uso de nitrógeno consiste en que la dilución del



hidrógeno introducido en el procedimiento de esta invención proporciona una baja presión parcial de hidrógeno reduciendo al mínimo la sobrehidrogenación, tal como por ejemplo saturación de núcleos aromáticos.

5.

Resumiendo lo que antecede con relación a la sección de hidrogenación del procedimiento de esta invención, la presión parcial de hidrógeno empleada en el sistema preferido de escurreo

10.

puede variar entre una atmósfera y 10^5 kg/cm² o más, preferiblemente entre 3^52 y 10^5 kg/cm². Se comprenderá que la energía de activación de hidrógeno puede ser tan grande que produzca una severa hidrogenación causando, por ejemplo, una hidrogenación nuclear del

15.

anillo bencénico del ácido tereftálico, convirtiendo así parte del ácido tereftálico en ácido hexahidrotereftálico (ácido ciclohexano-1,4-dicarboxílico), que es una impureza indeseable. Tales hidrogenaciones severas deben evitarse para impedir la inclusión

20.

de impurezas adicionales a separar en la sección de cristalización. Por consiguiente, deberán emplearse unas suaves condiciones de hidrogenación. Por el término "condiciones suaves de hidrogenación", tal como se emplea aquí y en las adjuntas reivindicaciones,

25.

se entienden unas condiciones de hidrogenación que efectúan la hidrogenación de grupos funcionales aldehídos, pero que no efectúan una notable hidrogenación de grupos carboxílicos o núcleos aromáticos.

30.

El tiempo de tratamiento con hidrógeno,



- o velocidad espacial, dependerá de la pureza inicial del ácido tereftálico, es decir la cantidad de impureza a reducir, de las especificaciones deseadas respecto a grado fibroso impuestas sobre el ácido tereftálico purificado, y de otras condiciones de la hidrogenación, tales como por ejemplo la actividad del catalizador. Ordinariamente, un tiempo de tratamiento, es decir un tiempo de contacto con el catalizador, del orden de 0,001 a 10 horas aproximadamente, y ventajosamente de 0,01 a 2 horas aproximadamente, bastará para la mayoría de las operaciones. Aunque el tiempo de tratamiento no es una variable crítica, ha de tenerse en consideración respecto a la citada hidrogenación severa y a sus efectos secundarios.
- 5.
- 10.
- 15.

- Las condiciones para realizar el procedimiento de esta invención pueden determinarse fácilmente, con relación a una hidrogenación adecuada frente a una demasiado severa, mediante simples ensayos bajo las condiciones seleccionadas a emplear con el particular método de realización del procedimiento de esta invención. Por ejemplo, realizando estos simples ensayos a escala de laboratorio, puede determinarse fácilmente el tiempo de contacto en un sistema fluido, la fuerza accionadora del hidrógeno para un sistema fluido del tipo de filtración, etc., que acentúan la formación de ácido p-toluico y evitan la formación de ciclohexano, ácido 1,4-dicarboxílico hasta un punto más allá del cual este producto secundario es retenido en
- 20.
- 25.
- 30.



el disolvente bajo las condiciones empleadas para la cristalización de ácido tereftálico purificado a partir de la solución tratada con hidrógeno.

- El catalizador de hidrogenación requerido para el procedimiento de esta invención a fin de convertir el grupo aldehído-carbonilo del 4-carboxibenzaldehído (4-CBA) por lo menos a un grupo metilol, por ejemplo para convertir el 4-CBA en ácido p-metilol-benzoico y destruir o hacer inocuas de otro modo las otras impurezas presentes en el ácido tereftálico de alimentación, es preferiblemente un metal noble del Grupo VIII, preferiblemente platino o paladio, sustentado sobre carbón vegetal adsorbente y de elevado área superficial. Se ha observado que hay una amplia variedad de catalizadores que son eficaces y aunque los metales nobles sustentados en carbono son notables, puede hacerse referencia a cualquiera de los textos corrientes sobre hidrogenación o catalizadores para otros materiales que sean catalíticamente eficaces bajo condiciones de hidrogenación en fase acuosa. Sin embargo, ha de tenerse en cuenta que el catalizador empleado deberá ser uno que sea útil para efectuar la hidrogenación bajo suaves condiciones de hidrogenación, tal como aquí se define.
- En "Encyclopedia of Chemical Technology" (Interscience), de Kirk y Ophmer, particularmente en los capítulos sobre Hidrogenación y Catalizadores, se enumeran numerosos catalizadores, como asimismo en "Catalysis", (Reinhold), particularmente en los volúmenes IV y V sobre Hidrogenación, en "Catalytic Che-

326853



-16-

- mistry", de Lohse (Chemical Publishing Co.), particularmente en las secciones sobre los catalizadores metálicos del Grupo VIII, y en patentes tales como la estadounidense nº 2.070.770, de Amend y en la estadounidense nº 2.105.664, de Lazier. Catalizadores ilustrativos incluyen a los metales nobles del Grupo VIII rutenio, rodio, paladio, osmio, iridio y platino, ventajosamente extendidos sobre un soporte tal como carbono activado, por ejemplo carbón vegetal adsorbente.
- 5.
- 10.
- Los catalizadores de hidrogenación metálicos nobles para uso en el procedimiento de la invención han de tener una suficiente actividad hidrogenadora para convertir el grupo aldehído-carbónico del 4-carboxibenzaldehído por lo menos en un grupo metilo, por ejemplo ácido p-metilol-benzoico, y destruir o hacer inocuas de otro modo las demás impurezas presentes en el ácido tereftálico de alimentación. El metal noble sustentado sobre carbón vegetal adsorbente en la proporción del 0,01 al 1,0% en peso, basado en el catalizador total, es adecuado como catalizador de hidrogenación. Ventajosamente, pueden emplearse unos contenidos en metales nobles del orden de 0,05 al 0,5% en peso, siendo el contenido en metal noble preferido del 0,1 al 0,3% en peso, para su empleo en capas de escurrimiento del catalizador. Los contenidos superiores en metal noble tienden a producir una sobrehidrogenación, mientras que las cantidades menores experimentan alguna pérdida en la actividad hidrogenadora.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.

