

406700



## MEMORIA DESCRIPTIVA

— PATENTE DE INVENCION.

DURACION: VEINTE AÑOS

OBJETO: "PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION POR RECUPERACION DE  
ACIDO TEREFTALICO DE GRAN PUREZA".

Int. Cl.: <i>C 07C</i>

Solicitante: PHILLIPS PETROLEUM COMPANY.

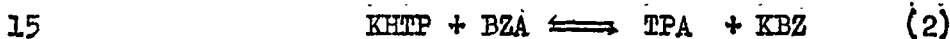
Residencia: BARTLESVILLE, Oklahoma, U.S.A.

Nacionalidad: norteamericana .



La presente invención se refiere a la producción de ácido tereftálico por reacción de tereftalato dipotásico con ácido benzoico y a la purificación del ácido tereftálico así obtenido.

5 Es sabido, en la especialidad, que puede producirse tereftalato dipotásico por dismutación de benzoato de potasio usando benzoato de cinc para catalizar la reacción. Véase, por ejemplo, la Patente USA 2.823.230. También es sabido que puede producirse ácido tereftálico por reacción de tereftalato dipotásico con ácido benzoico. Véase, por ejemplo, la Patente USA 10 2.930.813. Cuando se hace reaccionar tereftalato dipotásico con ácido benzoico para producir ácido tereftálico, la reacción se desarrolla en las dos fases siguientes :



donde  $K_2TP$  es tereftalato dipotásico, BZA es ácido benzoico, KHTP es tereftalato hidrogenado de potasio (llamado también tereftalato de ácido potásico), KBZ es benzoato potásico y TPA es ácido tereftálico. Como indican las ecuaciones (1) y (2), 20 esta reacción se desarrolla en dos fases. Mientras que la fase (1) se desarrolla casi hasta la conclusión, la fase (2) es reversible y, en consecuencia, el tereftalato de ácido potásico es convertido sólo en un 80% aproximadamente en ácido tereftálico en condiciones de equilibrio.

25 El ácido tereftálico es de considerable importancia en la industria como material inicial en aplicaciones como la fabricación de fibras sintéticas del tipo del poliéster. Por consiguiente, ha habido en la especialidad una considerable actividad dirigida hacia la producción económica y conveniente 30 de grandes cantidades de ácido tereftálico relativamente puro.



Un problema con el que se tropieza en la preparación de ácido tereftálico de acuerdo con las ecuaciones (1) y (2) anteriores ha sido el de obtener una reacción completa del tereftalato de ácido potásico, para elevar al máximum la producción de ácido tereftálico partiendo del material inicial de tereftalato dipotásico, y el de separar el producto ácido tereftálico de la mezcla cruda de reacción.

Según la presente invención, se crea un procedimiento para la producción de ácido tereftálico que comprende la reacción de tereftalato dipotásico con ácido benzoico para producir una mezcla de reacción, la separación de fases y la recuperación de ácido benzoico, tereftalato de ácido potásico y ácido tereftálico de la mezcla de reacción constituida por benzoato potásico, ácido benzoico, tereftalato de ácido potásico y ácido tereftálico, la reacción del ácido benzoico con el tereftalato de ácido potásico en presencia del ácido tereftálico, para producir una segunda mezcla de reacción que contiene una cantidad adicional de ácido tereftálico y, a continuación, la separación de fases y la recuperación de ácido tereftálico partiendo de la segunda mezcla de reacción.

Mediante la presente invención, se produce un ácido tereftálico de gran pureza y, además, la reacción de la ecuación anterior (2) llega esencialmente a su conclusión, haciendo así innecesaria la eliminación de tereftalato de ácido potásico sin reaccionar.

Siempre según la presente invención, se introduce en una primera zona de reacción una mezcla de reacción - que comprende un barro de ácido benzoico, tereftalato de ácido potásico, benzoato potásico y ácido tereftálico, en la que el benzoato potásico se encuentra en estado de disolución, y el ácido



benzoico, el tereftalato de ácido potásico y el ácido tereftá-  
lico se encuentran sin disolver - zona en la cual la mezcla de  
reacción es tratada con agua a una temperatura suficiente para  
mantener el ácido benzoico, el tereftalato de ácido potásico y  
65 el ácido tereftálico esencialmente sin disolver, y el benzoato  
potásico esencialmente en solución, separándose y eliminándose  
el material en disolución para producir así un segundo barro  
constituído por ácido benzoico, tereftalato de ácido potásico  
y ácido tereftálico sin disolver. El segundo barro es introdu-  
70 cido luego en una segunda zona de purificación, donde es trata-  
do con agua a una temperatura suficiente para disolver el tereft-  
talato de ácido potásico y el ácido benzoico, que reaccionan  
entonces produciendo cantidades adicionales de ácido tereftáli-  
co, que precipita inmediatamente, y de benzoato potásico, que  
75 es eliminado de la segunda zona de purificación en estado de  
disolución. El ácido tereftálico es eliminado simultáneamente  
de la segunda zona sin disolver en un tercer barro, y secado a  
continuación para producir así un ácido tereftálico de gran pu-  
reza.

