

419510



100

419510

INCL. CLAS.	COFC
-------------	------

F.C. 22-9-75

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

por "PROCEDIMIENTO PARA LA ESTERIFICACION EN LA FASE GASEOSA DE ACIDO TEREF TALICO", a favor de la firma alemana CHEMISCHE WERKE HULS A.G., domiciliada en 4370 MARL (Alemania).

MEMORIA DESCRIPTIVA

El invento se refiere a un procedimiento para la esterificación continua de ácido tereftálico con metanol en la fase gaseosa, en un sistema constituido por un reactor previo y un lecho fijo de catalizador montado detrás.

5. La importancia del ácido tereftálico como sillar fundamental para la producción de fibras de poliéster, es suficientemente conocida. Como en los procedimientos técnicos de fabricación no se obtiene el ácido tan puro como se precisa para la reacción de policondensación, hay que hacer seguir a la fabricación procesos de purificación, que resultan muy costosos dadas las desfavorables
- 10.

419510 10



propiedades físicas del ácido tereftálico. En la mayoría de los casos se procede por lo tanto a purificar el ácido en forma de su éster dimetílico que, recuperándose el metanol, puede ser empleado para la transesterificación y precondensación con glicol u otros dioles.

5. Existe por consiguiente un vivo interés en encontrar un procedimiento productivo para la esterificación del ácido tereftálico. El metanol es el componente alcohólico más favorable debido a su pequeño peso molecular y a su bajo precio, si bien la esterificación con metanol presenta especiales dificultades técnicas químicas. Así, por ejemplo, el ácido tereftálico es en sí prácticamente insoluble en metanol hirviente, y la esterificación únicamente puede llevarse a cabo con velocidad suficiente en aparatos resistentes a la presión, de aceros muy aleados.
10. Por ello se han desarrollado procedimientos en los que el ácido tereftálico se esterifica en la fase gaseosa con vapor sobrecalentado de metanol, en parte agregando un gas inerte como gas de fluidización. El procedimiento de la patente alemana N° 968.603, en el que el ácido tereftálico en forma de polvo es insuflado en forma de polvo en un reactor junto con metanol de aproximadamente 300°, agregando cantidades catalíticas de un ácido, proporciona, con rendimientos relativamente bajos, un dimetiltereftalato de poca pureza. De acuerdo con la patente alemana N° 1.088.474, el ácido tereftálico en forma de polvo es introducido con metanol, eventualmente agregando nitrógeno, en un lecho fluidizado de catalizadores, y el éster dimetílico, que se forma rápidamente a las altas temperaturas de reacción, de aproximadamente 300°, se descarga en forma gaseosa, junto con el exceso de metanol y el agua de la reacción. Las condiciones dinámicas del lecho fluidizado, no obstante, son perjudiciales para una aplicación general; la distri-
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



419510

bución de los tamaños de grano del ácido tereftálico empleado, así como el comportamiento de fluidización del ácido, así como del catalizador, pueden fomentar una formación indeseable de canales, y tienen que ajustarse entre sí dentro de límites relativamente estrechos, con objeto de que no sean descargados del reactor de manera preferente uno de los dos componentes o partes del mismo.

5. La patente alemana Nº 1.188.580 propone esterificar el ácido tereftálico en un catalizador dispuesto de manera fija, una vez que ha sido evaporado en una corriente de vapor sobrecalentado de metanol. A este particular, el ácido tereftálico empastillado, procedente de una zona de sublimación caldeada a 315 a 345^o, se vaporiza con metanol de aproximadamente 400^o, y se esterifica en un reactor siguiente a aproximadamente 300^o. Para el caldeo y evaporación del ácido tereftálico introducido en el dispositivo de sublimación, se puede aprovechar la capacidad térmica del metanol sobrecalentado. Este procedimiento de esterificación, en sí sencillo, requiere para el caldeo del ácido tereftálico desde aproximadamente 20^o hasta una temperatura media de sublimación de 330^o, así como para una evaporación total a esta temperatura, una cantidad en peso de metanol 10 veces mayor, a 400^o, así como un dispositivo de sublimación de trabajo continuo.