326853



-17-

nadora, en comparación con catalizadores del preferido contenido en metal noble.

El soporte de carbón vegetal adsorbente para el metal noble puede ser cualquier soporte tal que posea una suficiente solidez mecánica y área superficial. Se ha observado que los catalizadores de paladio-carbón vegetal que poseen un contenido en paladio del orden preferido del 0,1 al 0,3% en peso y que tienen también un área superficial muy elevada, del orden de 1000 a 3000 m² por gramo de catalizador, son particularmente adecuados para su empleo en la presente invención.

La solución tratada con hidrógeno es filtrada para separar todo sólido suspendido, tal como finos sustentadores de catalizador y materiales extraños de 5 micras aproximadamente de tamaño y mayores. Los requerimientos en cuanto a filtro se explican más adelante. El ácido purificado es luego recuperado de la solución filtrada. La cristalización es un método conveniente y el preferido para recuperar el ácido purificado. Puede emplearse una cristalización por cargas o continua en la sección de cristalización, explicándose más adelante versiones preferidas de sistemas continuos y por cargas conjuntamente con las figuras mostradas en los dibujos adjuntos. El ácido cristalizado es recuperado mediante centrifugación durante la cual se efectúa una purificación adicional lavando la pasta de la centrifugadora. Los cristales son secados en un horno giratorio hasta un contenido en humedad inferior al 1%

326853
326853



-18-

en peso y preferiblemente del 0,02 al 0,06% en peso, para evitar la formación de pasta durante el subsiguiente almacenamiento y transporte.

- Respecto a los materiales de construcción, es ventajoso usar titanio y/o acero revestido de titanio para superficies metálicas expuestas a soluciones de AT-agua a temperaturas superiores a 177°C aproximadamente. Por debajo de esta temperatura, el acero inoxidable del tipo 304 es satisfactorio, a excepción de para su uso en los tubos secadores, en los que es preferible un acero inoxidable del tipo 316. También es adecuado el poliéster reforzado como material variante para uso a temperaturas inferiores a 121°C aproximadamente.
5. Sorprendentemente, se ha descubierto que el titanio puede emplearse para la protección contra la corrosión en contacto con la solución ácida y protegerse contra la formación de hidruros y desprendimientos bajo condiciones ambientales reductoras en contacto con hidrógeno a temperaturas superiores a 177°C y presiones superiores a 52,7 kg/cm² formándose un revestimiento de óxido azul sobre el titanio. Tales condiciones de temperatura y presión se encuentran en el procedimiento de la presente invención en puntos tales como por ejemplo el precalentador del disolvedor, el disolvedor, el reactor, los filtros, los cristalizadores, tuberías, etc. El revestimiento óxido se forma convenientemente, y se mantiene cuando se requiera, incluyendo una pequeña cantidad de oxígeno, adecuadamente como aire, en la
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



alimentación de la suspensión de disolvente y ácido al precalentador del disolvedor. Todas las partes de titanio en contacto con la solución corrosiva bajo condiciones de corrosión y reducción son así protegidas.

5.

Volviendo ahora a los dibujos, la fig. 1 es una planta esquemática y simplificada de operaciones de una versión preferida de la invención. Las figuras 2 y 3 son plantas esquemáticas y simplificadas de operaciones, que ilustran versiones preferidas de sistemas de cristalización alternativos continuo y por cargas, respectivamente. Se entenderá que estas versiones tienen una finalidad ilustrativa y no deberán considerarse como una limitación del ámbito de la presente invención.

10.

15.

Con referencia ahora a la fig. 1, se transfiere ácido tereftálico (AT) crudo y seco desde la fuente de suministro 10, tal como por ejemplo un silo de almacenamiento, a través del conducto 11, a la tolva 12 pesadora de ácido tereftálico crudo. Desde la tolva pesadora se introduce ácido tereftálico crudo a un ritmo constante en el tanque 14 de suspensión de alimentación mediante el alimentador 14 de ácido tereftálico crudo, que adecuadamente puede ser cualquier alimentador de transferencia de sólidos, tal como por ejemplo un alimentador Star. El alimentador 14 de ácido tereftálico crudo fija el ritmo de alimentación nominal para el procedimiento, pero como tales dispositivos son bastante imprecisos, el ritmo de flujo medio se determina por pe-

20.

25.

30.



- so medido mediante la tolva 12 pesadora del ácido tereftálico. Desde el conducto 16 se añade agua des-mineralizada y recirculada al tanque 13 de suspen-sión de alimentación con control de flujo para pro-
5. porcionar una concentración en suspensión de ácido tereftálico crudo en agua del 15 al 30% en peso apro-ximadamente y preferiblemente del 20 al 25% y, en es-te ejemplo, un 23% aproximadamente en peso de sólidos en total. La retención de la suspensión en el tanque
10. 13 de suspensión de alimentación, de unos 45 minutos a nivel normal es suficiente para amortiguar, las fluctuaciones en los ritmos de alimentación de ácido tereftálico y agua al tanque. La temperatura en el tanque 13 de la suspensión de alimentación se man-tiene a un nivel del orden de 37'8 a 149°C aproxima-damente y preferiblemente de 93'3°C, y la presión es convenientemente próxima a la atmosférica a tem-
15. peraturas inferiores al punto de ebullición del agua, mediante ventilación a la atmósfera. El tanque 13 de
20. suspensión de alimentación está provisto de un agi-tador para establecer contacto entre el ácido tereftá-lico crudo sólido y el agua recirculada, a fin de man-tener una suspensión uniforme.

