



409314

P.- 52.734

L4/GFS-L/DM
E

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar PATENTE DE INTRODUCCION por 10 años

A nombre de EASTMAN KODAK COMPANY

entidad norteamericana

Int. Cl. ² : C07C

establecida en 343 State Street, Rochester, Nueva York,
Estados Unidos de América

por: "UN PROCEDIMIENTO CONTINUO PARA PURIFICAR TEREFTA
LATO DE DIMETILO"

(Clase Internacional C07c)

409314



Esta invención se refiere a la purificación de tereftalato de dimetilo por destilación. Más particularmente, se refiere a un método de evitar la sublimación del tereftalato de dimetilo mientras está siendo destilado bajo presión reducida. En la purificación de tereftalato de dimetilo por destilación, es necesario separarlo, no sólo de los compuestos de inferior punto de ebullición, sino también de los ácidos, semiésteres y polímeros de superior punto de ebullición.

5

En la técnica anterior, esto se ha realizado alimentando el tereftalato de dimetilo crudo a una serie de columnas de destilación, separando el compuesto o compuestos de punto de ebullición más bajo en la primera columna, separando los compuestos de punto de ebullición intermedio en la segunda columna, y destilando tereftalato de dimetilo de la tercera columna.

10

En este tren de destilación el tereftalato de dimetilo se condensa en un condensador caliente. El punto de fusión del tereftalato de dimetilo es de 141°C , y el compuesto sublima. La sublimación causa problemas de obstrucción en las conducciones de escape a la atmósfera. Esto ocurre especialmente si la destilación se efectúa bajo presión reducida, ya que las pequeñas penetraciones de aire en el sistema intensifican el problema.

15

Por otro lado, es deseable destilar tereftalato de di-

20

25

409314



metilo bajo presión reducida, ya que éste permite que la destilación se efectúe a temperaturas inferiores, haciendo así más lenta la descomposición del éster.

5 En la técnica anterior, y en la destilación de un material con un elevado punto de fusión, se usa un sistema de condensadores calientes para mantener al material por encima de su punto de fusión mientras se condensa. Para reducir los problemas de sublimación, se hace trabajar un par de condensadores fríos en para-
10 lelo, situados en las conducciones de escape a la atmósfera de los condensadores calientes. Estos condensadores se ponen en funcionamiento en la instalación al ternativamente; en uno se está fundiendo material, mien-
15 tras que en el otro se está solidificando material pro- cedente de la conducción de escape a la atmósfera. En la destilación a presión reducida de tereftalato de dimetilo, y su condensación con un condensador calien-
20 te, el tereftalato de dimetilo sublima, y es transportado incluso hasta 3 a 9 metros en las conducciones de vapor que salen del condensador, causando la obstruc-
ción de estas conducciones.

En la invención se ha desarrollado un proce-
dimiento continuo para la destilación de una disolución de tereftalado de dimetilo en xileno a presión reduci-
25 da (10-400 mm. Hg) sin problemas de sublimación. Según

409314

10 E



la invención, dos columnas de destilación están conec-
tadas al mismo calentador de base. En la primera colum-
na, el xileno es separado por destilación en la cabeza
de la columna, siendo devuelta como reflujo una parte
5 considerable del mismo; las impurezas cuyos puntos de
ebullición están entre los del xileno y el tereftalato
de dimetilo se separan en forma de corriente lateral,
y el tereftalato de dimetilo y las impurezas de supe-
rior punto de ebullición pasan por rebose desde la ba-
10 se al calentador de base. La segunda columna tiene un
desflegmador en su cabeza. El tereftalato de dimetilo
se vaporiza en esta columna, en la que se condensa pa-
ra formar el reflujo y la porción que se recoge, sien-
do descargadas las impurezas de alto punto de ebulli-
15 ción en forma de lodos desde el calentador de base. El
tereftalato de dimetilo purificado se recoge en forma
de una corriente lateral en un punto situado por deba-
jo del desflegmador. El problema de sublimación se eli-
mina permitiendo que una pequeña cantidad de vapor de
20 tereftalado de dimetilo pase por la superficie de con-
densación del desflegmador y entre de nuevo en la co-
lumna de xileno, poniendo en comunicación la parte su-
perior de la columna de tereftalado de dimetilo con un
punto de la columna de xileno en el que la temperatura
25 de la mezcla que está sobre el plato de re-entrada esté