10. En el procedimiento de la patente alemana Nº 1.224.313, en el que el ácido tereftálico en forma de polvo se mezcla por vía mecánica con un catalizador sólido en un recipiente cilíndrico horizontal, y se trata con vapor de metanol a 300 a 320^o, no es preciso en cambio ajustar entre sí el tamaño de partícula del catalizador y el del ácido, y el éster dimetílico del ácido tereftálico abandona el reactor en forma gaseosa. Como a estas temperaturas de la reacción es extraordinariamente grande la velocidad de la este-

419510



rificación, resultan la conversión del ácido tereftálico y el rendimiento por espacio-tiempo dependientes de factores de técnica de procedimiento, tales como la velocidad de difusión, la relación entre la superficie catalíticamente activa y el ácido tereftálico, el transporte de material y de calor, el tiempo de tratamiento y otros. El tiempo de tratamiento y la conversión dependen en una primera aproximación de la superficie de catalizador disponible por unidad de tiempo, y de la cantidad de calor precisa para la evaporación del ácido tereftálico o respectivamente del dimetiltereftalato. En este caso, la superficie de catalizador disponible por unidad de tiempo viene determinada por el volumen útil del recipiente cilíndrico, mientras que la cantidad de calor transmisible está limitada - además de por la posible diferencia de temperatura entre el agente de calefacción y los reactivos - por la superficie del mismo. Ahora bien, al hacer mayores tales reactores cilíndricos, se hace menor la relación entre superficie y volumen, de modo que para grandes capacidades de esterificación, se produce una limitación como consecuencia de las posibilidades técnicas de la confección de reactores cilíndricos con superficies de calefacción lo mayores posible y dispositivo agitador.

El salvar esta limitación es una de las misiones del invento. Ahora bien, es asimismo misión del invento hacer más funcionales los procedimientos en los que el ácido tereftálico se evapora total o parcialmente en una corriente de vapor de metanol, siendo esterificado a continuación en catalizadores de lecho fijo.

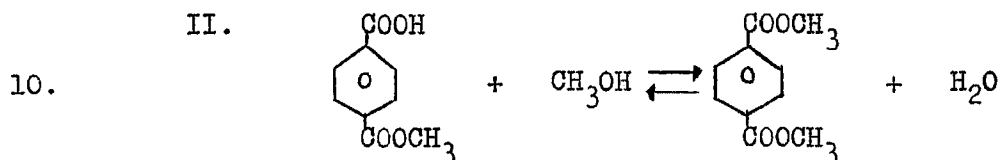
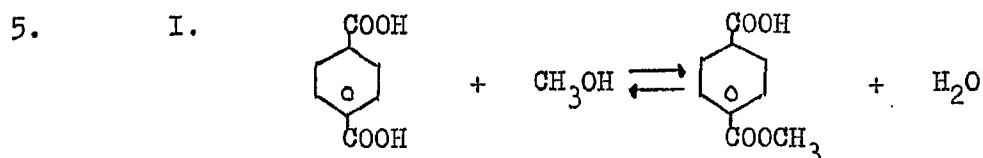
Otra misión del invento estriba en conseguir una conversión lo más completa posible del ácido tereftálico con un exceso mínimo de metanol. Es evidente que para el aprovechamiento de una instalación dada, así como para la simplificación del tratamiento de la mezcla de la reacción, se tiende a conseguir una conversión

419510



completa del ácido tereftálico.

La esterificación del ácido tereftálico discurre en dos etapas:



El éster monometílico del ácido tereftálico, $Kp_{760} 303^{\circ}$, formado según I, se ha evaporado totalmente en las condiciones dadas de la reacción, y es inevitable que sea descargado a la vez en la corriente de producto al ser sometida la instalación a esfuerzos elevados. Era por lo tanto conveniente que una corriente de gas que contuviera este monoéster no fuera utilizada directamente para el tratamiento, sino hacerla reaccionar en un reactor auxiliar que contuviera el mismo catalizador que el reactor principal en forma de carga sólida, con el exceso restante de metanol. Un dispositivo de este tipo ha sido descrito en la solicitud de patente alemana publicada N^o 1.933.946, teniendo lugar toda la esterificación en un lecho fijo, mientras que el horno de fluidización sirve para la dispersión y evaporación parcial del ácido tereftálico sólido en el vapor de metanol. Si se utiliza una instalación constituida por un horno de fluidización 3 y un reactor auxiliar 4, tal como ha sido representada esquemáticamente en la fig. I a manera de ilustración, y se carga con metanol 2 y cantidades cada vez mayores de ácido tereftálico 1, entonces es asimismo inevita-

