

386700

P.- 46.696
K-40 (MIP)
Nº 45.189b



386700

Memoria descriptiva

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I. P. C.
CLASE <u>CO7</u>
SUBCLASE <u>e</u>

para solicitar PATENTE DE INTRODUCCION por 10 años

a nombre de MITSUI PETROCHEMICAL INDUSTRIES LTD

entidad / ~~de nacionalidad~~ japonesa

con domicilio en 2-5, 3-chome, Kasumigaseki, Chiyoda-ku,
Tokyo, Japon

por: "UN PROCEDIMIENTO DE PURIFICACION DE UN ESTER ALCOHOLICO
INFERIOR DE ACIDOS FTALICOS"
(Clase Internacional CO7c)

386700



Es sabido que es necesario que un éster inferior de ácido tereftálico o isoftálico, utilizado como materia prima para la fabricación de un poliéster, tenga una gran pureza, dado que cantidades muy pequeñas de impurezas presentes en el material bruto entrañan numerosos inconvenientes, especialmente:

- a. El retraso de la reacción de polimerización;
- b. Una disminución del grado de polimerización;
- c. Una coloración del poliéster, etc.

Se sabe también que, entre estas impurezas, la impureza principal, y la más molesta, es el éster inferior de ácido formil-benzoico que es un producto de esterificación de un producto intermedio obtenido en la oxidación de un dielcohil-benceno o de un derivado de éste. En general, el contenido permitido para esta impureza en el éster debe ser inferior a aproximadamente 40 partes por millón y cuando el contenido en esta impureza es superior a la cantidad tolerable, el éster resulta fuertemente coloreado por un calentamiento a 200°C durante 4 horas solamente.

Para eliminar esta molesta impureza, ya se conocen diferentes procedimientos de purificación, especialmente rectificación, recristalización, sublimación, oxidación, etc., pero estos procedimientos solos o en combinación entrañan numerosos inconvenientes, especialmente la obtención de un éster no completamente puro.

El presente invento tiene como misión remediar estos inconvenientes y concierne especialmente a un procedimiento de purificación de un éster alcohílico inferior de ácidos ftálicos, especialmente un éster alcohílico inferior de un ácido ftálico, por ejemplo el tereftalato



de dimetilo o el isoftalato de dimetilo, que contiene un éster de ácido formil-benzoico como impureza, procedimiento que está caracterizado porque se trata al éster con oxígeno molecular en presencia de un catalizador soluble en el sistema de reacción, para oxidar dicha impureza, y luego se separa por destilación el éster alcohólico de ácido ftálico y la impureza obtenida, lo cual permite especialmente la obtención de ésteres alcohólicos particularmente puros.

10 Según una característica del invento, se emplea en calidad de catalizador de oxidación:

- a. Un derivado de cromo;
- b. Un derivado de níquel;
- c. Una mezcla de los dos.

15 Según otra característica del invento, se emplea un aparato auxiliar, tal como un aparato de esterificación, un aparato de eliminación de alcohol y del agua, un aparato de destilación para el éster a tratar, que presenta también una superficie interna de un metal escogido en el grupo que comprende titanio, aluminio y aceros inoxidable.

20

El invento se extiende a los productos conforme a los obtenidos por el presente procedimiento o por un procedimiento similar.

25 El éster alcohólico inferior de ácido ftálico a tratar por el procedimiento del presente invento es un éster que se obtiene por procedimientos que consisten en someter a un compuesto aromático que no comprende ningún átomo de carbono alfa-terciario tal como ácido toluico, aldehído toluílico, cloruro de metilbencilo y ditolil-ctano,

30

8.1.71

386700



a oxidación con ácido nítrico, oxígeno molecular o siguiendo el procedimiento de azufre-amoniaco, etc., esterificando el ácido tereftálico o isoftélico formado con un alcohol primario inferior y, a continuación, sometiendo a la mezcla de reacción a una filtración o a una destilación para eliminar el agua y el alcohol, el producto obtenido contiene, en calidad de impureza, un éster alcohólico inferior de ácido formil-benzoico. En particular, puede tratarse al tereftalato de dimetilo o al isoftalato de dimetilo que contiene el ester metílico de ácido formil-benzoico que constituye la impureza en el ácido así obtenido preferentemente por el procedimiento del presente invento.