80 Con referencia al dibujo, que es un diagrama esquemá-  
tico que muestra una forma preferida de la presente invención,  
se introduce en el reactor (1), provisto de los medios de agi-  
tación (2), ácido benzoico por el conducto (3) y tereftalato  
dipotásico disuelto en agua por el conducto (4). En el reactor  
85 (1) con agitador, el ácido benzoico y la solución de tereftala-  
to dipotásico son calentados a una temperatura comprendida en-  
tre 66° - 149° C., y preferiblemente de aproximadamente 88° C.,  
agitando durante aproximadamente 15 minutos, durante los cuales  
el ácido benzoico y el tereftalato dipotásico reaccionan y al-  
90 canzan el equilibrio. En el reactor (1), se verifica una reac-



ción en dos fases, en la cual -1- el tereftalato dipotásico reacciona con ácido benzoico produciendo tereftalato de ácido potásico y benzoato potásico, y después -2- el tereftalato de ácido potásico reacciona con ácido benzoico produciendo ácido tereftálico y benzoato potásico. Al alcanzarse el equilibrio en el reactor (1), esencialmente todo el tereftalato dipotásico es convertido en tereftalato de ácido potásico, pero sólo el 75 - 80% aproximadamente del tereftalato de ácido potásico reacciona con ácido benzoico produciendo ácido tereftálico.

95

100 Por consiguiente, en condiciones de equilibrio, hay en el reactor (1) una mezcla de reacción constituida esencialmente por benzoato potásico, ácido benzoico, tereftalato de ácido potásico y ácido tereftálico. Esta mezcla de reacción se encuentra en forma de barro acuoso que contiene en disolución material

105 disuelto y material sin disolver y en el que la parte de sólidos del barro, es decir el material sin disolver, está constituido por ácido benzoico, tereftalato de ácido potásico y ácido tereftálico. La parte sin disolver del barro está constituida esencialmente por benzoato potásico, estando también

110 presente en la solución una pequeña parte de ácido benzoico.

La mezcla de reacción en barro procedente del reactor (1) es introducida en la columna de lavado (5) por el conducto (6). Antes de la introducción de la mezcla de reacción en la columna (5), es diluida con agua para producir un

115 barro que contiene de 5 a 50% en peso de sólidos, y preferiblemente un 15% en peso de sólidos. El agua de dilución es introducida en el conducto (6) por el conducto (7). Además, la mezcla de reacción diluida es enfriada de la temperatura del reactor a una temperatura comprendida entre 38° - 66° C., y

120 preferiblemente de 49° C. Este enfriamiento puede ser efectuado



por cualquier medio, como por ejemplo la introducción de agua enfriada en el conducto (6) por el conducto (7), para así enfriar y diluir la mezcla de reacción.

125 En la columna (5) de lavado del lecho asentado, la mezcla de reacción procedente del reactor (1), que es introducida en la parte superior de la columna (5), es sometida a separación de fases, durante la cual el material sin disolver, que contiene los componentes sólidos anteriormente mencionados se deposita en la parte inferior de la columna (5) y el material disuelto que contiene benzoato de potasio se acumula en  
130 la parte superior.

El tereftalato de ácido potásico es relativamente insoluble en una solución acuosa relativamente concentrada de benzoato potásico a temperaturas comprendidas entre 38° y 66°  
135 C., mantenida en la parte superior de la columna (5). Sin embargo, el tereftalato de ácido potásico es apreciablemente soluble en soluciones acuosas relativamente diluidas de benzoato potásico a temperaturas comprendidas en dicho campo. Como la concentración del benzoato potásico en la solución disminuye desde la parte superior de la columna (5) hacia la parte inferior de la columna (5), resulta necesario hacer funcionar la parte inferior de la columna (5) a una temperatura inferior a la de la parte superior de la columna (5), para impedir la disolución de tereftalato de ácido potásico en agua, que contiene una concentración relativamente baja de benzoato potásico.  
140 Por consiguiente, para promover la solubilidad de benzoato potásico y mantener los constituyentes restantes de la mezcla de reacción en estado sólido, la columna (5) es hecha funcionar bajo un gradiente de temperatura, manteniéndose la parte superior de la columna (5) a una temperatura comprendida entre 38°  
145  
150