por encima del punto de fusión del tereftalato de dime-
tilo. El punto de re-entrada ha de estar lo bastante
alto en la columna de xileno para que la caída de pre-
sión a través de la columna de tereftalato de dimeti-
5 lo sea menor que la caída de presión desde el calenta-
dor de base hasta el punto de re-entrada en la columna
de xileno. Esto permite reducir la presión en la parte
superior de la columna de tereftalato de dimetilo lo
suficiente para provocar un flujo hacia arriba en esta
10 columna. Una restricción en la conducción de vapor des-
de la columna de tereftalato de dimetilo hasta la co-
lumna de xileno limita a un mínimo el flujo que entra
en la columna de xileno. Este flujo ha de ser aproxi-
madamente el 5% del flujo hacia arriba en la columna
15 de xileno o en la columna de tereftalato de dimetilo,
pero no está limitado necesariamente a esta proporción.
El sistema puede trabajar con cualquier flujo, sin im-
portar cuán pequeño sea, siempre que reduzca la pre-
sión en la parte superior de la columna de tereftala-
20 to de dimetilo a un valor menor que la presión en la
base de la misma columna, en una diferencia igual a la
caída de presión de trabajo inherente en la columna.

El modo de llevar a cabo la invención puede
comprenderse haciendo referencia a la FIGURA 1, en la
25 que 1 es la columna de xileno, 2 el calentador de ba-

409314

10 E



se, y 3 la columna de tereftalato de dimetilo, con un
desflegmador 4 por encima del plato superior. La ali-
mentación entra en la columna 1 de xileno a través de
la conducción 5 de alimentación. El xileno se separa
5 por destilación en forma esencialmente pura a través
de la conducción 6, que lo conduce al condensador 7,
de donde fluye a un recipiente 8, unido a un cabezal
de vacío por la conducción 9. Desde el recipiente 8,
el xileno es extraído por la conducción 10 para ser-
10 vir de reflujo a través de la conducción 11, hasta un
punto próximo a la parte superior de la columna 1 de
xileno, y para ser recogido a través de la conducción
12. El xileno recogido es usado de nuevo en el material
de alimentación a la columna de destilación. Las impu-
15 rezas de punto intermedio de ebullición se retiran de
la columna de xileno 1 en un punto un poco por encima
del de alimentación, a través de la conducción 13. El
tereftalato de dimetilo y las impurezas de alto punto
de ebullición rebosan desde la base de la columna 1 a
20 de xileno a través de la conducción 14 y pasan al ca-
lentador de base 2, que suministra material de alimen-
tación en estado de vapor a la columna 1 a través de
la conducción 15, y a la columna 3 de tereftalato de
dimetilo a través de la conducción 16. En la columna 3,
25 el tereftalato de dimetilo destila a través de la co-

lumna. La mayor parte del mismo es condensada por el desflegmador 4. De la parte superior del desflegmador se extrae una pequeña cantidad de vapor a través de la conducción 18 y de la válvula reguladora 19, y se devuelve a la columna 1 de xileno en un punto que puede estar entre el de alimentación 5 y el de extracción del medio 13, o puede estar ligeramente por debajo del punto de alimentación. Una parte considerablemente mayor del tereftalato de dimetilo purificado, en forma líquida, es recogida en forma de corriente lateral de la columna 3, a través de la conducción 20, en un punto algo por debajo del desflegmador 4. La mayor parte del tereftalato de dimetilo condensado, junto con las impurezas de alto punto de ebullición, se lleva como reflujo al calentador de base a través de la conducción 17. Las impurezas, juntamente con algo de tereftalato de dimetilo, son descargadas en forma de lodos del calentador de base, a través de la conducción 21.

