

328536

P. - 32.481

A 4965(Div)  
(Vorrichtung)



328536

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

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

e n

E S P A Ñ A

por VEINTE años

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

"UN DISPOSITIVO PARA LA TRANSESTERIFICACION CONTINUA DE ESTERES DE ACIDOS DICARBOXILICOS CON ALCOHOLES".-

5        Para la transesterificación continua, por --- ejemplo de tereftalato de dimetilo con glicol, es conocido utilizar columnas verticales con diversos equipos auxiliares. En este caso, la parte de descenso sirve como zona de reacción. Por encima de la zona de reacción se añaden tereftalato de dimetilo y etilenglicol junto con el catalizador y desde el pie de la columna se retira el producto final.

También es conocido ejecutar la reacción de



328536

transesterificación introduciendo en la parte inferior de la zona de reacción, de manera adicional y continua vapor de etilenglicol, a saber dependiendo del etilenglicol añadido en la parte superior, en una cantidad -  
5 tal que se mantiene constante la caída de temperatura en la zona de reacción.

Según otra nueva propuesta para la prepara--  
ción continua de tereftalato de bis-(2-hidroxietilo), la reacción que avanza en un sentido se lleva a cabo -  
10 en cámaras subdivididas, añadiéndose de forma continua una mezcla líquida de tereftalato de dimetilo, etilenglicol y un catalizador de transesterificación, y some--  
tiéndose a los participantes en la reacción con grados crecientes de transesterificación a más altas tempera-  
15 turas. El metanol resultante es retirado de forma con--  
tínua.

Además se propuso introducir vapor de glicol de manera continua, no solamente en el pie de la colum--  
na, sino también en las diversas etapas intermedias de  
20 un reactor de transesterificación construido horizon--  
talmente o verticalmente, para impedir la formación de diglicol o para separar de la mezcla de reacción, de -  
manera continua, el diglicol formado.

También es conocido llevar a cabo la policon--  
25 densación del tereftalato de bis-(2-hidroxietilo) con introducción de gases inertes, por ejemplo nitrógeno. Las soluciones o las masas fundidas del poli(tereftalato de etileno) son no tan sensibles frente al oxígeno como lo son por ejemplo las poliamidas, pero sin em--  
30 bargo, el trabajo bajo un gas protector trae consigo -

30  
328536



ventajas desde el momento en que se evitan por ejemplo coloraciones y reacciones de degradación.

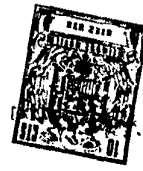
A partir de la patente austriaca núm. 232.736 es conocido además constituir una atmósfera inerte sin medidas especiales, a saber simplemente por medio del dióxido de carbono o del dióxido de azufre producidos durante la reacción química.

Frente a la ventaja de la utilización de por ejemplo nitrógeno como gas inerte, se presenta la desventaja de que este gas debe estar altamente purificado y totalmente seco, con lo que se encarece el procedimiento, tanto más cuanto el gas ya no puede ser recuperado.

La constitución de una atmósfera inerte por el gas desprendido durante la reacción química, tal como el dióxido de carbono o el dióxido de azufre, es posible solamente en determinadas reacciones, por ejemplo en la preparación de poliesteres a base de anhídrido de ácido ftálico y carbonato de etileno o sulfito de etileno en lugar de etilenglicol. Por otra parte, el dióxido de carbono y el dióxido de azufre, especialmente en presencia de limitadas cantidades de agua y especialmente también a altas temperaturas, son muy agresivos y pueden dar lugar a fenómenos de corrosión.

Los procedimientos hechos conocer hasta ahora traen consigo considerables desventajas. A causa de la inestabilidad térmica del glicol es, por ejemplo, muy difícil, en los procedimientos que trabajan con introducción de vapor de etilenglicol, recuperar el glicol sin descomponer a partir de los vapores que abandonan

328536



el reactor. La desventaja principal de los procedimientos hechos conocer hasta ahora consisten sin embargo en que se obtienen solamente precondensados de bajo peso molecular, cuyo grado de condensación está entre 2 y 3.