Los derivados de cromo y de níquel a utilizar como catalizadores son disueltos en el sistema de reacción; para ésto se prefiere utilizarlos bajo forma de sales orgánicas tales como naftenatos. La cantidad de catalizador puede variar en gran medida según el contenido de impurezas y según las condiciones de reacción. Se prefiere utilizar un derivado de cromo, en particular el naftenato de cromo, en una cantidad que va desde 10^{-9} hasta 10^{-3} átomos-gramo de cromo por cada gramo de éster a tratar. En el caso del derivado de níquel, tal como el naftenato de níquel, la cantidad preferible va desde 10^{-9} hasta 10^{-6} átomos-gramo de níquel por cada gramo de éster a tratar:

Para mantener el éster a tratar al estado líquido, se debe calentar y fundir el éster o bien, si se desea, se puede disolverlo en un disolvente conveniente, por ejemplo hidrocarburos, ácidos carboxílicos, ésteres de ácido carboxílico e hidrocarburos halogenados. No obstante, el procedimiento del presente invento se realiza

8.1.71



encontrándose el éster preferentemente al estado fundido.

Como oxígeno molecular se utiliza, en el procedimiento del invento, oxígeno puro o aire o diferentes gases, que contienen oxígeno molecular. En particular, se
5 prefiere utilizar oxígeno puro o un gas que contiene más de 50% de oxígeno. Aunque la temperatura de tratamiento con oxígeno molecular puede variar dentro de un amplio margen, se trabaja preferentemente a una temperatura comprendida entre 140 y 300°C, especialmente entre 200 y 280°C. El tratamiento se puede conducir normalmente bajo la presión atmosférica, pero también se puede efectuar bajo una presión superior o bajo presión reducida. El procedimiento del presente invento se puede realizar de modo discontinuo o continuo, y puede constituir también una parte del procedimiento para la fabricación de un éster inferior de ácido ftálico por esterificación del ácido ftálico.
10
15

El procedimiento del presente invento puede ser aplicado a una fracción que contiene éster metílico de ácido formil-benzoico, que se obtiene como fracción de punto de ebullición en la rectificación del éster tereftálico o isoftálico bruto o de un éster recuperado por evaporación de las aguas madres que se obtienen en la esterificación del ácido tereftálico o isoftálico por un procedimiento habitual
20 recristalización del éster formado y, a continuación eliminación de los cristales.
25

Se ha descubierto además, que en la puesta en práctica del presente invento, la presencia de una cantidad incluso mínima de hierro o de derivados de hierro inhibe la reacción de oxidación del éster de ácido formil-benzoico y, como consecuencia, es perjudicial para el efecto
30
8.1.71

386700



del presente invento. En la práctica, el contenido en derivados de hierro en el éster a tratar se debe mantener en un valor inferior a 20 ppm, expresado en hierro metálico.

5 Para evitar la influencia del hierro, se recomienda el empleo de un aparato que presenta una superficie interna de aluminio o de un material no corroible, por ejemplo vidrio, titanio, una aleación de níquel o acero inoxidable. Esta condición debe ser respetada muy particularmente en lo que concierne al recipiente para la reacción de oxidación y, si es necesario, puede ser respetada para un recipiente de esterificación, para la eliminación del alcohol y del agua, para un aparato de destilación para el éster a tratar, etc.

10 Cuando el éster a tratar ya contiene más de 20 ppm de hierro, es sometido, preferentemente, a una destilación simple para eliminar el hierro antes del tratamiento del presente invento. De una manera general, el éster bruto de ácido tereftálico o de ácido isoftálico contiene frecuentemente derivados de hierro. Como consecuencia, el hierro o el derivado de hierro ya está contenido en el ácido tereftálico o isoftálico bruto o es aportado por la corrosión del recipiente de esterificación, por causa de la acción corrosiva de los ácidos tereftálicos e isoftálico y de los monoésteres de éstos. La presencia de este hierro impide el efecto según el invento; por ejemplo, incluso si la cantidad de catalizador es aumentada en el tratamiento de oxidación, éste no parece producir ningún efecto. Cuando el éster a tratar contiene hierro en cantidad superior a la cantidad límite, debe utilizarse después

30
E.1.71



de una destilación bajo presión atmosférica o bajo presión reducida, preferentemente a 40 hasta 300 mm de Hg, antes del tratamiento del presente invento. Esta destilación puede ser realizada en un aparato de destilación simple, un evaporador de película, etc.