La presente invención no sólo elimina el problema de la sublimación, sino que proporciona una ventaja adicional por la reducción en la cantidad de superficie requerida para considerar el reflujo y recogida de tereftalato de dimetilo. Puede emplearse un área menor de superficie de condensación gracias al uso de



	90
Xilenos mixtos (xilol Solvesso)	- 70
Tereftalato monometílico	230
Acido tereftálico	400

5 21,6 kg. por hora de xileno se separan de la parte superior de la columna 1 de destilación de xileno a través de la conducción 6, el condensador 7, el recipiente 8, y las conducciones 10 y 12. Se separan 1,22 kg. de material por hora del plato 40^o, a través

10 de la conducción 13. El material separado del plato 40^o da un análisis aproximado de 5% de ácido p-toluico, 20% de tereftalato de dimetilo, y 75% de p-toluato de metilo. Se mantiene una relación de reflujo de 3:1 en la parte superior de la columna 1 de xileno, volviendo

15 el reflujo a través de la conducción 11. La temperatura en el plato n^o 50 de la columna 1 de xileno es de aproximadamente 40^oC cuando la columna se hace trabajar de modo que la presión absoluta en el plato sea de 15 mm. La temperatura en el plato 40^o es de aproximadamente 140^oC. La presión en la base de la columna

20 1 de xileno es de aproximadamente 120 mm., y la temperatura en la base, es de aproximadamente 190^oC. La presión en la parte superior de la columna 3 de diez platos de tereftalato de dimetilo ha de ser menor de

25 90 mm. La presión en el plato 26^o de la columna 1 de

409314



xileno, al que llega la conducción 18 desde la columna 3 de tereftalato de dimetilo, ha de ser de aproximadamente 65 mm. Esta diferencia de presión entre la parte superior de la columna 3 de tereftalato de dimetilo y el plato 26^o de la columna 1 de xileno permite una reducción continua de la presión en la parte superior de la columna 3 de tereftalato de dimetilo, y asegura un reflujo y una toma continuos desde esta columna. La regulación del medio de refrigeración en el desflegmador 4 de la columna 3 de tereftalato de dimetilo proporciona la relación necesaria de reflujo y de recogida o toma. Esta columna tiene que dar un reflujo de 50 kg. de tereftalato de dimetilo a través de la conducción 17 por 16,6 kg. de recogida de tereftalato de dimetilo a través de la conducción 20. Continuamente se retira un lodo de 5,4 kg. por hora del calentador 2 de base, a través de la conducción 21, para separar el ácido. Este lodo contiene aproximadamente 10% de ácido, calculado como ácido tereftálico. Desde la columna 3 de tereftalato de dimetilo ha de pasar al plato 26^o de la columna 1 de xileno, a través de la conducción 18 de vapor, un flujo de aproximadamente 2,25 kg. por hora de tereftalato de dimetilo.

La invención no está limitada a ninguna presión de trabajo particular, funciona satisfactoriamente

409314 10 ENE 1954



te a cualquier presión que de un punto de ebullición del tereftalato de dimetilo por encima de su punto de fusión, siendo la presión citada la presión en la parte superior de la columna 3 de refino de tereftalato de dimetilo. La columna trabaja satisfactoriamente sin problemas de sublimación desde esta presión y temperatura hasta la presión atmosférica, e incluso por encima de ésta. La invención no es válida a presiones a las que el punto de ebullición del tereftalato de dimetilo esté por debajo de su punto de fusión,