5 Sin embargo, es deseable, llegar, ya en la transesterificación continua de tereftalato de dimetilo con glicol a productos cuyo grado de policondensación sea lo más alto posible.

10 Esta exigencia se cumplimenta por medio del procedimiento según el invento.

El invento propone un procedimiento y un dispositivo para la transesterificación continua de ésteres de ácidos dicarboxílicos con alcoholes, preferiblemente de tereftalato de dimetilo con etilenglicol, llevándose a cabo la reacción en al menos un canal abierto indirectamente caldeado con un medio de caldeo con introducción y/o paso de vapor de metanol.

15 Según el invento, los vapores de metanol insuflados adicionalmente pueden ser conducidos en contracorriente o en corriente transversal con relación a los productos.

20 Entra dentro del marco del invento el hecho de que el medio de caldeo es conducido en estricta contracorriente con el producto.

25 Según una realización del invento, el metanol es introducido en cantidades de hasta dos veces el volumen, pero, preferiblemente de hasta el mismo volumen, de los vapores retirados del recipiente de reacción.

30 Según otra nueva realización del invento, el metanol es introducido en mezcla con otros gases iner-

328536



tes, preferiblemente nitrógeno.

Preferiblemente, el metanol o la mezcla de metanol y gas inerte insuflada, es conducido en circuito cerrado.

5                   Según una realización preferida del dispositivo para la ejecución del procedimiento, se disponen superpuestos varios canales abiertos como platos con rebosaderos y las sustancias volátiles a desprender son conducidas a través de cada uno de estos platos  
10                   en contracorriente con el producto.

                  Dentro del marco del invento, las sustancias volátiles retiradas son sometidas a una condensación - fraccionada y solamente la parte condensada volátil -- más pesada es devuelta al plato más alto del recipiente de reacción.  
15

                  El procedimiento según el invento y el dispositivo utilizado para la ejecución del procedimiento - tienen la ventaja de proporcionar precondensados con - pesos moleculares medios relativamente altos. Esto es  
20                   tanto más favorable por el hecho de que la policondensación subsiguiente discurre de manera más uniforme y mejor controlable. Se obtienen productos finales siempre de calidad uniforme. Además, el tiempo de reacción para la policondensación resulta acertado con lo que -  
25                   se obtienen, no solamente ventajas económicas, sino -- también policondensados de calidad irreprochable en el color, ya que se disminuye el peligro del deterioro -- térmico y con ello de la formación de productos de degradación coloreados.

30                   La forma técnica de realización de un canal

328536



está representada esquemáticamente en las figuras 1, 2, 3 y 4.

La figura 1 muestra, en la vista de un tal canal, como sección según la línea de corte I-I de la figura 2, que consiste por ejemplo en un plato 1 redondo, que está subdividido por medio de chapas de separación 2, que resulta una forma múltiplemente doblada. En el canal está dispuesto en forma de serpentín un tubo 3 a través del cual se conduce el medio de caldeo preciso para la calefacción indirecta, por ejemplo difenilo. El medio de caldeo es introducido por 4 en el tubo y sacado del tubo por 5.

La figura 2 muestra una sección vertical según la línea de corte II-II de la figura 1 a través del canal. El producto de reacción penetra en 6 a través de la abertura 8 que se encuentra en la carcasa 7 y la abandona de nuevo por 9 a través de la abertura 10. El vapor de metanol penetra por 11 y a través de la abertura 10 en el espacio de vapor 12 y es conducido a través de los canales en circulación transversal. Allí se mezcla con los vapores que ascienden a partir de los diversos canales y abandona los canales a través de la abertura 8. En este caso se escoge la separación de las chapas de subdivisión 2 con la carcasa 7 de manera que no pueda tener lugar ningún mezclado de retorno de los vapores.