EL procedimiento del invento es ilustrado a título no limitativo, en los ejemplos siguientes.

Ejemplo 1.- Se oxida para-xileno con aire, en ácido acético como disolvente, en presencia de derivados de cobalto, manganeso y bromo, para obtener ácido tereftálico. Se esterifica ácido tereftálico con la ayuda de metanol a temperatura elevada y bajo presión elevada en un recipiente con revestimiento de titanio, se calienta el producto de la reacción en un recipiente de vidrio para evaporar el metanol y el agua y se obtiene así tereftalato de dimetilo bruto como residuo. El tereftalato de dimetilo bruto contiene 5% de éster monometílico de ácido tereftálico, 0,8% de éster metílico de ácido formil-benzoico y 5 ppm de hierro.

En un recipiente de vidrio se introducen 300 g de tereftalato de dimetilo bruto con 0,015 g de naftonato de cromo con 10% de cromo y se oxida con oxígeno, bajo agitación, a la temperatura de 250°C, durante 30 minutos. El contenido en éster metílico de ácido formil-benzoico, en este producto de reacción, es inferior a 100 ppm. Se destila el producto de reacción bajo presión reducida, en una columna de destilación de vidrio, del tipo Oldershaw que comprende 15 platos, para dar 50 g de una fracción de bajo punto de ebullición y 200 g de tereftalato de dimetilo como fracción principal. El contenido en éster

386700



metílico de ácido formil-benzoico en el tereftalato de dimetilo es inferior a 10 ppm. Cuando se calienta el tereftalato de dimetilo a 200°C en un tubo cerrado a la lámpara durante 4 horas, no se produce coloración.

5 Como comparación, el contenido en éster metílico de ácido formil-benzoico en el tereftalato de dimetilo - obtenido por una destilación similar del tereftalato de dimetilo bruto, sin oxidación, es de 1.000 ppm y el color del tereftalato de dimetilo, al estado fundido, después de haber sido calentado en tubo cerrado a la lámpara a 200°C durante 4 horas, es de 350 A.P.H.A.

15 Ejemplo 2.- En un recipiente de vidrio se introducen 300 g de tereftalato de dimetilo bruto del ejemplo 1 y 5 g de naftenato de cromo con 10% de cromo y se oxida con aire bajo agitación, a la temperatura de 250°C, durante 30 minutos. El contenido en éster metílico de ácido formil-benzoico en el producto es inferior a 100 ppm.

20 El contenido en éster metílico de ácido formil-benzoico en el tereftalato de dimetilo, que se obtiene destilando el producto de reacción de la misma manera que en el ejemplo 1, es inferior a 10 ppm. No se comprueba ninguna coloración marcada del tereftalato de dimetilo, incluso si se le calienta en tubo cerrado a la lámpara a una temperatura de 200°C durante 4 horas.

25 Ejemplo 3.- Se introducen 300 g de tereftalato de dimetilo bruto del ejemplo 1 con 0,015 g de naftenato de níquel que contiene 10% de níquel en un recipiente de reacción de vidrio, y se oxida con oxígeno bajo agitación, durante 1 hora. El contenido en éster metílico de ácido formil-benzoico en el producto de reacción es inferior a

30
8.1.71



100 ppm. El contenido en éster metílico de ácido formil-benzoico en el tereftalato de dimetilo que se obtiene destilando el producto de reacción, de manera análoga a la operación descrita en el ejemplo 1, es inferior a 10 ppm.

5 No se descubre ninguna coloración del tereftalato de dimetilo, incluso calentándolo en un tubo cerrado a la lámpara a la temperatura de 200°C durante 4 horas.

Ejemplo 4.- En un recipiente de reacción de vidrio se introducen 300 g de tereftalato de dimetilo del ejemplo 1 con 0,015 g de naftenato de cromo que contienen 10% de cromo y 0,015 g de naftenato de níquel que contiene 10% de níquel y se oxida con un gas que contiene oxígeno formado por 70% de oxígeno y 30% de nitrógeno, bajo agitación, a 250°C durante 1 hora. El contenido en éster metílico de ácido formil-benzoico en el producto de reacción es inferior a 100 ppm. Se destila el producto de reacción tal como se ha descrito en el ejemplo 1 y el tereftalato de dimetilo así obtenido contiene menos de 10 ppm de éster metílico de ácido formil-benzoico y no se colorea cuando se le calienta en tubo cerrado a la lámpara a 200°C durante 4 horas.