- La suspensión se retira del tanque 13
25. de suspensión de alimentación a través del conducto 17 y se transfiere mediante la bomba 18 de elevada presión y del conducto 19, a través del precalenta-dor 21. Este precalentador es convenientemente un cambiador de calor de cápsula y tubos, con paso de
30. un tubo. Normalmente, la velocidad de la alimenta-



ción de suspensión por los lados del tubo no es suficiente para mantener a la suspensión; por consiguiente, es ventajoso montar el cambiador de calor verticalmente y emplear un flujo descendente para evitar la pérdida de superficie efectiva en el tubo como resultado de la sedimentación de sólidos. Condiciones adecuadas de temperatura y presión en la salida del precalentador son aproximadamente de 277°C y 69'2 kg/cm², respectivamente. La suspensión precalentada es pasada por el conducto 22 al disolvedor 23.

La corriente de alimentación al reactor se pasa ascendentemente a través del disolvedor 23, que proporciona un tiempo de permanencia de 20 minutos aproximadamente. El disolvedor 23 está provisto de un agitador para suspender los sólidos y mantener el adecuado ambiente para un elevado ritmo de solución del ácido tereftálico crudo en el agua. Del disolvedor 23 rebosa una solución clara de ácido tereftálico en agua a través del conducto 24 al reactor de hidrogenación 26, por gravedad. Esta solución, cuando se forma a partir de una suspensión del 23% en peso aproximadamente de sólidos, contiene unas 13'5 kilos de ácido tereftálico crudo por 45 kilos de agua a 277°C y 69'2 kg/cm². El punto de precipitación (cristalización) para esta solución es de 271°C; por consiguiente, la solución a 277°C es sólo unos 6° aproximadamente más caliente que el punto de precipitación.

La solución de ácido tereftálico crudo



- del conducto 24 fluye continuamente a un recipiente de distribución situado en el espacio superior para el vapor del reactor de hidrogenación 26. El rebosamiento del recipiente escurre sobre el catalizador de paladio sobre carbono. El flujo de hidrógeno es ventajosamente en la misma dirección del flujo de la solución de ácido tereftálico a través de la capa de catalizador; sin embargo, puede emplearse un flujo a contracorriente. La capa es sustentada por una
5. criba aproximadamente equivalente a una malla Tyler de calibre 8. Las partículas de catalizador son de un tamaño tal que un 95% aproximadamente en peso es retenido sobre dicha criba. Sin embargo, se pierde menos del 5% del catalizador de la capa debido a
10. la acción filtrante de esta última. Dentro del recipiente reactor 26 se establece un espacio por debajo de la capa de catalizador para la separación de vapor y el control del nivel líquido. Los vapores efluentes son ventilados directamente a la atmósfera desde este espacio destinado al vapor a través
15. del conducto 38 provisto de válvula, manteniéndose el control del nivel líquido estrangulando esta corriente ventilada.
- 20.
25. A través del conducto 28 se pasa hidrógeno de la fuente de suministro 27, preferiblemente en mezcla con un gas inerte tal como nitrógeno, al precalentador-saturador 29 de gas. También se pasa agua desmineralizada procedente de la fuente de suministro 31, a través de los conductos 32 y 33,
30. al precalentador-saturador 29 de gas, en el que el



gas que contiene hidrógeno es calentado a la temperatura de reacción y saturado con vapor de agua, por lo menos parcialmente y preferiblemente de modo sustancialmente completo. El gas saturado de agua procedente del precalentador-saturador 29 es pasado a través de los conductos 34 y 36 al espacio superior para el vapor del reactor 26 y a través de los conductos 34 y 37 a la sección central del disolvedor 23, de manera que se disuelve hidrógeno en la solución y así es fácilmente disponible para efectuar la hidrogenación tras el contacto con el catalizador en el reactor 26.

La prehumidificación del gas que contiene hidrógeno con agua en el precalentador-saturador 29 tiene la finalidad de evitar una cristalización localizada de ácido tereftálico de la solución con consiguiente atascamiento, que se produciría si se introdujese gas seco en el reactor empobreciendo la solución de agua. El grado necesario de saturación de la corriente de hidrógeno con agua, depende de la solubilidad de equilibrio de sólido en el líquido, la temperatura del líquido de entrada y la cantidad de hidrógeno consumida por la reacción. Si se emplea hidrógeno puro sin diluyente inerte, la corriente gaseosa de entrada es saturada a 277°C y se controla la presión en el reactor, entonces la presión de hidrógeno en el reactor será inferior a 7'03 kg/cm² para temperaturas en la alimentación líquida superiores a 277°C. La presión parcial de hidrógeno en el reactor disminuirá hasta solo 3'52 kg/cm² al incrementarse la temperatura a 37'6°C. La presión parcial



- de hidrógeno es superior a 7.03 kg/cm^2 para temperaturas de alimentación líquida inferiores a 277°C , pero hay una menor cantidad de gas de ventilación debido a la condensación del vapor de agua. A una temperatura de 273°C en el reactor y un ritmo normal de alimentación de hidrógeno de 0,37 moles fluyendo a través del reactor por cada 4.500 kilos de alimentación de solución, la corriente de ventilación disminuirá aproximadamente a la cuarta parte del ritmo de alimentación de gas saturado. La presión parcial de hidrógeno normal en el reactor es de 7.03 kg/cm^2 aproximadamente, contribuyendo la presión del vapor de agua con 62.2 kg/cm^2 adicionales. Si se emplean inferiores presiones parciales de hidrógeno, es ventajoso incluir un gas inerte, tal como nitrógeno, con la alimentación de gas hidrógeno a fin de proporcionar una especie de zapata presionadora para evitar la vaporización de disolvente y consiguiente precipitación y atascamiento debido a menores variaciones de presión en el procedimiento.
- El control de la temperatura de la corriente líquida es crítico para una operación estable. Ha de tenerse cuidado en que la corriente no establezca contacto con puntos locales fríos o calientes en tuberías o recipientes. En particular, si la temperatura de la corriente líquida asciende por encima de 282°C aproximadamente, se produce una ebullición con la resultante solidificación de ácido tereftálico. La experiencia ha indicado que es prácticamente imposible volver a disolver este material
- 5.
 - 10.
 - 15.
 - 20.
 - 25.
 - 30.

