



P-47.322

K-41 (MIP)

Orderletter 46.017

389225

389

Memoria descriptiva

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I.P.C.
CLASE 07
SUBCLASE c

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, Kasumigasaki, Chiyoda-ku,
Tokyo, Japon.

por: "UN PROCEDIMIENTO DE ESTERIFICACION DE ACIDO TEREFTALICO".-
(Clase Internacional C07c)

389225



Se sabe que la esterificación completa de ácido tereftálico con ayuda de alcoholes de pequeño peso molecular, tales como metanol, presenta ciertas dificultades que están ligadas directamente con el agua formada por la esterificación. Ya se ha propuesto realizar la esterificación con un gran exceso de metanol y en presencia de ácido sulfúrico, dado que el ácido sulfúrico, tal como es sabido, fija el agua formada por reacciones de esterificación. Se puede renunciar a utilizar ácido sulfúrico cuando se efectúa la esterificación, según el procedimiento de la Patente alemana 1.000.019, en autoclaves cerrados a temperaturas de al menos 150° C. No obstante, en este procedimiento no puede dispensarse el exceso de metanol. Según los términos de la Patente antedicha, el exceso de metanol más pequeño que es necesario es de 20 moles por molécula de ácido tereftálico, y el ejemplo 2 muestra que para una proporción de 12 o de 6 moles solamente de metanol por molécula de ácido tereftálico, no se esterifican de ningún modo 12 y 81 partes respectivamente del ácido tereftálico, incluso después de un tiempo de reacción de 5 horas:

Se ha descubierto ahora, de manera sorprendente, que la esterificación de ácido tereftálico con ayuda de alcoholes de pequeño peso molecular, tales como metanol, puede realizarse en autoclaves cerrados, en un tiempo muy corto y con excelente rendimiento, haciendo actuar, a una temperatura de aproximadamente 215°C, como máximo 20 moles preferentemente menos de 15 moles, en particular menos de 10 moles de alcohol por molécula de ácido tereftálico. Esta comprobación es tanto más sorprendente cuanto que no

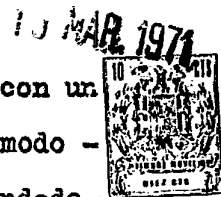


solamente la Patente antedicha, sinó igualmente una -
serie de patentes más antiguas, indican expresamente que
el exceso mínimo debe ser de 20 moles de alcohol por molé-
cula de ácido tereftálico. Dado, además, que según la Pa-
5 tente antedicha con 6 moles de metanol por molécula de áci-
do tereftálico, después de calentamiento durante 5 horas
a 200°C no se obtiene más que una esterificación de 19%
del ácido tereftálico, no podía esperarse que una eleva-
ción de temperatura de aproximadamente 20°C solamente -
10 pudiera asegurar una esterificación completa para un mis-
mo tiempo de reacción.

Son evidentes las ventajas de una esterificación
con la ayuda de un exceso de metanol que corresponde como
máximo a 20 moles de alcohol por molécula de ácido teref-
15 tálico. Los volúmenes tratados por aparato de esterifica-
ción son mucho más importantes y el tratamiento del alcohol
no transformado diluido con agua exige un gasto mucho me-
nos elevado, dado que la cantidad total de alcohol diluido
por el agua es sensiblemente menor.

20 La posibilidad de una esterificación práctica-
mente completa con empleo de un exceso de alcohol rela-
tivamente pequeño es tanto más sorprendente cuanto que se
sabe que a medida que aumenta el grado de esterificación
la proporción de agua presente en la mezcla de reacción -
25 aumenta rápidamente y que la proporción de agua presente -
en la mezcla de reacción en el procedimiento según el in-
vento es mucho más elevada que en el caso de una esteri-
ficación con ayuda de un gran exceso de metanol. Teniendo
en cuenta las publicaciones anteriores y experiencias -
30 generales en materia de esterificación de ácidos carboxí-

389225



licos, había que esperar que una esterificación con un
exceso de metanol mucho más pequeño terminase de modo -
prematureo. Por esta razón es por que se ha recomendado
hasta ahora el empleo de un exceso de 20 moles de alcohol
5 por molécula de ácido tereftálico, siendo considerado éste
exceso como un exceso mínimo. En la práctica el ácido -
tereftálico era esterificado hasta el momento incluso con
40 moles o más de alcohol por molécula de ácido tereftá-
lico. El hecho de que la esterificación se produzca de mo-
do completo con un exceso de metanol mucho menor debe ser
10 considerado por lo tanto como muy sorprendente.

Ejemplo 1.- 1 mol de ácido tereftálico ha sido
calentado a 225°C con 7 moles de metanol en un autoclave
rotatorio de acero inoxidable y esta temperatura ha sido
15 mantenida durante 5 horas. La presión que se ha estableci-
do ha variado entre 80 y 100 atmósferas. El rendimiento de
ácido tereftálico esterificado ha llegado a 95% del ren-
dimiento teórico. El éster bruto contenía todavía 1% de -
monoéster, de modo que después de destilación se ha obte-
nido 94% de éster dimetílico de ácido tereftálico muy pu-
ro. P. de f. 140,6°C.

Ejemplo 2.- 1 mol de ácido tereftálico ha sido
calentado durante 5 horas a 255°C con 7 moles de metanol
en el mismo autoclave en atmósfera de nitrógeno. La pre-
25 sión ha sido mantenida entre 100 y 150 atmósferas. El ren-
dimiento ha llegado a 98,3% de la teoría. El éster bruto
obtenido contenía todavía 0,7% de monoéster.

Ejemplo 3.- 1 mol de ácido tereftálico ha sido
calentado durante 4 horas a 255°C con 0,1 moles de éster -
30 dimetílico de ácido tereftálico y con 7 moles de metanol



en el mismo autoclave. La presión que se ha establecido ha variado entre 95 y 120 atmósferas. El rendimiento ha llegado a 98,5% del rendimiento teórico. El éster bruto obtenido contenía todavía 0,3 a 0,5% de la teoría.

5 Bien entendido, el invento no está limitado a los modos de puesta en práctica descritos, que no han sido dados más que a título de ejemplos.

10 -REIVINDICACIONES-

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

15 1.-Un procedimiento de esterificación de ácido tereftálico con ayuda de metanol a temperaturas y presiones elevadas, caracterizado porque se realiza la esterificación a una temperatura superior a 215°C, haciendo actuar como máximo 20 moles y, preferentemente, menos de 10 moles de metanol sobre 1 mol de ácido tereftálico.

20 2.-Un procedimiento de esterificación de ácido tereftálico.

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

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

13 MAR 1971

Madrid,

P.A.

30

Alberto de Elizalde
Por Poder

11.3.71