Para los expertos en la técnica será evidente que son posibles varios métodos de controlar el caudal desde la columna 3 de tereftalato de dimetilo hasta la columna 1 de xileno, tales como un orificio, un Venturi, una válvula de estrangulación, una pequeña conducción, un controlador de presión diferencial, y otros. Es evidente que puede usarse cualquiera, de entre varios métodos, de controlar el desflegmador. Algunos de ellos son agua fría, agua fría que es calentada, agua fría que genera vapor, agua caliente que genera vapor, un refrigerante que es vaporizado y condensado por medio de un condensador exterior y es devuelto al sistema, y otros. La superficie de condensación del desflegmador puede lograrse por un serpiente, un haz tubular, un recipiente con envolvente, u

409314



10 ENE. 1973

5 otros medios. El punto de entrada en la columna de xi
leno de la conducción de vapor procedente de la colum
na de refino de tereftalato de dimetilo puede ser va-
riado en un amplio intervalo, siempre que la caída de
10 presión a través de la columna de tereftalato de dime-
tilo sea menor que la caída de presión desde el calen-
tador de base hasta el punto de entrada de la columna
de xileno. El vapor procedente de la parte superior de
la columna de tereftalato de dimetilo puede, sin em-
bargo, hacerse entrar en la columna de xileno en pun-
tos por debajo del punto en donde la caída de presión
desde el calentador de base a la columna de xileno es
igual a la caída de presión a través de la columna de
15 tereftalato de dimetilo, estrangulando un flujo entre
el calentador de base y la columna de xileno.

Aun cuando se ha descrito con detalle el
funcionamiento de la invención con xileno como disol-
vente, puede usarse cualquier disolvente del tereftala-
to de dimetilo que hierva más bajo del tereftalato de
20 dimetilo, pero a una temperatura lo suficiente eleva-
da para ser condensado por cualquier medio convencio-
nal, y preferiblemente disolventes que hiervan en el
intervalo entre 125°C y 200°C. Los siguientes son al-
gunos de los otros disolventes que pueden usarse para
25 purificar tereftalato de dimetilo por el procedimiento



de la presente invención,

	Compuesto	Punto de ebullición, °C
	n-octano	125
	n-nonano	149
5	n-decano	173
	n-undecano	194
	Diisobutil-cetona	168
	Di-n-propil-cetona	145
	Amil-metil-cetona	151
10	Isopropil-benceno	153
	n-propil-benceno	158
	Ciclohexilamina	134
	Diisobutilamina	140

La invención es aplicable también a la purificación de otros compuestos que son sólidos a temperaturas ordinarias; es decir, con puntos de fusión superiores a 20°C, y que subliman. En particular, es aplicable a la purificación de neopentil-glicol y de anhídrido ortoftálico, compuestos ambos que son sólidos a temperaturas ordinarias y que subliman. Además del xileno, puede usarse cualquiera de los compuestos de la lista anterior en la aplicación de la invención a la purificación de anhídrido ortoftálico, y cualquiera de ellos que hierva por debajo de 170°C puede usarse en la aplicación de la presente invención a la pu-

409314



rificación de neopentil-glicol.

5

- REIVINDICACIONES -

10

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 que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

1ª.- Un procedimiento continuo para purificar tereftalato de dimetilo contaminado con sustancias de punto de ebullición superior y de punto de ebullición superior al del mismo, por destilación a presión reducida, caracterizado por destilar una disolución en xileno del tereftalato de dimetilo crudo en una primera columna de destilación, separar xileno por destilación en la cabeza de la primera columna de destilación