326853



-25-

bajo las condiciones del procedimiento.

- La solución hidrogenada es retirada del reactor 26 a través del conducto 39 y pasada a través del filtro 41 de efluente del reactor para separar todo fino catalizador resultante de la atrición de la base catalizadora carbónica. Los elementos filtrantes son capaces de separar partículas de unas 5 micras y mayores. Los elementos filtrantes tienen una caída mínima de presión correspondiente a 1 gpm/0'09 m²/0'07 kg/cm², con una deseada caída máxima de presión total de 0'7 kg/cm². Los elementos filtrantes son convenientemente limpiados mediante regado con agua caliente y, si fuese necesario, mediante inmersión en cáustico diluido. Este procedimiento puede separar de los elementos todo ácido tereftálico precipitado y depositado durante la supresión de presión en el filtro antes del retrolavado. Antes de colocar en la corriente un filtro nuevo o limpiado, deberá llenarse de agua para evitar atascamientos debidos a la solidificación del ácido tereftálico. Aunque solo se muestra un filtro en la fig. 1, se considera la posibilidad de emplear dos ó más filtros de manera que por lo menos uno de ellos pueda encontrarse en servicio mientras el otro se está limpiando.
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.

- Como la solución de ácido tereftálico es muy corrosiva a la temperatura del efluente del reactor, se requiere una cuidadosa selección de adecuados elementos resistentes a la corrosión para su empleo en el filtro. Los elementos filtrantes cons-
- 30.



truídos de titanio sinterizado son satisfactorios desde el punto de vista de la corrosión, pero su resistencia mecánica es precaria. Unas capas de carbono poroso de partículas sueltas o aglutinadas han resultado ser particularmente adecuadas para esta aplicación filtrante.

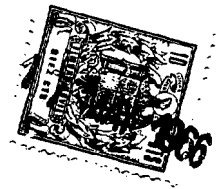
5. Un ensayo adecuado para determinar la eficacia del filtro consiste en disolver 5 g de ácido tereftálico producto en dimetilformamida y pasar la resultante solución a través de papel filtrante para separar todo fino sólido. Este papel filtrante se compara contra un patrón en el que 0 representa un papel filtrante limpio y 5 es de tono aproximadamente gris. 10. Un ácido tereftálico producto, de una evaluación de 15. 0 a 1, apenas distinguible del papel filtrante limpio, se considera como satisfactorio.

El efluente filtrado del reactor se pasa a través del conducto 42 y la válvula de entrada 82 a la sección de cristalización 43 que se describe detalladamente más adelante y se ilustra como sistemas de cristalización variantes continuo y por cargas en las figuras 2 y 3. En la sección de cristalización se retira agua de la solución de ácido tereftálico caliente mediante enfriamiento evaporativo a elevado ritmo. Como resultado del enfriamiento y la separación de disolvente, el ácido tereftálico cristaliza de la solución. El agua evaporada es condensada y el condensado se retira de la sección de cristalización y se pasa a través del conducto 44 al tambor 46 de disolvente de recirculación. La sus-

20.

25.

30.



- pensión de cristales de ácido tereftálico resultantes de la cristalización se retira de la sección de cristalización a través del conducto 47 y se pasa al tanque 48 de alimentación de la centrifugadora,
5. que es ventilado a la atmósfera mediante el conducto 49. El citado tanque 48 está provisto de un agitador para mantener la suspensión de cristales de ácido tereftálico. Esta suspensión se pasa desde el tanque 48 de alimentación de la centrifugadora, a
10. través del conducto 51 provisto de válvula, a una o más centrifugadoras 52 en las que los cristales son separados del licor madre y lavados con agua desmineralizada fresca, obtenida de la fuente de suministro 31 a través de los conductos 32, 53 y 54. El agua
15. de lavado de la centrifugadora es pasada a través del conducto 55 al tambor 46 de disolvente de recirculación. El licor madre es retirado de la centrifugadora y desechado a través del conducto 56. Los cristales de ácido tereftálico purificado procedentes
20. de la centrifugadora 52 son retirados de la misma y enviados mediante los alimentadores de tornillo 57 y 57a al secador 58 de cristales del horno giratorio, que es calentado por vapor de agua procedente de la fuente de suministro 59. Puede pasarse gas
25. inerte, tal como nitrógeno, desde la fuente de suministro 61, a través del conducto 62, al horno secador 58 y a través del mismo para facilitar la separación de humedad de los cristales de ácido tereftálico. El producto es secado hasta un contenido en
30. humedad del 0,05% en peso de agua, aproximadamente.



