



327376

P.- 32.219

A NR. 4966  
"Rinne für Umesterung  
Vorrichtung"

327376

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

P A T E N T E D E I N V E N C I O N

en

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de METALLGESELLSCHAFT AUMTENGESSELLSCHAFT, entidad alemana, establecida en Reuterweg 14, Frankfurt (Main) República Federal Alemana, por:

"UN DISPOSITIVO PARA LA POLICONDENSACION CONTINUA DE PRECONDENSADOS".

5 En los procedimientos y dispositivos dados a conocer hasta ahora, para la policondensación continua de tereftalato de bis-(2-hidroxietilo) se utilizan reactores con equipos mecánicamente accionados, por ejemplo, para mejor mezcla, agitadores o dispositivos que con ayuda de equipos mecánicamente accionados tienen como fin un aumento de la superficie del producto de reacción.

10 En la preparación de poliésteres según el procedimiento continuo se ha mostrado que la mezcla de reacción, resultante de la transesterificación de ésteres di-

327376



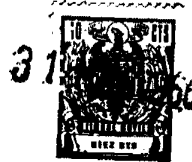
alcohólicos de ácidos dicarboxílicos con dioles o de la esterificación de ácidos dicarboxílicos con dioles, no puede ser sometida directamente al vacío de 0,5 torr. necesario para la preparación de poliésteres, ya que sino  
5 aparecería una fuerte espumación del producto. Para orillar estas dificultades, la mezcla resultante después de la transesterificación o en la etapa de esterificación hace reaccionar primeramente en una etapa de precondensación, antes de pasar a la etapa de condensación final.

10 Esta etapa de precondensación es hecha funcionar a una presión por debajo de la atmosférica que está entre la de la etapa de transesterificación o de esterificación y la de la etapa de condensación final.

15 Se propuso ya procurar, por medios constructivos que aumente el vacío de forma escalonada dentro del reactor, para producir de esta manera un paso gradual desde la etapa de alta presión hasta la etapa de la presión final de por ejemplo 0,5 torr. Sin embargo dicho procedimiento precisa una inversión cuantiosa y, por tanto, cara,  
20 para la regulación del procedimiento.

Los teactores equipados con agitadores u otras partes mecánicamente accionadas tienen la desventaja de que una disposición de los árboles de accionamiento verdaderamente estanca al vacío es muy difícil y costosa.  
25 Además, estos dispositivos son muy propensos a las averías.

Se ha mostrado de forma sorprendente que se llega de manera esencialmente más sencilla y barata a grados de policondensación esencialmente más altos si se da menor importancia a una gran superficie del producto de  
30 reacción y mayor importancia a una buena y uniforme distri-



bución del tiempo de permanencia de las diversas partes en volúmen de la mezcla de reacción.

5 El invento describe un procedimiento y un dispositivo para la policondensación continua de precondensados que proceden de una transesterificación continua de por ejemplo tereftalato de dimetilo con etilén-glicol o de una esterificación continua de por ejemplo ácido tereftálico con etilén-glicol, eventualmente con adición de catalizadores, llevándose a cabo la reacción en al menos un canal abierto calentado indirectamente con un medio de caldeo, y separándose los compuestos volátiles desprendidos desde la zona de reacción.

10

Otra característica del invento consiste en que el medio de caldeo necesario para la calefacción es conducido en contracorriente con el producto de reacción.

15

Según otra nueva característica del invento se disponen superpuestos varios canales abiertos como platos con rebose y las sustancias volátiles a desprender son sacadas separadamente de cada uno de dichos canales.

20

Según una realización preferida del invento, las sustancias volátiles sacadas son sometidas a una condensación fraccionada, y solamente el producto de reacción evaporado conjuntamente es devuelto de nuevo en forma condensada al plato superior del recipiente de reacción.

25

Un dispositivo utilizado dentro del marco del invento para la ejecución del procedimiento consiste en una columna con varios platos dispuestos uno sobre otro, dispositivos para el traslado del líquido desde los diversos platos hasta el inmediatamente inferior, un dispo-

30

327376

31



sitivo de caldeo para la calefacción de los diversos platos y un dispositivo para el retorno del condensado a base de los vapores a separar al plato más superior, constituyendo los diversos platos, en canales abiertos divididos convenientemente por medio de chapas de separación de manera que resulta una forma de largo trayecto múltiplemente arrollada, sobre la que están presentes medios para el caldeo indirecto del líquido sobre el plato, y de manera que están presentes canales de evacuación desde los diversos platos para las sustancias volátiles a desprender.