Rey
5.1.73



y devolver una parte del xileno a la primera columna de destilación, en forma de reflujo, separar las impurezas que hierven por debajo del tereftalato de dimetilo, en forma de corriente lateral, de la primera columna de destilación, hacer rebosar tereftalato de dimetilo e impurezas de punto de ebullición superior desde la base de la primera columna de destilación a un calentador de base, que está conectado a la primera columna de destilación y también está conectado a una segunda columna de destilación que tiene un desflegmador en su cabeza, vaporizar tereftalato de dimetilo desde el calentador de base hasta la segunda columna de destilación, rectificarlo en la segunda columna de destilación, devolver como reflujo una parte del tereftalato de dimetilo desde la base de la segunda columna hasta el calentador de base, formar un lodo con las impurezas de alto punto de ebullición junto con parte de tereftalato de dimetilo del calentador de base, recoger tereftalato de dimetilo purificado en forma de corriente líquida lateral de la segunda columna de destilación, y dejar que una pequeña proporción de vapor de tereftalato de dimetilo pase por la superficie de condensación del desflegmador y entre de nuevo en la primera columna de destilación, en un punto en que la temperatura es superior al punto de fusión del terefta-

409314



lato de dimetilo, y en el que la caída de presión des
de el calentador de base al punto de nueva entrada en
la primera columna de destilación es mayor que la caí-
da de presión a través de la segunda columna de desti-
5 lación, con lo que se impide la sublimación del terefta-
lato de dimetilo.

2^a.- Un procedimiento según la reivindicación
1^a, en el que la totalidad de la operación se efectúa
a presiones comprendidas en el margen de 10 a 400 mm.
10 Hg.

3^a.- Un procedimiento continuo para purifi-
car un compuesto que funde por encima de 20°C y que
es capaz de sublimar, contaminado con sustancias
que hierven a temperaturas por debajo y por encima
15 del mismo, por medio de destilación a presión reduci-
da, que comprende destilar, en una primera columna de
destilación, una disolución del compuesto sublimable
crudo en un disolvente que hierve entre 125°C y el pun-
to de ebullición del compuesto sublimable, separar
20 disolvente por destilación en la cabeza de la primera
columna de destilación, y devolver una parte de disol-
vente, en forma de reflujo, a la primera columna de
destilación, separar impurezas que hierven a tempera-
tura inferior que el compuesto sublimable, en forma de
25 corriente lateral de la primera columna de destilación,

409314

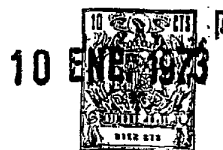


hacer rebosar el compuesto sublimable y las impurezas de punto de ebullición superior de la base de la primera columna de destilación a un calentador de base, que está conectado con la primera columna de destilación y está también conectado a una segunda columna de destilación que tiene un desflegmador en su cabeza, vaporizar el compuesto sublimable desde el calentador de base a la segunda columna de destilación, rectificarlo en la segunda columna de destilación, devolver en forma de reflujo una parte del compuesto sublimable desde la base de la segunda columna al calentador de base, formar un lodo con las impurezas de alto punto de ebullición juntamente con algo del compuesto sublimable procedente del calentador de base, recoger compuesto sublimable purificado en forma de corriente lateral líquida de la segunda columna de destilación, y dejar que una pequeña cantidad del vapor del compuesto sublimable pase por la superficie de condensación del desflegmador y entre de nuevo en la primera columna de destilación, en un punto en que la temperatura es superior al punto de fusión del compuesto sublimable, y en el que la caída de presión desde el calentador de base hasta el punto de nueva entrada en la primera columna de destilación es mayor que la caída de presión a través de la segunda columna de

Re

5.1.73

409314



destilación, con lo que se impide la sublimación del compuesto sublimable.

4ª.- Un procedimiento según la reivindicación 3ª, en el que el compuesto sublimable es tereftalato de dimetilo.

5 5ª.- Un procedimiento según la reivindicación 3ª, en el que el compuesto sublimable es neopentil-glicol.

6ª.- Un procedimiento según la reivindicación 3ª, en el que el compuesto sublimable es anhídrido ortoftálico.

7ª.- Un procedimiento continuo para purificar tereftalato de dimetilo.