y 66° C., más elevada en la parte inferior de la columna (5). Este gradiente de temperatura está destinado a facilitar la eliminación de benzoato potásico, en solución, de la parte superior de la columna (5) por el conducto (8), y para la eliminación de los restantes componentes sólidos de la mezcla de reacción por la parte inferior de la columna (5), por el conducto (9).

En esta forma preferida de realización, se ha comprobado que la columna (5) funciona de la manera más eficiente si se mantiene la parte superior a una temperatura de aproximadamente 49° C., y la parte inferior a una temperatura de aproximadamente 27° C. Con la parte superior de la columna (5) a 49° C. aproximadamente, se efectúa una eliminación máxima de benzoato potásico y una eliminación mínima de tereftalato de ácido potásico y de ácido benzoico.

La temperatura de la parte superior de la columna (5) es mantenida al nivel deseado por cualquier medio conocido en la especialidad, como por ejemplo la camisa de calentamiento (10), por la que se hace pasar un medio de calentamiento que se introduce en la camisa (10) por el conducto (11) y se extrae de la misma por el conducto (12).

Para mantener el ácido benzoico, el tereftalato de ácido potásico y el ácido tereftálico sin disolver, la parte inferior de la columna (5) es mantenida a una temperatura comprendida entre 10° y 38° C., preferiblemente 27° C. Como el ácido benzoico y el tereftalato de ácido potásico son relativamente insolubles en agua a 27° C., estos componentes, lo mismo que el ácido tereftálico, son mantenidos sin disolver en la parte inferior de la columna (5) introduciendo en la parte inferior de la columna (5), por el conducto (13), agua a una tem-



peratura de aproximadamente 27° C. Esta agua atraviesa la columna (5) hacia arriba, en contacto de contracorriente con el material sin disolver de la mezcla de reacción, que se está asentando en forma de partículas sólidas desde la parte superior de la columna (5). El agua que sube disuelve y elimina las partes residuales de benzoato potásico, que pueden ser arrastradas sin disolver, y sirve además para enfriar los componentes que se desea mantener en estado sólido.

La parte inferior de la columna (5) puede ser mantenida a la temperatura deseada por cualquier medio conocido en la especialidad, como por ejemplo la camisa de enfriamiento (14), por la que se hace pasar un medio de intercambio térmico que entra por el conducto (15) y sale por el conducto (16).

El material contenido en la parte inferior de la columna (5), que es un barro constituido esencialmente por ácido benzoico, tereftalato de ácido potásico y ácido tereftálico sin disolver, es conducido por el conducto (9), la bomba (17) y el medio de calentamiento (18) e introducido en la parte superior de la columna (19). Para completar la conversión del tereftalato dipotásico original en ácido tereftálico, es necesario poner en solución el tereftalato de ácido potásico y el ácido benzoico, ambos en estado sólido en la parte inferior de la columna (5), de modo que puedan reaccionar formando ácido tereftálico y benzoato potásico. Esta solución es efectuada convenientemente calentando el barro en el medio de calentamiento (18) a una temperatura comprendida entre 66° y 121° C., y preferiblemente de 88° C., e introduciendo luego la corriente del conducto (9) en la columna (19) a esta temperatura.

En la columna (19), se concluye la reacción entre el tereftalato de ácido potásico y el ácido benzoico, en ausencia



del benzoato potásico que se había formado en el reactor (1), estando presente el ácido tereftálico en forma de sólido, formando así ácido tereftálico adicional y benzoato potásico. El ácido tereftálico se asienta en la parte inferior de la columna (9) y el benzoato potásico así formado, siendo soluble, queda en la parte superior de la columna (19). El agua, a una temperatura de aproximadamente 38° C., es introducida en la parte inferior de la columna (19) por el conducto (20) y sube por la columna (19) en contacto de contracorriente con el material que se asienta, constituido esencialmente por ácido tereftálico, para eliminar del ácido tereftálico sólido las impurezas como el tereftalato de ácido potásico sin reaccionar, ácido benzoico y benzoato potásico. Entonces, estas impurezas son eliminadas de la parte superior de la columna (19) por el conducto (21) hacia un ulterior tratamiento, no representado.