- Del horno 58 se retiran gas inerte y vapor de agua conteniendo algunos finos de ácido tereftálico, y se pasan a través del conducto 63 al secador-depurador 64, en el que los gases son lavados a contracorriente mediante una corriente de agua desmineralizada fresca. El agua se introduce en el secador-depurador 64 desde la fuente de suministro 31 a través de los conductos 32, 53 y 66 y desciende a contracorriente respecto a la corriente gaseosa ascendente que separa finos de ácido tereftálico de los gases que son ventilados desde el depurador a través del conducto 67. El agua que contiene finos de ácido tereftálico es retirada del secador-depurador 64 y pasada a través del conducto 68, la bomba 69 y el conducto 71 al tambor 46 de disolvente de recirculación. El tambor de disolvente es ventilado a la atmósfera a través del conducto 72. Dentro del tambor 46 de recirculación de disolvente se dispone un agitador a fin de mantener en suspensión a las partículas de ácido tereftálico no disueltas, principalmente procedentes del depurador 64. El agua disolvente de recirculación es retirada del tambor de disolvente de recirculación 46 y pasada a través del conducto 73, la bomba 74 y el conducto 16 al tanque 13 de suspensión de alimentación. Del horno secador 58 se retira producto de ácido tereftálico purificado y secado y se pasa a través del transportador 76 a su almacenamiento.

El producto purificado contiene menos de 25 ppm en peso de 4-CBA y también menos de 95 ppm

326853

17 MAY 1953

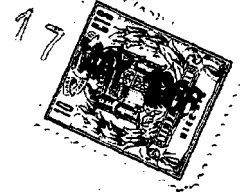


-29-

en peso de ácido p-toluico. El color T.E.G. del producto es inferior a 50, que es bastante inferior al máximo adecuado de 150 y al máximo deseable de 100.

5. El contenido en 4-carboxibenzaldehído se determinó disolviendo el ácido tereftálico en álcali diluído y neutralizando a un pH de 9, seguido de análisis polarográfico para determinar el contenido en 4-CBA. El color, expresado como "color T.E.G." (color trietilenoglicólico), se determinó esterificando
10. 4,0 gramos del ácido tereftálico con 28,4 cm³ de trietilenoglicol a 260°C, seguido de dilución a un 50% en volumen con isopropanol y comparando el resultante color de la solución con los patrones de la American Public Health Association (APHA).
15. Seguidamente se hará referencia a la figura 2, que es una planta esquemática y simplificada de operaciones que ilustra una versión preferida de un sistema de cristalización continua para su empleo en el procedimiento de la presente invención. El primer cristalizador 81 recibe efluente filtrado del
20. reactor a 277°C y 69'2 kg/cm² a través del conducto 42 provisto de válvula (fig. 1). A través de la válvula de entrada 82 se produce una ebullición instantánea a 50'9 kg/cm² y a una temperatura de 263°C
25. aproximadamente. El vapor liberado durante la ebullición instantánea es pasado a través del conducto 83 provisto de válvula y del conducto 84, al condensador 86 del cristalizador. El tiempo de retención en el primer cristalizador 81 es de 1,1 horas aproximadamente. Precipita un 30% aproximadamente del ácido
- 30.

326853



-30-

- tereftálico disuelto a un ritmo de 0'06 kilos de ácido tereftálico por minuto por 45 kilos de agua, aproximadamente. El primer cristalizador 81 está provisto de un agitador para suspender los cristales de ácido tereftálico en forma de suspensión.
5. Esta es retirada del primer cristalizador 81 y pasada a través del conducto 87 provisto de válvula al segundo cristalizador 88. La concentración de suspensión en el efluente del primer cristalizador es
10. aproximadamente de 7,1% en peso de sólidos.
- El segundo cristalizador 88 es utilizado a 8'08 kg/cm² y a una temperatura de 169°C aproximadamente. El vapor resultante de la ulterior ebullición instantánea de disolvente en el segundo cristalizador 88 es pasado a través del conducto 89 provisto de válvula y del conducto 84, al condensador 86 del cristalizador. El tiempo de retención en el segundo cristalizador 88 es de 1,2 horas aproximadamente. El ritmo de cristalización de ácido tereftálico
15. en el segundo cristalizador es de 0'18 kilos de ácido tereftálico por minuto por 45 kilos de agua, aproximadamente. La concentración de suspensión efluente del segundo cristalizador es aproximadamente del 29,1% en peso de sólidos. El segundo cristalizador
20. 88 está provisto también de un agitador para mantener los cristales de ácido tereftálico en suspensión.
- 25.

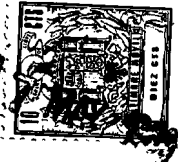
- La suspensión se retira del segundo cristalizador 88 y se pasa a través del conducto 91 provisto de válvula al tercer cristalizador 92, que fun
- 30.



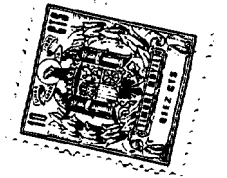
- ciona a una temperatura de 108'7°C y 1'3 kg/cm² aproximadamente, con un tiempo de retención del líquido de 1,1 horas aproximadamente. Casi todo el ácido tereftálico, aproximadamente un 96,6% en peso, es
5. cristalizado bajo las condiciones de operación en el tercer cristalizador. Los vapores de disolvente instantáneamente producidos son retirados del tercer cristalizador 92 y pasados a través del conducto 93 provisto de válvula y del conducto 84, al condensador 86 del cristalizador. El tercer cristalizador 92 está provisto también de un agitador para mantener al ácido tereftálico cristalizado en suspensión. El condensado del condensador 86 del cristalizador es pasado a través del conducto 44 al tambor 46 de disolvente de recirculación. Del tercer cristalizador 92 se re-
10. tira suspensión que contiene aproximadamente un 32,5% en peso de sólidos y se pasa a través del conducto 47 provisto de válvula al tanque 48 de alimentación de las centrifugadoras (fig. 1).
- 15.
20. Con referencia a la fig. 3, que es una planta esquemática y simplificada de operaciones que ilustra una versión preferida de un sistema de cristalización por cargas, se indicará que este sistema por cargas y el sistema de cristalización continua
- 251 anteriormente explicado son secciones de cristalización variantes para uso en el procedimiento de esta invención, como se ilustra en la fig. 1. Con referencia ahora a la fig. 3, el tanque 101 de retención de efluente recibe efluente filtrado del reactor continuamente a través del conducto 42 provisto
- 30.