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

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

Madrid, 10 ENE. 1973

P.A. Alberto de Elzaburu
Per Foder

Rg
5.1.73/RTA.-

409314 10 ENE 1953



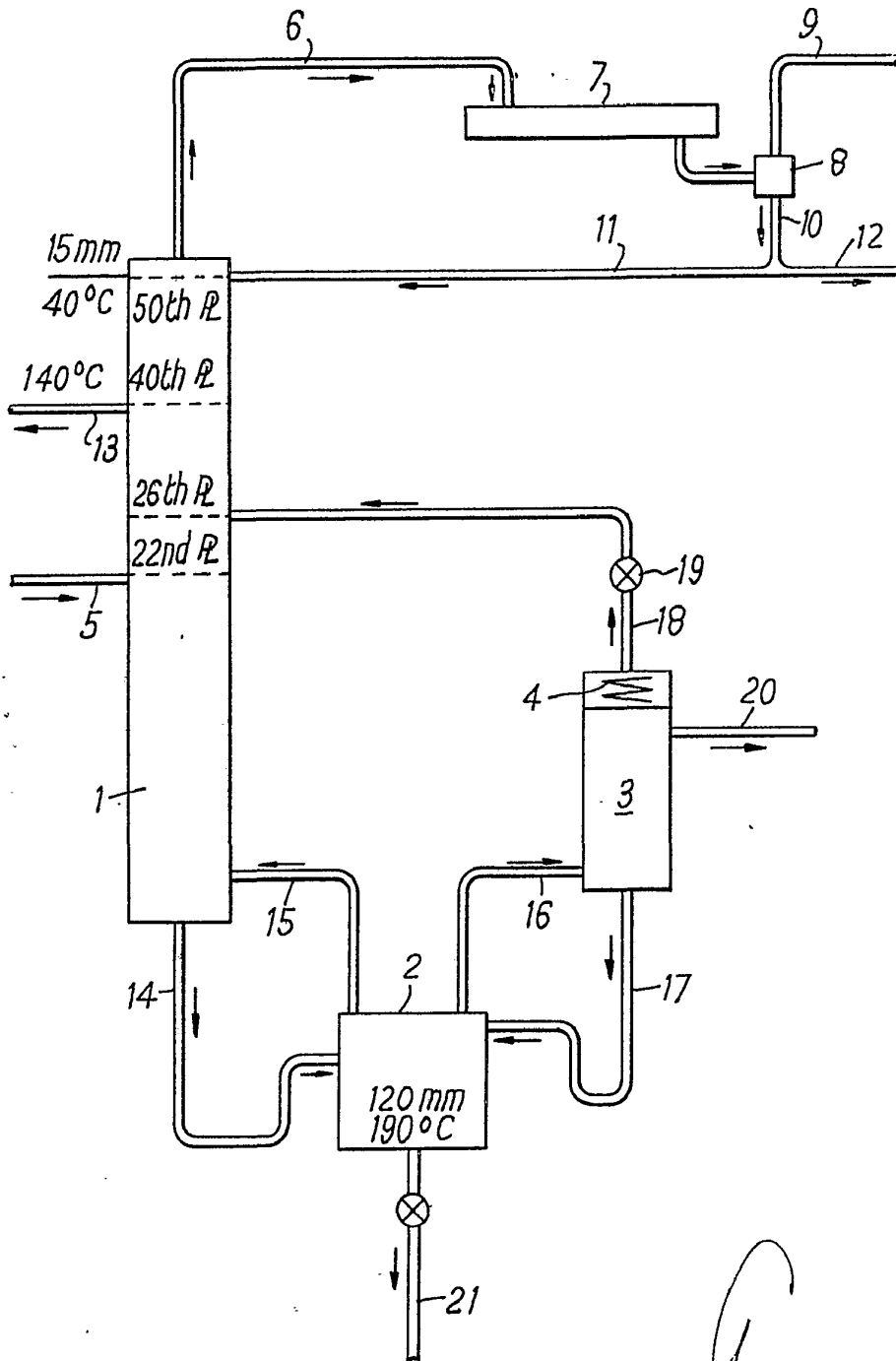
LEYENDAS DE LOS DIBUJOS DE LA FIGURA 2
=====

- A.- Acetato de metilo
- B.- Metanol
- C.- Agua
- P.- p-xileno
- M.- m-xileno
- O.- o-xileno
- D.- p-tolualdehido
- E.- benzoato de metilo
- F.- p-toluate de metilo
- DMT.- tereftalato de dimetilo
- TPA.- Acido tereftálico.