Ejemplo 5.- Se oxida meta-xileno, con aire, en ácido acético como disolvente, en presencia de derivados de cobalto, manganeso y bromo, para obtener ácido isoftálico. Se esterifica el ácido isoftálico con metanol a temperatura elevada y bajo presión elevada, en un recipiente de acero inoxidable, se calienta el producto de reacción en un recipiente de vidrio para evaporar el metanol y el agua, y se obtiene así el isoftalato de dimetilo como residuo. El isoftalato de dimetilo bruto contiene 5%

8.1.71

386700



de éster monometílico de ácido isoftálico, 0,8% de éster metílico de ácido formil-benzoico y 5 ppm de hierro.

5 Se introducen 300 g de isoftalato de dimetilo bruto con 0,015 g de naftenato de cromo que comprenden 10% de cromo, y se oxida con oxígeno, bajo agitación, en un recipiente de vidrio, a la temperatura de 250°C, durante 1 hora. El contenido en éster metílico de ácido formil-benzoico en el producto de reacción es inferior a 100 ppm. Se destila el producto de reacción bajo presión reducida, 10 en una columna de destilación de vidrio, del tipo Oldershaw con 15 platos y se recogen, después de 50 g de una fracción inicial, 200 g de ftalato de dimetilo, como fracción principal. El contenido en éster metílico de ácido formil-benzoico en el isoftalato de dimetilo es de 20 ppm. Su 15 color al estado fundido es de 20 en la escala A.P.H.A. cuando se le calienta en tubo cerrado a 200°C durante 4 horas.

Ejemplo 6. - En un recipiente de acero al carbono se introducen 300 g de tereftalato de dimetilo bruto 20 del ejemplo 1 con 0,015 g de naftenato de cromo que contiene 10% de cromo y se oxida con oxígeno, bajo agitación, a la temperatura de 250°C durante 30 minutos. El contenido en éster metílico de ácido formil-benzoico en el producto de reacción es de 3.000 ppm.

25 Si una oxidación similar es conducida en un recipiente de reacción de titanio, el contenido en éster metílico de ácido formil-benzoico en el producto de reacción es inferior a 100 ppm. El contenido en éster metílico de ácido formil-benzoico en el tereftalato de dimetilo, que 30 se obtiene destilando el producto de reacción, es inferior

8.1.71

a 10 ppm y no se puede descubrir ninguna coloración, igual que en el ejemplo 1.

Ejemplo 7.— Se oxida para-xileno, con aire, en presencia de derivados de cobalto, manganeso y bromo, en ácido acético como disolvente, para obtener ácido tereftálico. El ácido tereftálico contiene 5 ppm de hierro y 0,8% de ácido formil-benzoico. Después de esterificación del ácido tereftálico con metanol a temperatura y presión elevadas, en un recipiente de reacción de acero al carbono, se eliminan, por evaporación, el metanol y el agua para obtener el tereftalato de dimetilo bruto. El tereftalato de dimetilo bruto contiene 5% de éster monometílico de ácido tereftálico, 0,8% de éster metílico de ácido formil-benzoico y 100 ppm de hierro.

En un recipiente de reacción de vidrio se introducen 300 g de tereftalato de dimetilo bruto que contiene 100 ppm de hierro, con 0,015 g de naftenato de cromo, y se oxida con oxígeno, bajo agitación, a una temperatura de 250°C durante 30 minutos. El contenido en éster metílico de ácido formil-benzoico en el producto de reacción es de 5.000 ppm.

Si se aumenta el contenido en catalizador a base de cromo y si se añaden 15 g de naftenato de cromo a 300 g de tereftalato de dimetilo bruto, que contiene 100 ppm de hierro, y se oxida de manera análoga al procedimiento antes descrito, el contenido en éster metílico de ácido formil-benzoico en el producto de reacción es de 5.000 ppm.

En ambos casos, el tereftalato de dimetilo que se obtiene por destilación del producto de reacción está

386700



fuertemente coloreado.