Según otra realización del dispositivo, se disponen superpuestos varios de tales canales, tal como se representa esquemáticamente en la figura 3 en una sección vertical. De esta manera resulta un reactor ci-

328536

30



lindrico vertical claramente dispuesto de gran actividad y eficacia. Consta de una carcasa 7 cilíndrica, que posee en la cabeza un tubo de salida 13 y un tubo de entrada 14 para el producto a transesterificar y un tubo de salida 15 para el medio de caldeo. Al pie del reactor se encuentra el tubo de salida 16 para el producto, los tubos de entrada 17 para el medio de caldeo y los 18 para el vapor de metanol. Además, el reactor posee conducciones de derivación 19, que conducen al medio de caldeo desde un canal al inmediatamente superior.

En la figura 4 se representa el procedimiento según el invento en forma de un esquema de flujo.

En un dispositivo no representado se calientan hasta su disolución el tereftalato de dimetilo y el etilenglicol y son conducidos por la bomba dosificadora 20 de manera continua al plato superior 21 del reactor de transesterificación 22. Este consiste según la figura 3 en doce canales superpuestos, que están constituidos según las figuras 1 y 2. Sobre los tubos 23 de salida de vapor en la cabeza del reactor de transesterificación 22, está dispuesta una columna de cuerpos de relleno 24, en la que los vapores que salen del reactor 22 pueden ser condensados. El tereftalato de dimetilo y el glicol arrastrados conjuntamente son devueltos al plato superior 21 del reactor 22. El vapor de metanol es condensado en parte en el condensador 25 y en parte es devuelto por el ventilador 26 al pie 27 del reactor 22. Finalmente, por medio de una bomba 28 es recogido y retirado por 29 el producto de transesterificación.

Ejemplo de realización: En una instalación de ensayo se

328536



introdujeron 5,0 kg/h de tereftalato de dimetilo junta-  
mente con 2,3 kg/h de etilenglicol así como 2,8 kg/h de  
acetato de zinc como catalizador, de manera continua, -  
dentro del reactor de transesterificación 22. El reactor  
5 fue hecho funcionar a presión normal. En el pie 27 del  
reactor se insuflaron 1 m<sup>3</sup> en condiciones normales por  
hora de vapor de metanol. El vapor de metanol insuflado  
fue conducido juntamente con la mezcla de vapor de gli-  
col y metanol que se forma en el reactor a través de to  
10 dos los platos hasta la cabeza del reactor. El producto  
de reacción obtenido en 29 se había transesterificado -  
hasta un 94% y tenía un grado de policondensación de --  
5,4.

En un ensayo de comparación llevado a cabo --  
15 bajo las mismas condiciones sin insuflación de metanol,  
se obtuvo con un grado de transesterificación del 98% -  
un grado de policondensación de solamente 3,2.

Esta solicitud, que corresponde a la presen--  
tada en la República Federal Alemana, con fecha 28 de -  
20 mayo de 1965, bajo el número 65382 IVd/39c, se acoge a  
los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto so--  
bre Propiedad Industrial.

#### N O T A

Los puntos de invención, propia y nueva, que  
25 se presentan para que sean objeto de esta solicitud de  
Patente de Invención, en España, por VEINTE años, son -  
los siguientes:

328536

30 JU



1º. - Un dispositivo para la transesterificación continua de ésteres de ácidos dicarboxílicos con alcoholes, preferiblemente de tereftalato de dimetilo con etilenglicol, caracterizado porque dicho dispositivo consta de al menos un canal abierto que puede ser --  
5 caldeado indirectamente.