El procedimiento según el invento y el aparato utilizado para la ejecución del procedimiento tienen la ventaja de que por medio del líquido de caldeo conducido preferiblemente en contracorriente con relación a la circulación del producto, se logra un buen intercambio de calor que posibilita un caldeo uniforme de los canales. Los vapores de alcohol que se desprenden en el transcurso de la policondensación pueden elevarse sin obstáculo y pueden ser separados de la zona de reacción. Con los compuestos volátiles separados de forma continua se altera continuamente el equilibrio de la reacción química y se desplaza de esta manera en dirección al producto final deseado.

El procedimiento según el invento y el dispositivo utilizado para la ejecución del procedimiento tienen además la ventaja de que el producto que procede de la etapa previa, indiferentemente de que proceda del tereftalato de dimetilo por transesterificación con glicol o del ácido tereftálico por esterificación con glicol, puede ser sometido a un vacío relativamente alto incluso cuando solo haya reaccionado de manera incompleta. Espe-



5 cialmente con los productos que en los reactores hechos  
conocer hasta ahora se espuman muy fuertemente, se puede  
establecer a través del medio de caldeo conducido en cen-  
tracorriente en el dispositivo según el invento, una va-  
riación de temperatura a lo largo de la circulación del  
producto tal que no tiene lugar el espumado. Así, ya era  
posible en una instalación de ensayo establecer diferen-  
cias de temperatura de 60°C y más entre la entrada y la  
salida del producto y evitar con ello pérdidas perjudi-  
10 ciales de producto sin modificar el vacío.

Un dispositivo utilizado dentro del marco del  
invento está explicado en las figuras 1, 1a y 2. Repre-  
sentan un ejemplo de una forma técnica de realización de  
uno de dichos canales. Los dibujos no están a escala si-  
15 no que son puramente esquemáticos.

El dibujo 1 es una sección vertical por un de-  
nominado plato de permanencia, la figura 1a es una sección  
a través de dicho plato de permanencia según la línea de  
corte I-I de la figura 1. La figura 2 representa una sec-  
20 ción vertical a través de todo el reactor.

El plato de permanencia según la figura 1 es  
cargado por 1 con producto que circula a través de los  
canales formados por las chapas de separación 2, en lo  
esencial en el sentido de las flechas, y pasa de nuevo  
25 en el punto 1' a través de un tubo de rebose 3 al plato  
de permanencia dispuesto debajo. El medio de caldeo es  
conducido en contracorriente con aquél desde el plato  
situado debajo al plato de permanencia en el punto 4, pa-  
sa a través del serpentín tubular 5 en contracorriente  
30 con el producto y penetra en 6 en el plato de permanencia

31  
327376



inmediatamente superior.

De esta manera resulta la estructura de todo el reactor según la figura 2 .

5 Un número cualquiera de platos 7 a 7 de permanencia dependiente del caudal y de la distribución de temperatura así como de las dimensiones geométricas de los diversos platos de permanencia son dispuestos uno encima de otro igual que los platos de una columna de destilación, pero diferenciándose de éstos por el hecho de que  
10 entre el perímetro del plato de permanencia y la camisa de la columna 8 caldeada, queda una separación 9, que permite el paso sin obstáculos de los vapores resultantes sobre cada plato de permanencia situado debajo hacia la cabeza de la columna del reactor, sin que éstos entren en contacto de nuevo directamente con el producto. Solo  
15 en la cabeza de la columna de condensada fraccionadamente la mezcla de todos los vapores que suben desde los diversos platos de permanencia, recuperándose, el teraftalato de dimetilo y/o el tereftalato de bis-(2-hidroxietilo) evaporado conjuntamente, y son conducidos estos de nuevo al plato superior. El alcohol desprendido, por ejemplo, glicol y metanol, es separado en forma de vapor del sistema y es condensado subsiguientemente.

25 Se explicarán más aún con relación al siguiente ejemplo de realización al siguiente ejemplo de realización, el procedimiento según el invento y el dispositivo utilizado para la ejecución del procedimiento.

Ejemplo 1.-

30 El procondensado preparado de forma continua a partir de 6,5 kg/h de tereftalato de dimetilo y de 2,5



kg/h de eilenglicol, que contenía disuelto, en una concen-  
tración de 0,5 milimoles/mol de tereftalato de dimetilo,  
el acetato de zinc utilizado como catalizador de transes-  
terificación y de policondensación, fue bombeado de mane-  
ra continua por medio de una bomba dosificadora sobre  
el plato 7<sub>1</sub> superior de un reactor que constaba de 12  
platos de permanencia 7<sub>1</sub> a 7<sub>12</sub>.