419510



ble que partes del ácido tereftálico en forma de polvo fino, con un tamaño de partícula de hasta 5μ como mínimo, sean arrastradas a la vez, agregándose a la carga de catalizador en el reactor auxiliar 4, lo que tiene como consecuencia una elevación de la presión diferencial entre la entrada y la salida 2 y 5, pudiendo en un caso extremo originar una obturación. Además de por partículas de sustancias sólidas, se puede obturar la entrada del reactor auxiliar también por el hecho de que la mezcla de la reacción se halla saturado en el reactor principal, a las temperaturas allí reinantes, con vapor de ácido tereftálico, y partes de este ácido tereftálico evaporado se condensen sobre las paredes del reactor auxiliar, especialmente a la entrada, como consecuencia de un enfriamiento insignificante.

Es verdad que se pueden reprimir o respectivamente eliminar estos estrechamientos, si para la evaporación total del ácido tereftálico se emplea una cantidad suficientemente grande de vapor de metanol muy caliente. Ahora bien, es evidente que al aumentar la cantidad de metanol puede menoscabarse la rentabilidad del procedimiento, ya que para la evaporación y el sobrecalentamiento, así como para la recuperación del metanol, se precisan cantidades considerables de calor. Por otra parte tiene el sobrecalentamiento del metanol un límite a aproximadamente 330° ; a temperaturas más altas se eleva fuertemente la descomposición hasta entonces despreciable en las superficies catalíticas, formándose éter dime-
tílico, formaldehído y metano. No por último crecen también a estas temperaturas los problemas técnicos que origina el caldeo con vapor de agua a alta tensión o con portadores térmicos.

Otra misión del invento radica por lo tanto en evitar de manera sencilla y segura estas posibles dificultades.

Este problema se resuelve conforme al invento, por el hecho



- de que una corriente parcial de la mezcla gaseosa y caliente de esterificación se hace retornar desde la salida de la instalación al reactor previo; porque el ácido tereftálico se dispersa en esta corriente de gas, junto con vapor fresco de metanol, dentro del
5. reactor previo, se caldea y se evapora en uno o varios intercambiadores de calor sucesivos, a cada uno de los cuales sigue un trayecto de tiempo de tratamiento, y al mismo tiempo se calienta hasta la temperatura de esterificación, y después se hace pasar en forma de vapor a través de los catalizadores de lecho fijo.
10. La mezcla gaseosa caliente de esterificación consiste en dimetiltereftalato, metanol y agua de la reacción, además de vestigios de monometiltereftalato; la corriente parcial derivada y devuelta al reactor previo absorbe, además del vapor fresco de metanol, ácido tereftálico no esterificado, hasta alcanzar la total
15. presión parcial del vapor. La cantidad de retorno, cuya presión de vapor de ácido tereftálico es igual a cero, se elige convenientemente de tal modo que todo el ácido tereftálico no esterificado puede pasar a la fase gaseosa.
- Como después de la esterificación completa del ácido tereftá-
20. lico, esta corriente de gas contiene dos moles de agua por cada mol de éster formado, moles que son devueltos asimismo a la zona de esterificación, era de esperar que el equilibrio de la esterificación se desplazaría al menos insignificadamente hacia el lado del ácido libre, tanto más, cuanto con ayuda de la medida conforme al
25. invento se pretende mantener lo menor posible el exceso de metanol. También era de esperar una disminución de la velocidad de esterificación. Ante la natural sorpresa se consigue en la práctica un grado de conversión del ácido tereftálico de más de 99 %, que eventualmente puede ser elevado todavía más intercalando otros reac-
30. tores auxiliares en la corriente del producto principal.