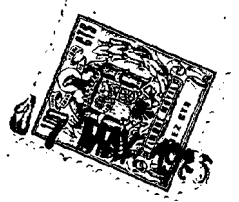
- de válvula (fig. 1) bajo unas condiciones de temperatura y presión de 277°C y 69'2 kg/cm², respectivamente. A través de la válvula de entrada 82 tiene lugar un ligero grado de ebullición instantánea de disolvente a 62'2 kg/cm² aproximadamente, con solo una menor disminución en la temperatura de la corriente. Esencialmente todo el hidrógeno disuelto es liberado del líquido en este recipiente. El vapor del disolvente y el gas son pasados a través del conducto 102 provisto de válvula y del conducto 84 al condensador 86 del cristalizador.
5. Aunque se ilustran tres recipientes cristalizadores en la fig. 3, debe entenderse la posibilidad de emplear, cualquier número, uno o más, de recipientes cristalizadores. La solución de ácido tereftálico caliente es alternativamente pasada desde el tanque 101 de retención del efluente a cada uno de los cristalizadores A, B y C a través del conducto 103 y del conducto colector 104 provisto de válvula. Se emplea vapor de agua a elevada presión, nominalmente a 70'3 kg/cm², para someter a presión cada cristizador antes de su ciclo de llenado, a fin de evitar la ebullición instantánea de la solución caliente a un recipiente cristizador casi vacío, causando el atascamiento del conducto de entrada. Este vapor de agua se introduce desde la fuente de suministro 106, a través del conducto 107 y del colector 108 provisto de válvula, en el espacio destinado al vapor en cada cristizador, antes de su ciclo de llenado. También se introduce vapor de agua a elevada presión, a tra-
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



- vés del conducto 109 provisto de válvula, en el tanque 101 de retención de efluente, durante su ciclo de vertido para desplazar solución cargada del mismo, evitando una excesiva vaporización de disolvente. Este vapor de agua es luego ventilado a través del conducto 102 provisto de válvula y del conducto 84 al condensador 86 del cristalizador, durante el ciclo de llenado del tanque de retención.
- 5.
- El ciclo de cristalización de cada cristalizador incluye lo siguiente: Calentamiento y sometimiento a presión del recipiente con vapor de agua, llenado, enfriamiento y cristalización; y vertido. El período de enfriamiento se divide en tres regiones de condiciones limitadoras: 1) Ritmo de cristalización, 2) Ritmo de vaporización y 3) ritmo de carga de vapor y desespumado. El ritmo de enfriamiento durante los 15 primeros minutos del período de enfriamiento y cristalización se limita a un ritmo de cristalización de 0'67 kilos de ácido tereftálico por 45 kilos de agua por minuto, controlando el ritmo de flujo de vapor de agua del cristalizador. El período de enfriamiento final es auto-limitado por el ritmo de liberación de vapor de agua de la superficie líquida a las temperaturas inferiores existentes en ese momento. El máximo ritmo de cristalización ha sido establecido en 0'67 kilos de ácido tereftálico por 45 kilos de agua por minuto, a fin de evitar un enfriamiento brusco con la consiguiente formación de un número excesivo de cristales infinitesimales y, lo que es más importante, evi-
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



- tar la inclusión dentro de los cristales de ácido tereftálico de ácido para-toluico y otras impurezas, cuya inclusión se ha observado ocurre excesivamente a ritmos de cristalización tales como los que
5. resultan cuando el vapor del disolvente (agua) es sometido instantáneamente a ebullición sin controlar el ritmo de evaporación, tal como puede hacerse convenientemente estrangulando el conducto de salida del vapor.
10. En cada uno de los recipientes cristalizadores se disponen agitadores para mantener la suspensión durante los ciclos de enfriamiento y vertido. Los vapores de cada uno de los cristalizadores son pasados a través del conducto colector 110 y del
15. conducto 84 al condensador 86 del cristalizador.
- El efluente del cristalizador es transferido a través del conducto colector 111 al tanque 112 de retención del cristalizador sometiendo a presión los cristalizadores con vapor de agua a 10'5
20. kg/cm², procedente de una fuente de suministro no mostrada. Esta transferencia se realiza bajo presión de vapor de agua para evitar una ebullición instantánea en el conducto colector 111, con el consiguiente atascamiento. El efluente es instantáneamente sometido a ebullición a través de la válvula de entrada 113
25. a presión atmosférica en el tanque de retención 112 del cristalizador, cuya presión se mantiene ventilando a la atmósfera a través del conducto 114 provisto de válvula. El tanque de retención 112 del
30. cristalizador está provisto de un agitador para mantener



- a los cristales de ácido tereftálico en suspensión. La suspensión es bombeada desde el tanque de retención 112 del cristalizador a través del conducto 116, la bomba de transferencia 117 y el conducto 47 provisto de válvula, al tanque 48 de alimentación de las centrifugadoras (fig.1).

El ritmo de carga de vapor y desespumado se regula de acuerdo con técnicas de diseño convencionales.

10.

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 metalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una Solicitud de Patente presentada en Norteamérica nº 456.219 de 17 de mayo de 1.965 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 DE PURIFICACION DE ACIDO POLICARBOXILICO AROMATICOS"; caracterizándose por lo siguiente:

- 1º - Procedimiento de purificación de ácido policarboxílico aromáticos crudo obtenido mediante oxidación catalítica en fase líquida de un hidrocarburo aromático polialquílico con oxígeno molecular en presencia de un catalizador de oxidación

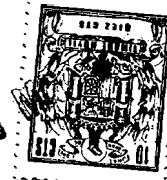
30.