También la columna (19) es hecha funcionar bajo un gradiente de temperatura, manteniéndose la parte superior de la columna (19) a una temperatura superior a la de la parte inferior. La parte superior de la columna (19) es mantenida convenientemente a una temperatura comprendida entre 66° y 121° C., y preferiblemente de 88° C. Esto puede hacerse por cualquier medio conocido en la especialidad, como por ejemplo mediante la camisa de calentamiento (22) por la que se hace pasar un medio de calentamiento, introducido por el conducto (23) y eliminado por el conducto (24). Es deseable mantener la parte inferior de la columna (19) a una temperatura comprendida entre 24° y 66° C., y preferiblemente de 38° C. Esto puede hacerse por cualquier medio conocido en la especialidad, como por ejemplo la camisa de calentamiento (25), por la que se hace pasar un medio de calentamiento introducido por el conducto (26) y ex-



245 traído por el conducto (27). La temperatura más alta en la parte superior de la columna (19) es deseable para acelerar la conclusión de la reacción química. La temperatura más baja en la parte inferior de la columna (19) es deseable para reducir al

250 El contenido de la parte inferior de la columna (19) se compone de un barro de ácido tereftálico sólido en agua. Este barro comprende también pequeñas partes de impurezas, como por ejemplo ácido benzoico y tereftalato de ácido potásico. Este barro es extraído de la columna (19) por el conducto (28) y la bomba (29) e introducido en el tanque (30) de lavado con agitador. El agua es introducida en el tanque (30) por el conducto (31) y el barro diluido resultante, contenido en el tanque (30), es agitado a una temperatura comprendida entre 149° y 232° C., y preferiblemente de aproximadamente 193° C. Benzocato potásico adicional es eliminado así del ácido tereftálico por la acción disolvente del agua caliente. Entonces, el barro es conducido del tanque (30) al filtro (32) por el conducto (33), donde el ácido tereftálico sólido es recuperado y eliminado por el conducto (34). Las impurezas disueltas salen en una corriente acuosa por el conducto (35). Los cristales sólidos de ácido tereftálico contenidos en el conducto (34) pueden volver a ser transformados en barro con agua caliente y a ser filtrados para su purificación adicional, si así se desea.

265 Se vé así que las reacciones -1- y -2- son conducidas en una serie de fases de tratamiento que implican fases de separación en fase sólida-líquida con lavado mediante agua, conduciéndose cada fase sucesiva a una temperatura sucesivamente más elevada, para aprovechar así las distintas solubilidades de

270



los compuestos y reactivos que intervienen. En alternativa, el reactor -1- podría descargar en un sedimentador donde los sólidos se depositan sobre el fondo y el líquido que contiene solubles es eliminado por la parte superior, pasando los sólidos a un tanque calentado y agitado, seguido de otro sedimentador, seguido a su vez de otra fase de calentamiento y de otra fase más de sedimentación, conduciéndose cada fase de sedimentación y de calentamiento a una temperatura superior a la de la fase anterior.

275

E J E M P L O

Refiriéndonos nuevamente al dibujo, se introdujeron en el reactor (1), por el conducto (4), 640 gramos de tereftalato dipotásico disueltos en 4000 gramos de agua. Se introdujo en el reactor, por el conducto (3), ácido benzoico en la cantidad de 904 gramos. El contenido del reactor fué calentado a 88° C. y agitado durante unos 15 minutos, durante cuyo tiempo la reacción entre el tereftalato dipotásico y el ácido benzoico alcanzó un estado de equilibrio en el cual esencialmente todo el tereftalato dipotásico fué convertido en tereftalato de ácido potásico, pero sólo el 75-80% del tereftalato de ácido potásico fué convertido en ácido tereftálico. El contenido del reactor (1) - que se encontraba en forma de un barro cremoso, estando presentes como sólidos el ácido tereftálico y tereftalato de ácido potásico, estando en solución el benzoato potásico y parcialmente disuelto el ácido benzoico, pero en estado sólido en su mayor parte - fué introducido en la columna (5) por el conducto (6), después de haber sido diluido con 4000 gramos de agua introducida en el conducto (6) por el conducto (7) a una temperatura de aproximadamente 72° C., para producir un barro que tenía aproximadamente un 16% en peso de sólidos a una temperatu-