419510



Un ácido tereftálico apropiado es un polvo de cristales finos, cuya distribución de tamaños de las partículas oscila entre 5 y 300 μm , poseyendo la mayor parte un diámetro de grano de 70 a 110 μm , tal como se obtiene después del secado por los procedimientos ejercidos técnicamente a gran escala. Se trabaja, por ejemplo, en un horno rotatorio horizontal, tal como el descrito en la solicitud de patente alemana publicada N° 1.933.946. A este particular no se produce una esterificación digna de mención antes de penetrar la mezcla de vapor en el lecho fijo de catalizador, es decir, que la mezcla de vapor contiene, además de metanol fresco y de reflujo, dimetiltereftalato de reflujo y agua de reflujo procedente de la reacción, también ácido tereftálico fresco evaporado, sustancialmente sin esterificar.

Por evaporación debe entenderse aquí la transformación del ácido tereftálico sólido en la fase de vapor, de modo que el progreso del procedimiento estriba en que se evita el arrastre de ácido tereftálico sólido, finamente disperso, en una corriente de gas portador.

Para la evaporación se utiliza, por ejemplo, un reactor previo o un horno rotatorio conforme a la solicitud de patente alemana publicada N° 1.933.946, cámaras de fluidización y otros dispositivos técnicos, que permitan una distribución del sólido de forma de polvo en un flujo de gas. En este reactor previo se prepara una dispersión de ácido tereftálico sólido, en forma de polvo, en metanol y gas circulante de aproximadamente 330°, dispersión que está constituida de tal modo, que se comporta como un gas y que, sin necesidad de ser separada en partes sólidas y partes gaseosas, puede ser transportada a velocidades predeterminadas a través de tuberías normales y de intercambiadores tubulares de calor convencionales. Este tipo de dispersión ("nube de polvo")

419510



se obtiene mezclando íntimamente el polvo fino de ácido tereftálico con el producto gaseoso de la reacción y con metanol fresco. Los intercambiadores de calor y las tuberías por los que fluye esta dispersión, se dimensionan de tal modo, que se consigan velocidades de flujo de aproximadamente 3 a 15 m. seg.⁻¹, en especial de 7 a 8 m. seg.⁻¹.

Sorprendentemente no es difícil ajustar, mediante la coordinación de los tamaños de los aparatos y las velocidades de paso, velocidades tales del gas, que el ácido tereftálico sólido obtenido en una instalación de dispersión sea evaporado totalmente en los intercambiadores de calor y los trayectos de tratamiento siguiente, sin que se deposite o aglomere.

Para evitar un consumo innecesario de energía, es conveniente que el producto de la reacción sea evacuado en la salida del reactor de esterificación, donde se obtiene en forma gaseosa con temperaturas de 300 a 320°, conduciéndose como corriente derivada con ayuda de un ventilador de gas reciclado o de un difusor, para devolverlo al reactor previo. Al mismo tiempo se puede caldear este producto de la reacción adicionalmente por medio de intercambiadores de calor. Es una particularidad de este procedimiento el que, en las condiciones conforme al invento, la corriente de gas, que contiene sustancias sólidas, puede ser caldeada también sin inconvenientes en intercambiadores de calor usuales y de tipo de construcción conocido.

Todas las tuberías e intercambiadores de calor están dimensionados de tal modo, que el calor transmitido durante los tiempos de tratamiento dados en los tubos, puede ser aprovechado totalmente para la evaporación del ácido tereftálico. Como la sublimación del ácido tereftálico, es decir, la transformación del ácido desde el estado sólido al estado gaseoso, no discurre instantáneamente, sino