El diámetro de los platos de permanencia era  
de 300 mm y las demás medidas fueron: Separación mutua  
de las chapas de separación 2: 30 mm; volumen de carga  
de un plato: aprox. 2 l; serpentín de caldeo; diámetro  
del tubo 14 mm y espesor de la pared 1 mm.

Las temperaturas en el reactor fueron: en el  
plato 7<sub>1</sub> de 210°C, en el plato 7<sub>6</sub> de 250°C y en el plato  
7<sub>12</sub> de 250°C.

La presión en el reactor fue de 70 torr. Se ob-  
tuvo un condensado de una viscosidad intrínseca de 0,38  
medida en fenol/ tetracloroetano.

#### Ejemplo 2.-

En la instalación de ensayo según el ejemplo 1  
se mantuvieron iguales todas las condiciones de reacción.  
Solamente la presión disminuída hasta 25 torr. Se obtuvo  
un condensado con la viscosidad intrínseca de 0,43.

- N O T A -

Los puntos de invención propia y nueva que pre-

327376



sentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

5 1<sup>a</sup>.- Un dispositivo para la policondensación  
continua de precondensados que proceden de una transesterificación continua de, por ejemplo, tereftalato de dimetilo con etilenglicol o de una esterificación continua de, por ejemplo, ácido tereftálico con etilen-glicol, eventualmente con adición de catalizadores, caracterizado porque consta de al menos un canal abierto calentado indirectamente con un medio de caldeo.

10 2<sup>a</sup>.- El dispositivo de la reivindicación 1, caracterizado porque están dispuestos varios canales abiertos, unos encima de otros, como platos con reboses.

15 3<sup>a</sup>.- El dispositivo de las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque consiste en una columna con varios platos dispuestos unos encima de otros, dispositivos para la conducción del líquido desde los diversos platos al inmediatamente inferior, un dispositivo de caldeo para calentar los diversos platos y un dispositivo para el retorno de condensado a partir de los vapores a separar, al plato más superior, porque los diversos platos consisten en canales abiertos subdivididos convenientemente por chapas de separación de modo que resulte una forma de trayecto prolongado arrollada de manera múltiple, porque existen sobre el plato medios para calentar indirectamente el líquido y porque existen canales de descarga desde los diversos platos para las sustancias volátiles a desprender.

30

327376



42.- "UN DISPOSITIVO PARA LA POLICONDENSACION  
CONTINUA DE PRECONDENSADOS".

Tal y como se ha descrito en la Memoria que an-  
tecede y representado en los dibujos que se acompañan  
5 para los fines que se han especificado.

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

Madrid,

31 MAY. 1966

P.A.

Alberto de Elzaburu  
Por Poder

LJM.



327376

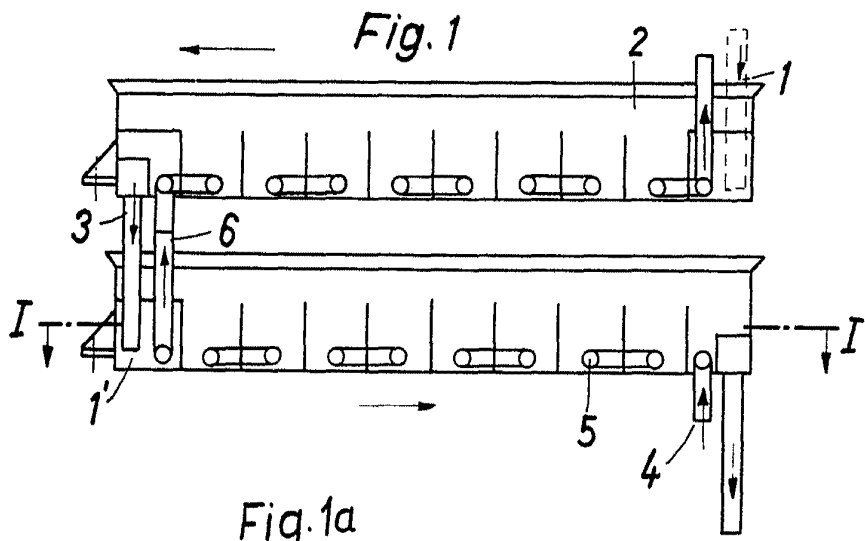
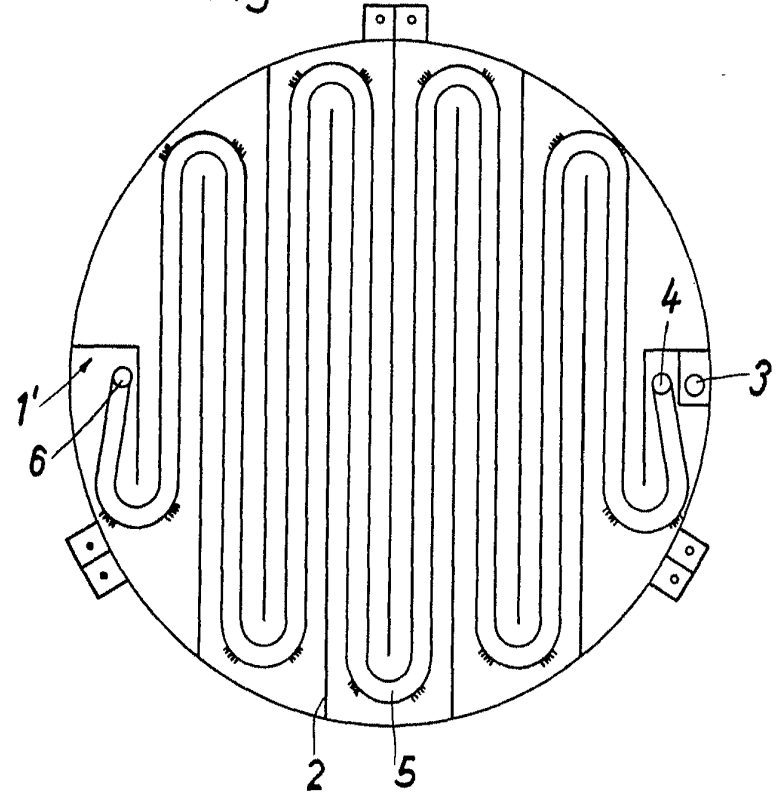