285

290

295

300



305 ra de 49° C. Este barro fué introducido en la parte superior de la columna (5), que tenía un diámetro de 5 cms. y una altura de 2 m., donde los sólidos se sedimentaron en la parte inferior de la columna (5). Los 60 cms. superiores de la columna (5) fueron rodeados de la camisa de calentamiento (10) por la cual se hizo pasar fluido de calentamiento para mantener a 49° C. la temperatura de la parte superior de la columna (5). Se introdujo agua de 27° C. por el conducto (13) en el fondo de la columna (5), agua que subió por la columna (5) en contacto de contracorriente con el lecho asentado de cristales que contenían ácido tereftálico. El agua salía de la columna (5) por el conducto (8), arrastrando consigo impurezas disueltas, principalmente benzoato potásico.

315 El barro de material que contenía ácido tereftálico fué eliminado de la parte inferior de la columna (5) por el conducto (9) y la bomba (17) a una velocidad suficiente para mantener la altura del material sólido sedimentado en la parte inferior de la columna (5) a 51 cms. aproximadamente sobre el fondo de la columna (5).

320 La parte superior de la columna (5) fué mantenida a una temperatura de aproximadamente 49° C., haciendo pasar un medio de calentamiento por la camisa de calentamiento (10). Además, la parte inferior de la columna (5) fué mantenida a una temperatura de aproximadamente 27° C. haciendo pasar un adecuado medio de intercambio térmico por la camisa de calentamiento (14).

330 El barro de ácido tereftálico en agua, que también contenía tereftalato de ácido potásico, sin reaccionar y ácido benzoico, fué bombeado por el calentador (18), donde se calentó a 88° C., y el barro calentado fué introducido entonces en



la parte superior de la columna (19). El ácido benzoico y el tereftalato de ácido potásico contenidos en el barro disuelto en el agua reaccionaron produciendo cantidades adicionales de ácido tereftálico. El ácido tereftálico introducido en la columna (19) y el ácido tereftálico producido en la columna (19) se sedimentaron en forma de material sólido en la parte inferior de la columna (19), formando así un lecho en la parte inferior de la columna (19). Se introdujo agua de una temperatura de aproximadamente 38<sup>o</sup> C., por el conducto (20), en la parte inferior de la columna (19), agua que subió por el lecho de material sólido y lavó el material limpiándolo de impurezas, como tereftalato de ácido potásico sin reaccionar, ácido benzoico y benzoato potásico formados en la reacción del tereftalato de ácido potásico y de ácido benzoico. Estas impurezas fueron eliminadas de la columna (19) por el conducto (21).

La mezcla de reacción procedente del reactor -1- fue introducida en la columna (5) a una velocidad uniforme durante un período de 12 horas. Durante este mismo período de 12 horas, se introdujo por el conducto (13), a velocidad uniforme un total de 12.000 gramos de agua en la columna (5). También se introdujo un barro procedente de la parte inferior de la columna (5) en la parte superior de la columna (19), a una velocidad constante y durante un período de aproximadamente 7 horas. Durante este mismo tiempo, se introdujo un total de 3.750 gramos de agua en la parte inferior de la columna (19) por el conducto (20), a velocidad constante.

Durante la operación anterior, se tomaron muestras de las corrientes que salían de la columna (5), es decir las corrientes (8 y 9), y se analizaron obteniendo los resultados indicados en las Tablas I y II.



TABLA I (CORRIENTE 8)

Muestra nº (1)	Total de sólidos(2) gramos	Contenido de TPA sólido, gramos	Sólidos de TPA % en peso
365	1 6.0156	0.6541	10.9
	2 31.7663	2.1356	6.72
	3 63.4126	3.6234	5.71
	4 36.2025	3.0607	8.54
	5 38.5651	3.1680	8.21
	6 34.4933	2.8940	8.39
370	7 35.8681	2.9850	8.32
	8 27.0782	2.6894	9.03
	9 37.2014	3.7724	10.14
	10 39.1810	3.7553	9.58
375	11 40.6344	3.5751	8.80
	12 38.9386	3.5649	9.16
	13 7.5064	0.5816	7.75

(1) Cada muestra era de 900 ml., excepto la 13, que era de 200 ml.  
Las 13 muestras constituyen el total de los lavados generales.

380 (2) Se compone de sólidos tanto disueltos (principalmente benzoato potásico (KBZ)) como sin disolver (principalmente ácido tereftálico (TPA)).