409314

FIG. 1

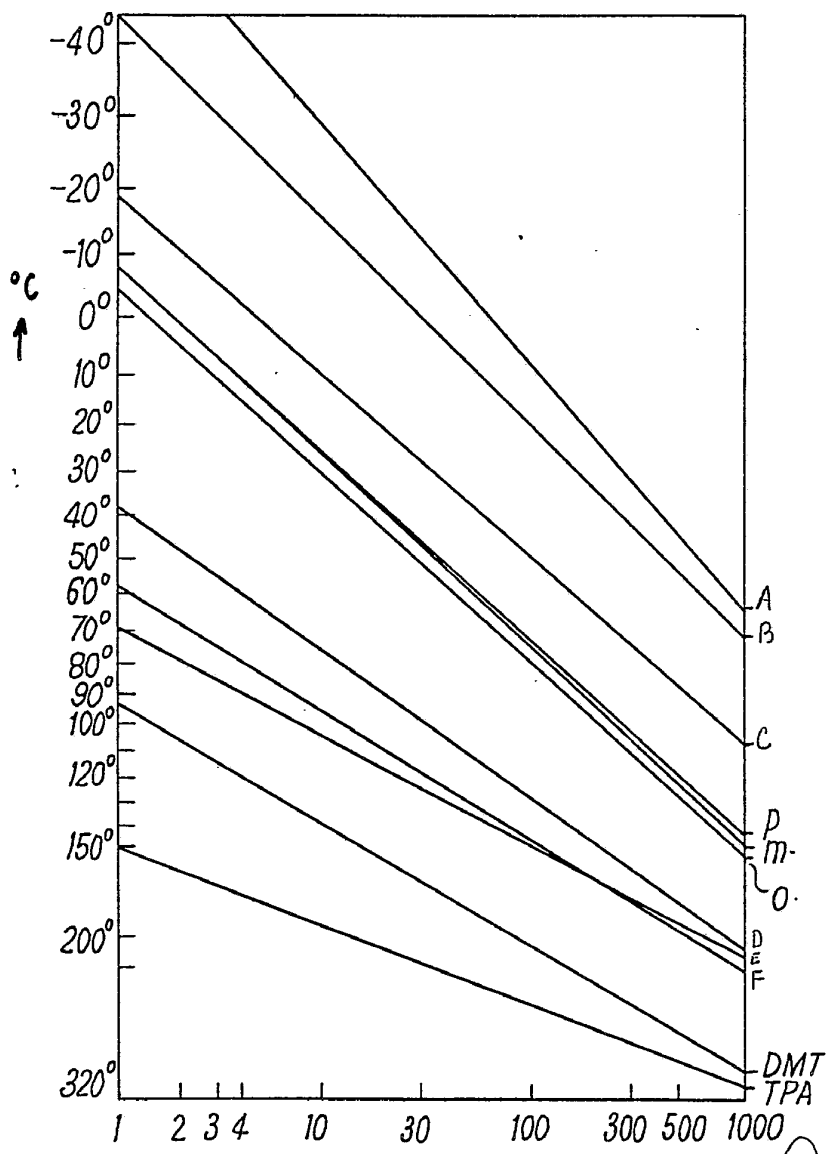


Alberto de Elzaburu
Per Poder



409314

FIG. 2



mm Hg abs

Alberto de Elzaburu
Per Poder