Fig. 1a

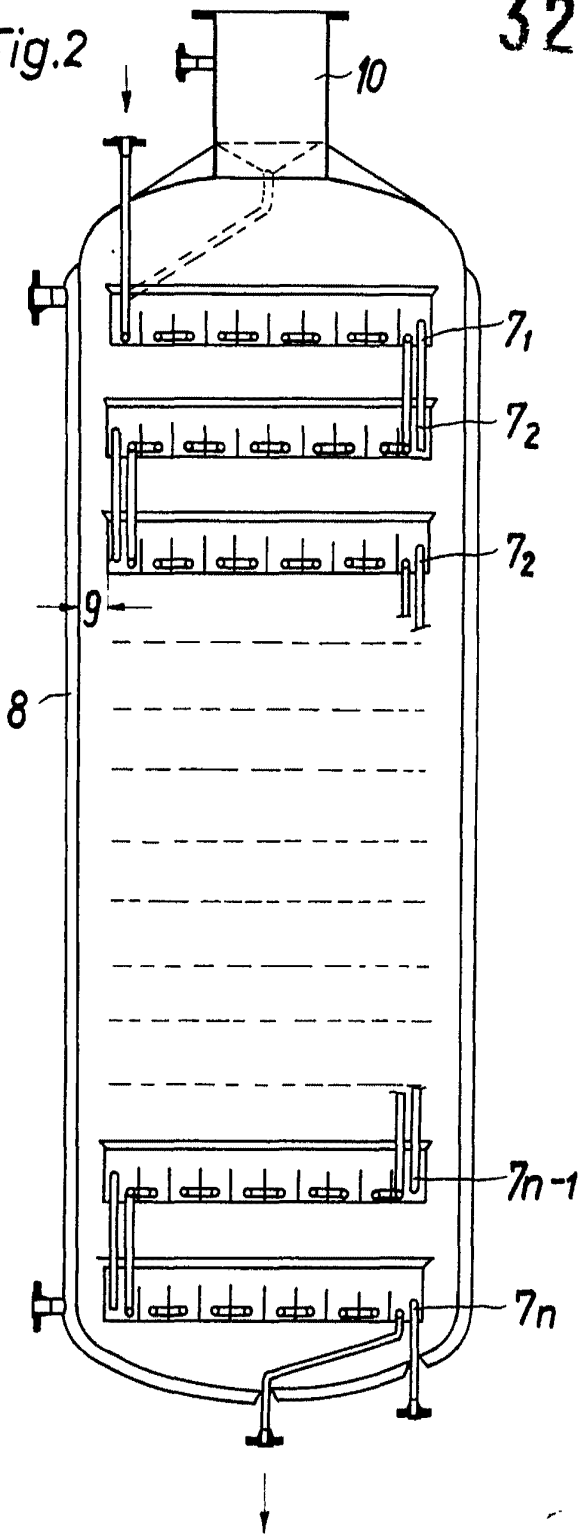


Albertus / ing. architectu  
*[Handwritten signature]*



327376

Fig.2



*Handwritten signature or name, possibly 'A. K. ...'*