Los datos anteriores indican la eliminación, en la corriente (8), de una considerable cantidad de benzoato potásico, como se indica en la columna titulada "Total de sólidos". De los gramos indicados en esta columna, se restan los gramos de ácido tereftálico indicados en la columna titulada "Contenido de TPA sólido". La diferencia entre las dos cantidades es el total aproximado de gramos de benzoato potásico eliminados de la columna (5) por el conducto (8).

TABLA II (CORRIENTE 9)

Muestra nº (1)	% en peso de sólidos	Ceniza, % en peso(2)
1	10.9	19.8
2	8.5	19.1
3	7.7	16.8
395	4 6.3	21.6
	5 5.8	18.8

(1) Cada muestra era de 1800 ml., excepto la 5, que era de 2000 ml.

400 (2) La ceniza fue determinada quemando una muestra de sólidos y midiendo las partes no combustibles, o ceniza. La ceniza se deriva del tereftalato de ácido potásico y del benzoato potásico combinados y, naturalmente, constituye una impureza del ácido tereftálico. La alimentación a la columna 5 por el conducto 6 contenía un 25% en peso de ceniza sobre la misma base.

405



Se tomaron muestras de las corrientes que salían de la columna (19), es decir las corrientes (21 y 28), y se analizaron obteniendo los resultados siguientes, indicados en las Tablas III y IV.

410

TABLA III (CORRIENTE 21)

Muestra nº(1)	Total de sólidos(2) gramos	TPA sólido gramos	Sólidos de TPA % en peso
1	15.9246	3.8279	24.0
2	51.9828	8.4602	16.3
415 3	29.5746	5.5696	18.8
4	32.3812	5.0866	15.7
5	55.4300	6.9924	12.6
6	37.5153	4.6248	12.3
7	48.0607	13.6953	28.5
420 8	35.6283	10.1130	28.4
9	39.0367	14.4613	37.0
10	32.7350	11.6889	35.7
11	37.3122	12.1851	32.7
12	46.1942	13.9704	30.2
425 13	8.7466	0.5737	6.56

(1) Cada muestra era de 900 ml. excepto las 5, 7 y 12, que eran de 950 ml. y la 13, que era de 350 ml. Las 13 muestras constituían la corriente superior total 21.

430 (2) Se componían tanto de sólidos disueltos, (principalmente benzoato potásico (KBZ)) como de sólidos sin disolver (principalmente ácido tereftálico (TPA)).

Así, se eliminó una considerable impureza adicional de los cristales de ácido tereftálico en la columna de lavado (19), como se indica en la Tabla II con el peso de sólidos totales menos el peso de ácido tereftálico.

435

TABLA IV (CORRIENTE 28)

Muestra nº	Volumen de la muestra ml.	Sólidos totales gramos	Sólidos % en peso	Ceniza % en peso
1	200	20.8710	10.36	0.50
2	200	25.1277	11.86	0.76
440 Intermedia	900	---	12.05	---
3	175	23.0127	13.53	0.74
4	175	20.6777	12.45	0.84

Se ve que en contenido de ceniza ha sido reducido a un 0,50 - 0,80% solamente en peso. El contenido de ceniza de la alimentación a las columnas de lavado por el conducto (6) era

445



del 25% en peso. Es evidente, por tanto, la eficiencia de las columnas para la eliminación de impurezas que contienen ceniza o potasio.

450 El producto de barro en la parte inferior de la columna (19) contenía una cantidad no medida de ácido benzoico, que fué eliminada ampliamente conduciendo el barro al depósito (30), donde se añadió agua adicional y donde se agitó la mezcla durante unos 15 minutos a una temperatura de 193° C.

455 El barro resultante fué hecho pasar entonces por el filtro (32) y el producto de cristales contenido en el conducto (34) fué vuelto a transformar en barro en agua a 193° C. Los cristales finales de ácido tereftálico recuperados por una segunda filtración contenían sólo aproximadamente 0,02% en peso de ácido benzoico y menos de 10 partes por millón de potasio.

460 Todo aquello que sea accesorio en la realización del procedimiento descrito, podrá ser objeto de modificaciones y las cuestiones de forma, dispositivos y máquinas utilizadas en la ejecución de la invención, deberán tomarse como de orden secundario, pudiéndose emplear aquellos que mejor convengan en tanto no alteren fundamentalmente las particularidades características.

470 La solicitante se reserva el derecho de obtención de los oportunos Certificados de Adición complementarios por las mejoras o perfeccionamientos que en lo sucesivo pudiera aconsejar la práctica.