2º. - Un dispositivo según la reivindicación 1, caracterizado porque el canal consiste en un plato, que está subdividido por chapas de separación de tal --  
10 manera que resulta una forma con múltiples codos, en la que existen cuerpos tubulares para el caldeo indirecto, entradas y salidas para el medio de caldeo, aberturas para la introducción del producto a transesterificar y para la evacuación del vapor de metanol, y salidas para la evacuación del producto de reacción y para la introducción del vapor de metanol.  
15

3º. - Un dispositivo según la reivindicación 1, caracterizado porque varios de tales canales están dispuestos en superposición formando una columna cilíndrica, que está circundada por una caja, posee en la --  
20 parte alta un tubo de salida, un tubo de alimentación para el producto a transesterificar y un dispositivo para el montaje de una columna de cuerpos de relleno, tubos de entrada y de salida, así como conducciones de derivación para el medio de caldeo, y en la base un tubo de salida para el producto transesterificado, así como una entrada para el vapor de metanol.  
25

4º. - Un dispositivo para la transesterificación continua de ésteres de ácidos dicarboxílicos con alcoholes.  
30



30  
**328536**

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en los dibujos que se acompañan y con los fines que se han especificado.

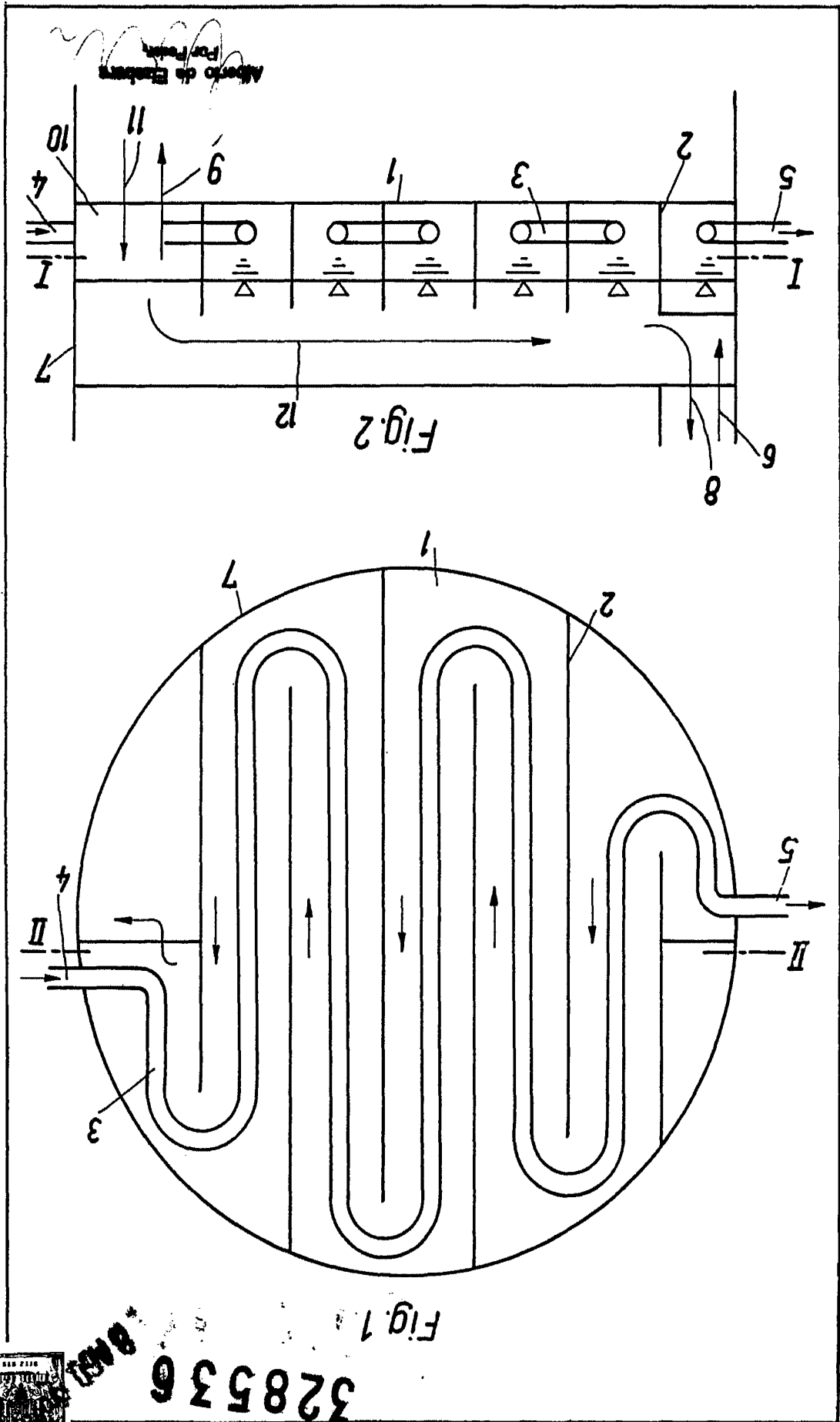
Esta Memoria consta de diez hojas escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid,