419510



- que requiere un determinado tiempo mensurable, resulta poco conveniente y costoso aportar por un solo intercambiador todo el calor preciso, es decir, 0,27 kcal/kg de ácido tereftálico para el caldeo, y 190 kcal/kg para la evaporación, ya que el calor absorbido durante el paso por los tubos, unicamente puede originar en parte la evaporación de las partículas de sustancias sólidas. Se ha comprobado que, o bien hay que superdimensionar considerablemente el intercambiador de calor, o bien, si es de dimensiones normales, sigue saliendo detrás del intercambiador de calor todavía
5. ácido tereftálico sólido, que se puede fijar en los aparatos montados detrás, a no ser que mediante un buen aislamiento y la creación de trayectos libres, venga dada la posibilidad de transformación del calor absorbido, para la evaporación. Las mediciones demuestran que un ácido tereftálico de un tamaño medio de partícula
10. de 100 μ , precisa 1 a 3 segundos para su evaporación. Es por consiguiente conveniente que el calor necesario sea transmitido en dos o más intercambiadores de calor, y cuidar de que en trayectos de tratamiento montados detrás, el calor pueda ser aprovechado para la evaporación. La sección transversal y la longitud de las tuberías, que representan estos trayectos de tratamiento, tienen que
15. elegirse de tal modo que, para un rendimiento de paso dado, se alcancen las velocidades de flujo citadas más arriba, de 3 a 15 m. seg.⁻¹, y que el tiempo de permanencia en el intercambiador de calor y el trayecto de tratamiento siguiente, o bien en un sistema
20. consistente en varios intercambiadores de calor y trayectos de tratamiento, ascienda a 1 a 8, en especial a 2 a 3 segundos.

De manera ventajosa se trabaja de modo que todo el ácido tereftálico se evapore en los intercambiadores de calor montados detrás, a temperaturas inferiores de 350°C, en especial de por debajo de

30. 330°C.



419510

Como catalizador de lecho fijo son apropiados silicatos, óxidos, hidróxidos y fosfatos, tales como, por ejemplo, los citados en la solicitud de patente alemana publicada Nº 1.224.313, en especial perlas de gel de sílice con pequeño contenido de óxido de aluminio y de álcalis, tales como las descritas en la solicitud de patente alemana publicada Nº 1.667.430.

Las ventajas conforme al invento vienen representadas de la manera siguiente:

De la tabla I se desprende que la presión del vapor de ácido tereftálico a 320° asciende a 20,0 Torr.

Tabla I

<u>Presión del vapor de ácido tereftálico</u>	
290°c	4,5 Torr
300°c	7,5 "
310°c	13,0 "
315°c	16,7 "
320°c	20,0 "
325°c	27,0 "
330°c	32,0 "

En la presión total de 1.100 Torr (= 0,5 atm.), tal como viene condicionada en el reactor previo por las resistencias de circulación de los aparatos siguientes, se encuentran, por ejemplo, a 320° de temperatura interior, como máximo 1,95 % en moles de vapor de ácido tereftálico en la corriente de gas, es decir, que la cantidad mínima de vapor de metanol tendría que ascender a 98,15 % en moles, lo que corresponde a 10,9 t/hora de metanol por 1,0 T de ácido tereftálico/hora.

Para que un caldo acuoso-metanólico de éster dimetílico del ácido tereftálico, tal como se obtiene después de enfriados los gases de la reacción detrás de la instalación de esterificación,

419510



pueda resultar apto para el transporte, debe la parte de sustancia sólida no ascender a más de 25 a 30 %, es decir, siendo recomendable por consiguiente una relación entre ácido tereftálico y metanol no inferior a 1 : 3 partes en peso. En la práctica, la cantidad máxima evaporable depende de la conversión del ácido tereftálico en dimetiltereftalato y monometiltereftalato, del grado de saturación del vapor en cuanto a ácido tereftálico, y de las velocidades de la transmisión de calor en la unidad de tiempo. Como todas las magnitudes de influencia son funciones de variables amplias, no es prácticamente posible un cálculo exacto del máximo ácido tereftálico evaporable. En la tabla II se han recopilado valores para un relación entre metanol y ácido tereftálico de 3,0, y un grado de saturación de 100 %.

Tabla II: Cantidad de ácido tereftálico máxima evaporable en una relación en peso entre ácido tereftálico y metanol de 1 : 3
(R = relación entre la masa molar devuelta y la empleada; kg/t = cantidad evaporable por cada tonelada de ácido tereftálico empleado)

Temp. °C	Cantidad máxima evaporable de ácido tereftálico a				
	R % en moles	0 kg/t	1 kg/t	2 kg/t	3 kg/t
300	0,69	107	220	334	448
310	1,19	184	384	582	780
315	1,51	240	495	750	1006
320	1,85	288	595	901	1207
325	2,32	362	747	1132	1517
330	3,00	472	967	1461	1957

419510



De la tabla II se desprende que ya a temperaturas de 330° y en una relación de retorno de 1,1, se evapora todo el ácido tereftálico no convertido, pudiendo ser alimentado al reactor auxiliar con la corriente de gas, libre de sustancias sólidas.