N O T A :

475 Descrita suficientemente la naturaleza y alcance de la presente invención, así como la forma en que la misma puede ser llevada a la práctica, se reivindican a título privativo



las siguientes particularidades características, sobre las cuales ha de recaer la concesión del privilegio de PATENTE DE INVENCION que se solicita:

480 1). Procedimiento para la producción por recuperación de ácido tereftálico de gran pureza, obteniéndose la recuperación de una mezcla con ácido benzoico, benzoato potásico y tereftalato hidrogenado de potasio, caracterizado por las fases siguientes :

- 485 (a) la disolución en agua del benzoato potásico, pero no más de una pequeña cantidad de los otros materiales mencionados,
- (b) la separación del ácido benzoico sin disolver, tereftalato hidrogenado de potasio y ácido tereftálico,
- 490 (c) la disolución en agua del ácido benzoico y del tereftalato hidrogenado de potasio, pero no más de una pequeña cantidad de ácido tereftálico, y la reacción del ácido benzoico disuelto con el tereftalato hidrogenado de potasio disuelto para formar ácido tereftálico, que precipita, y
- (d) la recuperación del ácido tereftálico sin disolver.

495 2). Procedimiento para la producción por recuperación de ácido tereftálico de gran pureza, según la reivindicación 1) caracterizado por obtenerse el material inicial haciendo reaccionar ácido benzoico con tereftalato dipotásico en un medio acuoso.

500 3). Procedimiento para la producción por recuperación de ácido tereftálico de gran pureza, según las reivindicaciones 1) ó 2), caracterizado por ejecutarse la fase (a) a una temperatura comprendida entre 38 y 66° C.

505 4). Procedimiento para la producción por recuperación de ácido tereftálico de gran pureza, según cualquiera de las anteriores reivindicaciones, caracterizado por el hecho de que la



fase (c) es ejecutada a una temperatura comprendida entre 66 y 121° C.

510 5). Procedimiento para la producción por recuperación de ácido tereftálico de gran pureza, según cualquiera de las anteriores reivindicaciones, caracterizado por el hecho de que las fases (a) y (b) son ejecutadas haciendo pasar el material inicial por una zona de contacto en contracorriente con el agua, manteniéndose la entrada de dicha zona (con respecto al flujo del material inicial) a una temperatura comprendida entre 38 y 66° C. y la salida de dicha zona (con respecto al flujo del material inicial) a una temperatura comprendida entre 10 y 38° C.

520 6). Procedimiento para la producción por recuperación de ácido tereftálico de gran pureza, según cualquiera de las anteriores reivindicaciones, caracterizado por el hecho de que las fases (c) y (d) son efectuadas haciendo pasar el material sin disolver de la fase (b) por una zona de contacto en contracorriente con el agua, manteniéndose la entrada de dicha zona (con respecto al flujo del efluente de la fase (b)) a una temperatura comprendida entre 66 y 121° C. y la salida de dicha zona (con respecto al flujo del efluente de la fase (b)) a una temperatura comprendida entre 24 y 66° C.

530 7). Procedimiento para la producción por recuperación de ácido tereftálico de gran pureza, según las reivindicaciones 5) ó 6), caracterizado por el hecho de que el material sólido sin disolver se sedimenta bajando a través de la respectiva zona de contacto y el agua fluye hacia arriba a través del mismo.

535 8). Procedimiento para la producción por recuperación de ácido tereftálico de gran pureza, según la reivindicación 7), caracterizado por el hecho de que las fases (a) y (b) son efec-



tuadas con la parte superior de la zona de contacto a 49<sup>o</sup> C.  
y la parte inferior de la zona a 27<sup>o</sup> C.

540 9). Procedimiento para la producción por recuperación de ácido tereftálico de gran pureza, según las reivindicaciones 7) ú 8), caracterizado por el hecho de que las fases (c) y (d) son efectuadas estando a 88<sup>o</sup> C. la parte superior de la zona de contacto y la parte inferior a 38<sup>o</sup> C.

545 10). Procedimiento para la producción por recuperación de ácido tereftálico de gran pureza, según cualquiera de las anteriores reivindicaciones, caracterizado por el hecho de que el ácido tereftálico recuperado según la fase (d) es purificado ulteriormente por extracción con agua a una temperatura comprendida entre 149 y 232<sup>o</sup> C.

550 11). Procedimiento para la producción por recuperación de ácido tereftálico de gran pureza, según la reivindicación 10), caracterizado por el hecho de que la temperatura de extracción es de 193<sup>o</sup> C.