20 JUN 1966

P.A.

Alberto de Ezaburu  
Ponente



Alberto de Eusebio  
Por Favor

Fig. 2

Fig. 1

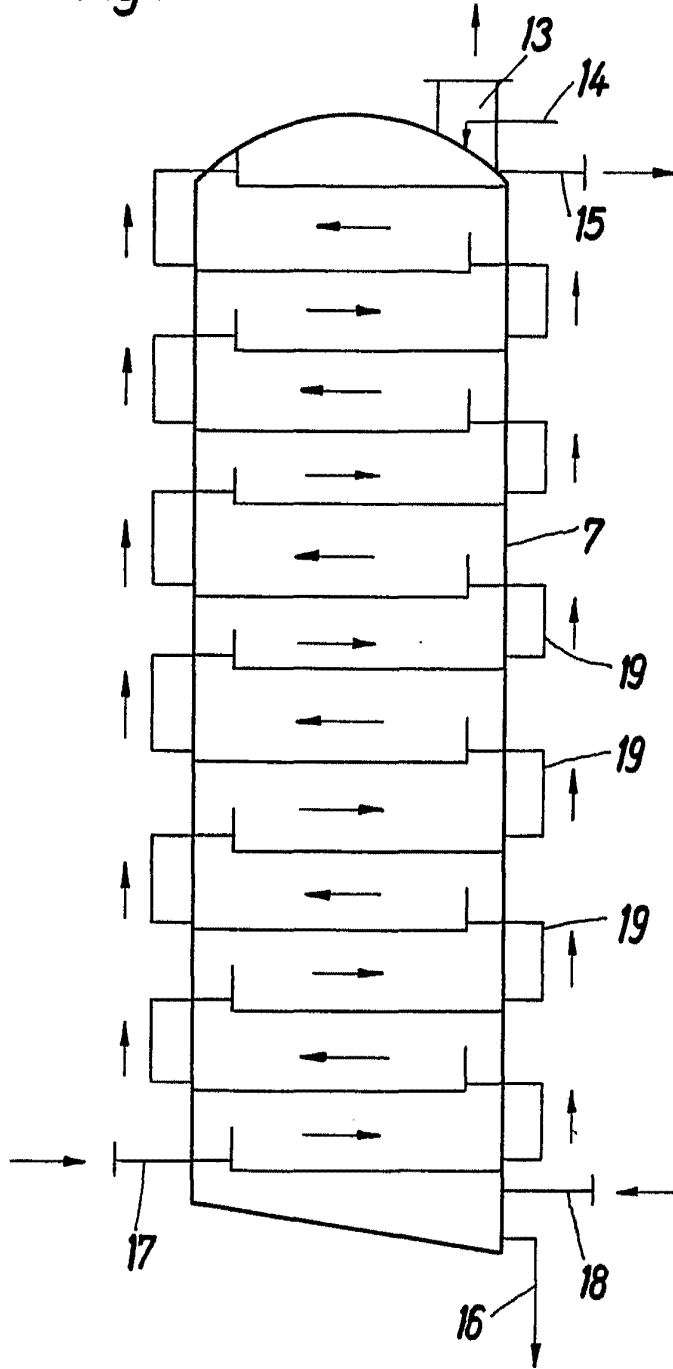