- metálico pesado, teniendo dicho hidrocarburo aromático por lo menos dos sustitutivos hidrocarburos alquílicos nucleares cuyo carbono ligado al carbono aromático nuclear tiene por lo menos un átomo de hidrógeno, cuyo ácido policarboxílico aromático crudo posee un contenido en ácido policarboxílico aromático del 99,0% en peso, por lo menos, y que tiene como principal impureza un aldehído aromático carboxílico correspondiente al citado ácido policarboxílico aromático, caracterizado porque comprende la formación de una solución líquida acuosa de dicho ácido crudo en agua, el contacto de la referida solución en fase líquida, a una temperatura de 232 a 316°C aproximadamente, y en presencia de hidrógeno, con un catalizador de hidrogenación que contenga metal noble, durante un tiempo suficiente para efectuar una reducción sustancial del referido aldehído y la recuperación de ácido purificado conteniendo menos de 125 ppm de dicho aldehído, mediante cristalización efectuada por evaporación con ritmo controlado del citado agua.
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.

- 2ª - Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque dicho ácido es ácido tereftálico, el referido hidrocarburo aromático polialquílico es paraxileno y el mencionado aldehído es 4-carboxibenzaldehído.
- 25.

- 3ª - Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque dicha cristalización se efectúa a un ritmo de evaporación de disolvente de agua que produce cristalización de ácido a un ritmo
- 30.



no inferior a 2'25 kilos de ácido por 45 kilos de agua por minuto, aproximadamente:

- 4ª.- Procedimiento, según la reivindicación 3ª, caracterizado porque dicha cristalización se efectúa en una zona de cristalización discontinua, cuya zona es primeramente sometida a presión con vapor de agua por lo menos a la presión correspondiente a la de vapor del agua a la temperatura de la alimentación de solución en la citada zona antes de introducir la citada alimentación en tal zona.
5.
10.
- 5ª.- Procedimiento, según la reivindicación 3ª, caracterizado porque la citada cristalización se efectúa en un sistema de cristalización continua que emplea una serie de zonas de cristalización en disposición de flujo en serie, manteniéndose cada una de las citadas zonas a inferiores condiciones de temperatura y presión respecto a la zona precedente.
- 15.
- 6ª.- "Procedimiento de purificación de ácido policarboxílico aromático" tal y como queda substancialmente descrito en la presente Memoria é ilustrado en los dibujos adjuntos.
- 20.