5. El procedimiento descrito es realizable, por ejemplo, con la disposición representada en la fig. 2:

En un recipiente cilíndrico 1, caldeado desde fuera y provisto de útiles mezcladores rotativos, se vierte dosificadamente ácido tereftálico a temperaturas de unos 330° , a través de la conducción 3 se alimenta al reactor, preferentemente en sentido tangencial, la doble a quintuple, con preferencia la triple cantidad en peso, con relación al ácido tereftálico, de vapor de metanol de 300 a 350°C , en especial de 320 a 330°C , y a través de la conducción 4 y de un ventilador 5, desde la salida del reactor de esterificación 6, la misma hasta la quintuple cantidad en peso - con respecto al metanol - de una mezcla gaseosa bruta de esterificación, consistente en su mayor parte en éster dimetílico del ácido tereftálico, metanol y agua de la reacción, con una temperatura de unos 330°C .

20. El ácido tereftálico en forma de polvo se caldea con ello y se evapora en parte, abandonando a través de la conducción 7 el recipiente mezclador, junto con la mezcla de gases y en forma de partículas sólidas muy finas, que son lo suficientemente ligeras para, dadas las velocidades de flujo reinantes, flotar en la corriente de gas, mientras que las partículas más bastas de sustancias sólidas no han sido trituradas hasta después de una evaporación parcial en un grado tal, que puedan ser descargadas asimismo con la corriente de gas.

30. A través de un trayecto de tratamiento y de un intercambiador de calor, o bien a través de un sistema a base de trayectos de tra-

419510



- tamiento 7, 71, 72, 73 y de intercambiadores de calor 8, 81, 82, se alimenta tal cantidad de calor a la corriente de gas, que contiene ácido tereftálico sólido, que se evapora todo el ácido tereftálico, de modo que al reactor de esterificación 6 le es alimentada una corriente de gas exenta de sustancias sólidas. La esterificación tiene lugar a temperaturas de entre 280 y 350°C, con preferencia a 320 a 330°C, en catalizadores sólidos como los descritos en la patente alemana Nº 1.224.313, hasta conseguirse conversiones del ácido tereftálico de 96 a 99 %. Detrás del reactor de esterificación 6 se divide la corriente de gas, volviendo una parte al recipiente mezclador a través de la conducción 4 y del ventilador 5, mientras que la otra parte se termina es esterificar por completo en el reactor auxiliar 9, pasando por la conducción 10 para su elaboración.
15. Ejemplo
- En una instalación conforme al esquema se alimentan a través de la conducción 2 al recipiente mezclador 1, que está caldeado a través de una camisa, a la hora 50 kg de ácido tereftálico con tamaños de partículas de aproximadamente 20 a 150 μ m de diámetro, a una temperatura de 25°C. A través de la conducción 3 llegan al recipiente mezclador a la hora 150 kg de vapor de metanol de 330°C, y a través de la conducción 4, 450 kg de gas circulante de 330°C. Después de una mezcla íntima y de una evaporación parcial del ácido tereftálico sólido en la corriente caliente de gas, se establece en la salida del recipiente una temperatura de 305 a 310°C. Después de pasar por el primer intercambiador de calor 8 y el primer trayecto de tratamiento 71, la mezcla alcanza la temperatura de 318 a 322°C, y detrás del tercero, antes de penetrar en el reactor de esterificación, la temperatura es de 328 a 333°C. A este particular están dimensionados los trayectos de tratamiento 7, 71, 72 y

419510



73 de tal modo , que se alcanzan tiempos medios de tratamiento de 1,0, 0,5 y 0,2 segundos, sin contar los tiempos de permanencia en los propios intercambiadores de calor. El ácido tereftálico evaporado se esterifica en catalizadores sólidos de gel de sílice, con

5. un rendimiento de 96 a 99 %; el producto de la reacción se divide en dos corrientes parciales, una de las cuales pasa por el ventilador 5 para llegar al recipiente mezclador, mientras que la otra, de aproximadamente 200 kg/hora, se esterifica hasta contenidos residuales de ácido tereftálico de 0,1 a 0,3 %, siendo después tratada para la obtención de dimetiltereftalato puro.