328536





328536

Fig.3

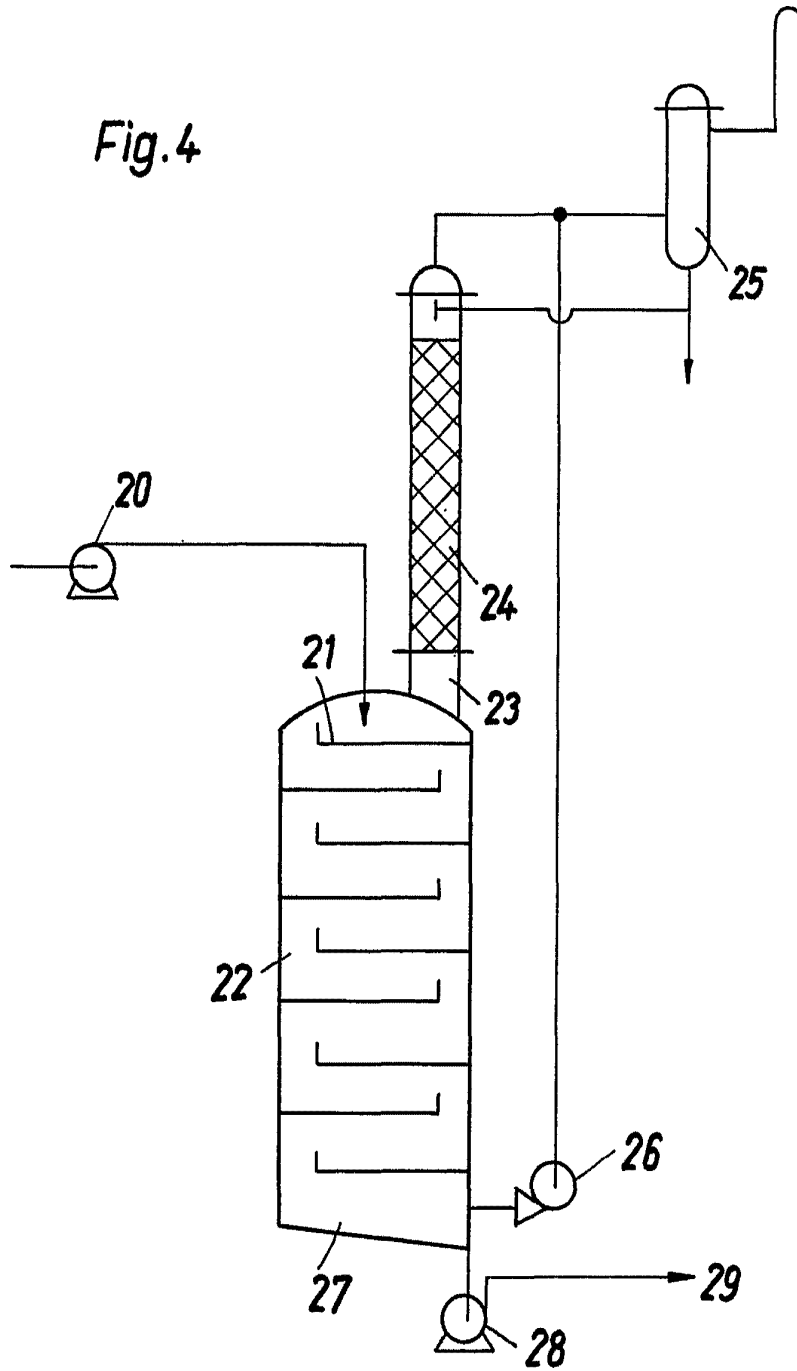


Alberto de Eibarbur  
Por Peon



328536

Fig. 4



Alberto de Easbury  
Per Fidin