Se somete al tereftalato de dimetilo bruto, -
que contiene 100 ppm de hierro, a una destilación simple,
utilizando un aparato de destilación a base de vidrio, -
5 para obtener un producto destilado que contiene 3% de éster
monometílico de ácido tereftálico y 1 ppm de hierro.
Se introducen, en un aparato de reacción de vidrio, 300 g
del producto destilado con 0,015 g de naftenato de cromo
y se oxida con oxígeno, bajo agitación, a la temperatura
10 de 250°C durante 30 minutos, el producto de reacción obtenido
contiene menos de 100 ppm de éster metílico de ácido
formil-benzoico. El contenido en éster metílico de ácido
formil-benzoico en el tereftalato de dimetilo que se obtiene
destilando el producto de reacción, como en el ejemplo
15 1, es inferior a 10 ppm, y la coloración del tereftalato
de dimetilo no es sensible cuando se le calienta a
200°C, en tubo cerrado, durante 4 horas.

Ejemplo 8.- En un aparato de reacción a base
de vidrio se introducen 300 g de tereftalato de dimetilo
20 bruto, que contienen 100 ppm de hierro, del ejemplo 7, -
con 0,0015 g de naftenato de níquel que contienen 10% de
níquel y, a continuación, se oxida con oxígeno, bajo agi-
tación, a la temperatura de 250°C durante 1 hora. El con-
tenido en éster metílico de ácido formil-benzoico en el
25 producto de reacción es de 4.000 ppm.

Se somete al tereftalato de dimetilo bruto -
antedicho, que contiene 100 ppm de hierro, a una destila-
ción simple en un aparato de destilación de vidrio, para
obtener un producto destilado que contiene 3% de éster
30 monometílico de ácido tereftálico y 1 ppm de hierro. En

8.1.71

386700



un recipiente de vidrio se introducen 300 g del producto
destilado con 0,0015 g de naftenato de níquel y se oxida
con oxígeno, bajo agitación, a la temperatura de 250°C -
durante 1 hora. El contenido en éster metílico de ácido
5 formil-benzoico del producto de reacción obtenido es infe-
rior a 100 ppm.

El contenido en éster metílico de ácido formil-
-benzoico en el tereftalato de dimetilo, obtenido por la
destilación del producto de reacción antedicho, tal como
10 se describe en el ejemplo 1, es inferior a 10 ppm. Cuando
se calienta el tereftalato de dimetilo a la temperatura
de 200°C, en un tubo cerrado a la lámpara, durante 4 horas,
no se descubre ninguna coloración.

Ejemplo 9.- Se oxida para-xileno con aire, en
15 ácido acético como disolvente, en presencia de derivados
de cobalto, manganeso y bromo, para obtener ácido tereftá-
lico. Se esterifican 1.000 g de ácido tereftálico con -
4.000 g de metanol a temperatura y presión elevadas. Se
enfria el producto de reacción resultante a 40°C y se fil-
20 tran para obtener 950 g de un material sólido y 4.050 g
de un material líquido. Se eliminan 100 g de una fracción
de bajo punto de ebullición, por destilación del material
sólido bajo presión reducida y, a continuación, se obtie-
nen 800 g de tereftalato de dimetilo como fracción prin-
25 cipal. Se somete al material líquido a evaporación para
expulsar el metanol y el agua, en un aparato de destilación
con interior de aluminio y, a continuación, se somete a
una destilación simple bajo presión reducida para obtener
150 g de tereftalato de dimetilo. Se mezclan 100 g de
30 la fracción de bajo punto de ebullición con 150 g de teref

8.1.71

386700



talato de dimetilo obtenido a partir de las aguas madres.
La mezcla contiene 3 $\frac{1}{2}$ de éster metílico de ácido formil-
-benzoico. A la mezcla se añaden 0,010 g de naftenato de
cromo y se oxida con oxígeno, en un recipiente de reacción
5 de titanio, bajo agitación, a 250°C durante 30 minutos.
Como resultado de ello, el contenido en éster metílico de
ácido formil-benzoico es disminuído a 0,04%. Se esterifi-
ca este producto de reacción, al mismo tiempo que el áci-
do tereftálico bruto, con metanol, para recuperar éste -
10 bajo forma de tereftalato de dimetilo y se le trata a con-
tinuación tal como se describe en lo que antecede. El con-
tenido en éster metílico de ácido formil-benzoico en el
tereftalato de dimetilo, que se obtiene como fracción prin-
cipal de la destilación del material sólido por la opera-
15 ción antedicha, es de 20 ppm, y el color, al estado fundi-
do, es de 20 en la escala A.P.H.A.