12). "PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCIÓN POR RECUPERACIÓN DE ÁCIDO TEREFTHÁLICO DE GRAN PUREZA".

Todo ello, según queda expuesto en la presente Memoria, que consta de diecinueve hojas foliadas y mecanografiadas por una sola cara, y una hoja de dibujos que con la misma se acompaña.

MADRID, 15 SEP. 1972.

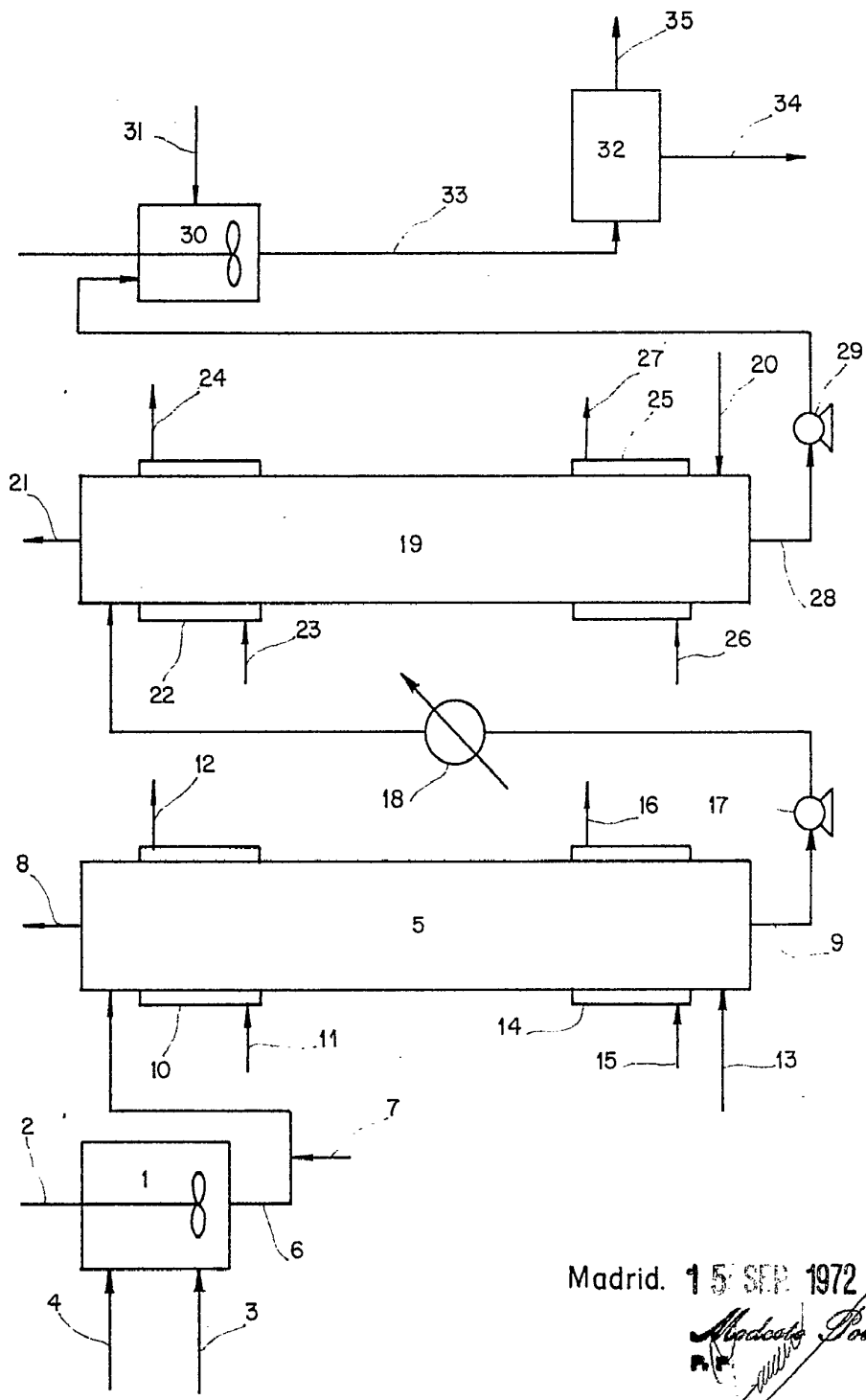
P. A.

*Modesta Peto*  
P. A.

~~\_\_\_\_\_~~  
~~\_\_\_\_\_~~

406700

15



ESCALA VARIABLE

Madrid. 15 SEP 1972

*Alonso Polo*