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

Madrid, 17 de Mayo de 1917

STANDARD OIL COMPANY,

L. GOMEZ AGUIRRE Y C^{IA} S^{CA}
 P. D. Pineda, E. L. ...

326853

ESCALA VARIABLE

326853

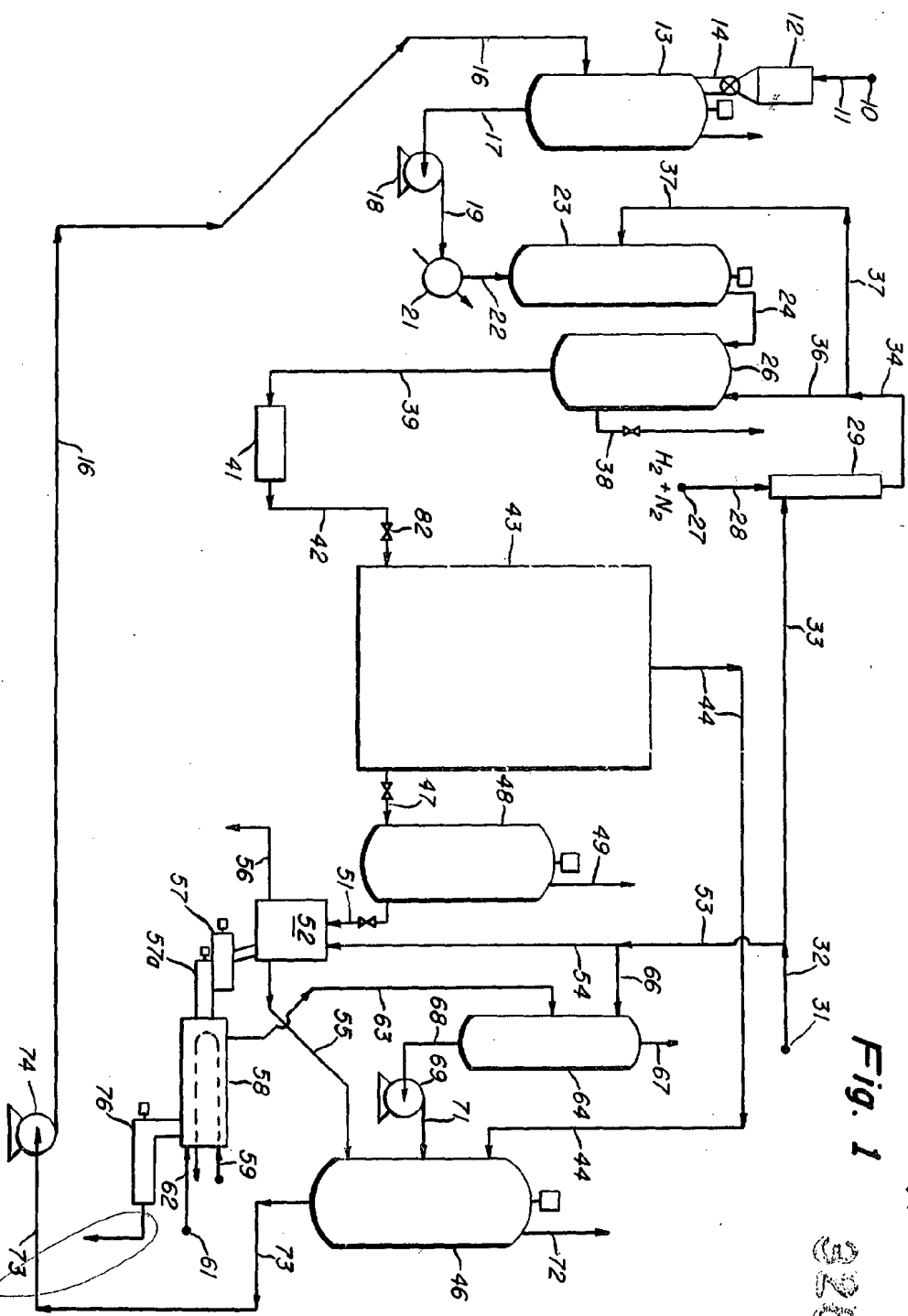


Fig. 1

17 MAY 1933
 17 MAY 1933
 L. FERNANDEZ ACERDO Y JIMENEZ
 Sr. Ingeniero P. I. Licenciado. México



326853

326853

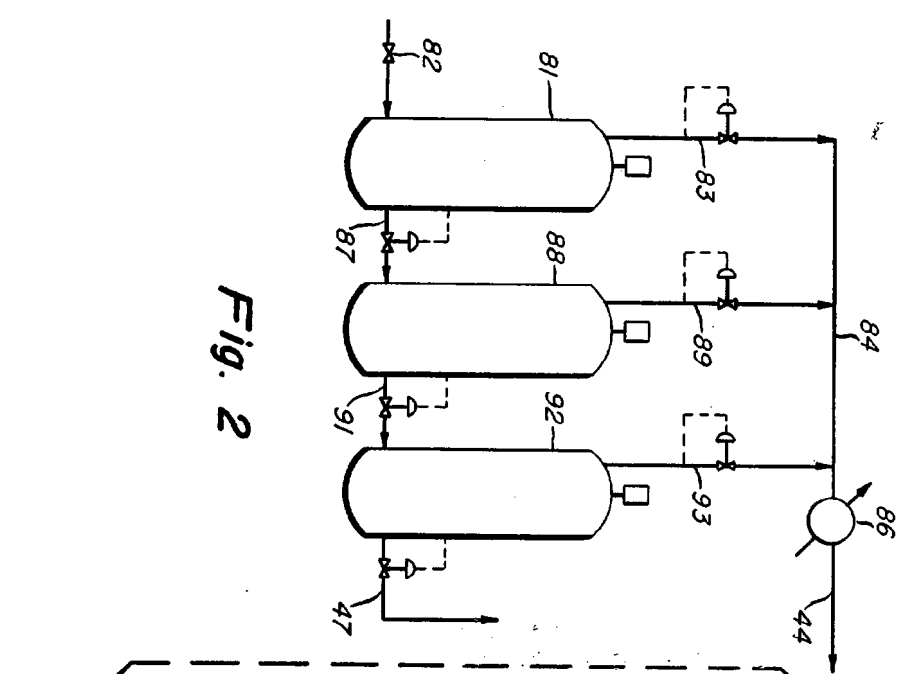


Fig. 2

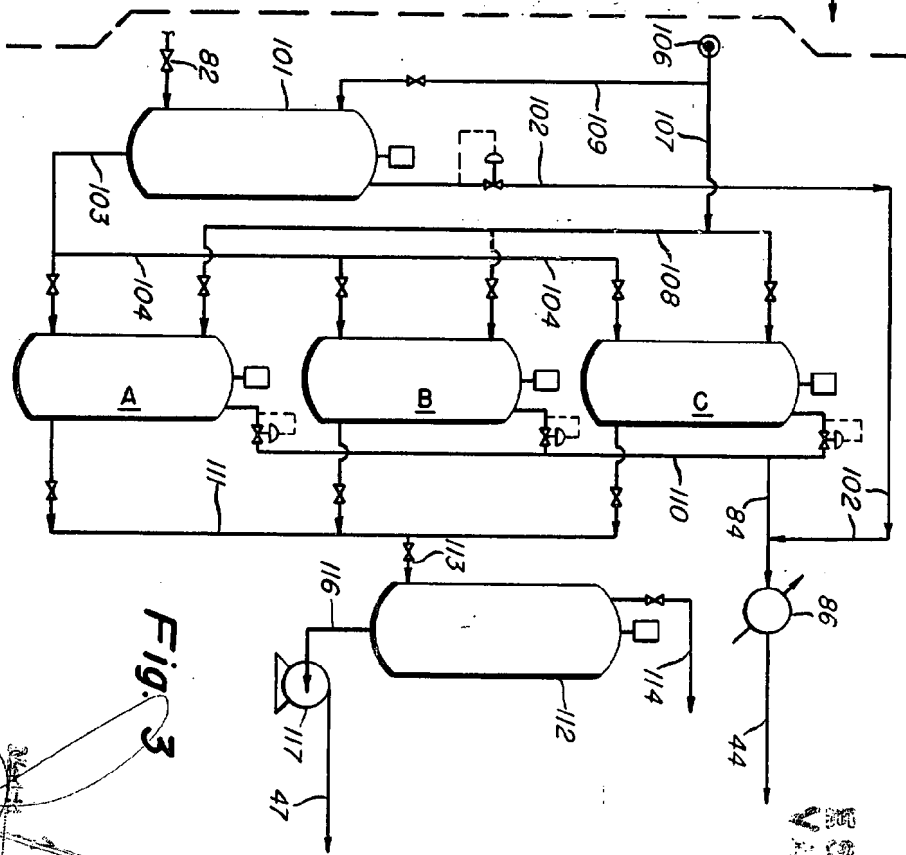


Fig. 3

ESCALA
VARIABLE

J. SOREZ KESTER Y MODINA
 Ingeniero en Petrolero, S. de C. de Mexico, D. F.