El invento no está limitado a los ejemplos de
realización antes descritos y representados, y son también
posibles otras variantes sin salirse por ello del marco
20 del invento.

REIVINDICACIONES

25

Los puntos de invención propia, no nueva, pero
no presentada, practicada, ni divulgada en España, que se
presentan para que sean objeto de esta solicitud de Paten-
te de Introducción, por DIEZ años, son los siguientes:

30

1.- Un procedimiento de purificación de ésteres

8.1.71

ME

386700



alcohólicos inferiores de ácidos ftálicos especialmente
ésteres alcohólicos inferiores de un ácido ftálico, por
ejemplo el tereftalato dimetílico en isoftalato dimetíli-
co, que contiene un éster de ácido formilbenzoico como -
5 impureza, procedimiento caracterizado porque se trata el
éster con oxígeno molecular en presencia de un catalizador
soluble en el sistema de reacción, para oxidar dicha impu-
reza, después se separa por destilación el éster alcohóli-
co del ácido ftálico y de la impureza oxidada, lo que per-
10 mite especialmente la obtención de ésteres alcohólicos -
particularmente puros.

2.- Un procedimiento según la reivindicación;
caracterizado porque como catalizador de oxidación se emplea:
a) un derivado de cromo; b) un derivado de níquel; o c)
15 una mezcla de ambos.

3.- Un procedimiento según la reivindicación 1,
caracterizado porque el tratamiento de oxidación se rea-
liza en presencia de 10^{-9} a 10^{-3} atomos-gramo de cromo,
por gramo del éster a tratar, en forma de un derivado de
20 cromo soluble en el sistema de reacción.

4.- Un procedimiento según la reivindicación 1,
caracterizado porque como derivado de cromo se emplea el
naftenato de cromo.

5.- Un procedimiento según la reivindicación 1,
25 caracterizado porque el tratamiento de oxidación se reali-
za en presencia de 10^{-9} a 10^{-6} atomos-gramo de níquel por
gramo del éster a tratar, en forma de un derivado de ní-
quel, como catalizador, soluble en el sistema de reacción.

6.- Un procedimiento según la reivindicación 1,
30 caracterizado porque como derivado de níquel se emplea el

8.1.71

ME

386700



naftenato de níquel.

7.- Un procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque como catalizador se emplea una mezcla de naftenato de cromo y de naftenato de níquel.

5 8.- Un procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el tratamiento de oxidación se realiza sobre el éster alcohólico del ácido ftálico en estado fundido.

10 9.- Un procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el tratamiento se realiza a una temperatura comprendida entre 200 y 280°C.

15 10.- Un procedimiento según la reivindicación 1, en el que como oxígeno molecular se emplea: a) oxígeno puro; o b) un gas que contiene al menos 50% de oxígeno puro.

11.- Un procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se somete previamente al éster a tratar a una destilación.

20 12.- Un procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el tratamiento de oxidación se realiza en un aparato de oxidación que comprende una superficie interna de un metal elegido del grupo que comprende titanio y acero inoxidable.

25 13.- Un procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se emplea un aparato auxiliar, tal como un aparato de esterificación, un aparato de eliminación del alcohol y del agua, un aparato de destilación para el éster a tratar, que presenta también una superficie interna de un metal elegido del grupo que comprende titanio, aluminio y aceros inoxidables.

30

8.1.71

ME

386700



14.- Un procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se efectúa la esterificación del ácido ftálico que contiene ácido formilbenzoico como impureza, con un alcohol primario inferior, se enfría la mezcla de reacción con el fin de hacer cristalizar y separar el éster del ácido ftálico, después se trata una fracción de punto de ebullición inferior, obtenida rectificando el éster cristalizado y separado, o un residuo obtenido por concentración de las aguas madres resultantes de la cristalización y de la separación, en presencia de oxígeno molecular en fase líquida para oxidar las impurezas contenidas, y por último se destila la mezcla de reacción y se recircula el destilado separado a la esterificación.

15.- Un procedimiento de purificación de un éster alcoholico inferior de ácidos ftálicos.

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

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

20

Madrid, 12.7.71

P.A.

AYUDANTE DE...
Por favor

ME

8.1.71
MSG