10.

Este ejemplo ilustra el método del procedimiento del invento, pero no limita su aplicación a las relaciones elegidas de cantidades, temperaturas y tiempos de tratamiento. Lo decisivo es, por el contrario, la observancia de determinadas relaciones de las cantidades de retorno a una temperatura dada, para conseguir la evaporación total del ácido tereftálico, tal como ha sido explicado detalladamente en la patente principal, y los tiempos de tratamiento antes de penetrar la corriente de gas en el reactor de esterificación, tiempos que se ajustan al tiempo de evaporación de partículas de ácido tereftálico de diferentes tamaños.

15.

20.

Si para la esterificación se emplea un ácido tereftálico con un diámetro medio pequeño de grano, por ejemplo, de 20 a 30 μm , entonces el tiempo total de tratamiento en los trayectos de evaporación se reduce a aproximadamente 1 segundo; se eleva a 5 a 6 segundos, si se utiliza ácido tereftálico con tamaños de grano de

25. 300 μm y mayores. Para este procedimiento de esterificación se emplea convenientemente ácido tereftálico con un diámetro mínimo de partícula no inferior a unas 5, y no superior a unas 300 μm . Especialmente apropiado es un ácido tereftálico, cuyo tamaño de partícula oscile principalmente entre 30 y 150 μm , tal como se obtie-

30.

419510



en la mayoría de los procesos técnicos.

- El procedimiento reivindicado es en extremo avanzado y sorprendente. En efecto, era de esperar por un lado, debido a que por cada mol de ácido tereftálico se producen 2 moles de agua, que el equilibrio de la esterificación se desplazara, al menos insignifican-
5. cantemente, hacia el lado del ácido libre, tanto más, cuanto que conforme al invento se debe mantener pequeño el exceso de metanol. La práctica ha demostrado, ante la natural sorpresa, que incluso empleando este producto acuoso de la reacción como gas circulante,
10. se obtienen grados de esterificación de más de 99 %. Por otro lado había que resolverse el problema de aportar a un ácido tereftálico sólido de temperatura ambiente tal cantidad de calor, que se evapore sin descomponerse, por una parte, y sin formar disposiciones sólidas u obturaciones, por otra parte. Este problema se resuelve fá-
15. cilmente si se observan las condiciones citadas.

N O T A

20. Hecha la descripción del presente invento se hace constar, que esta solicitud se acoge a la prioridad de la solicitud alemana Nº P 22 61 333.8, depositada el 15 de Diciembre de 1972, y que se declaran como nuevas y de propia invención las reivindicaciones siguientes:

25. 1.- Procedimiento para la esterificación continua de ácido tereftálico con metanol en la fase gaseosa, en un sistema constituido por un reactor previo y un lecho fijo de catalizador montado detrás, c a r a c t e r i z a d o porque una corriente parcial de la mezcla gaseosa y caliente de esterificación es hecha retornar
30. desde la salida de la instalación al reactor previo; porque el

A handwritten signature in black ink, consisting of several stylized, overlapping loops and lines.

419510



ácido tereftálico se dispersa en esta corriente de gas, junto con vapor fresco de metanol, dentro del reactor previo, se caldea y se evapora en uno o varios intercambiadores de calor sucesivos, a cada uno de los cuales sigue un trayecto de tiempo de tratamiento, y al mismo tiempo se calienta hasta la temperatura de esterificación, y después se hace pasar en forma de vapor a través de los catalizadores de lecho fijo.

2.- Procedimiento para la esterificación en la fase gaseosa de ácido tereftálico.

10. Según se describe y reivindica en la presente Memoria que consta de 17 hojas foliadas y mecanografiadas por una sola cara y de 2 láminas de dibujos.

Madrid, a 10 OCT. 1973
CHEMISCHE WERKE HULS A.G.

P.a.

JAIME ISERN

p. p.

~~_____~~
Firmado: JOSE F. NIETO

419510

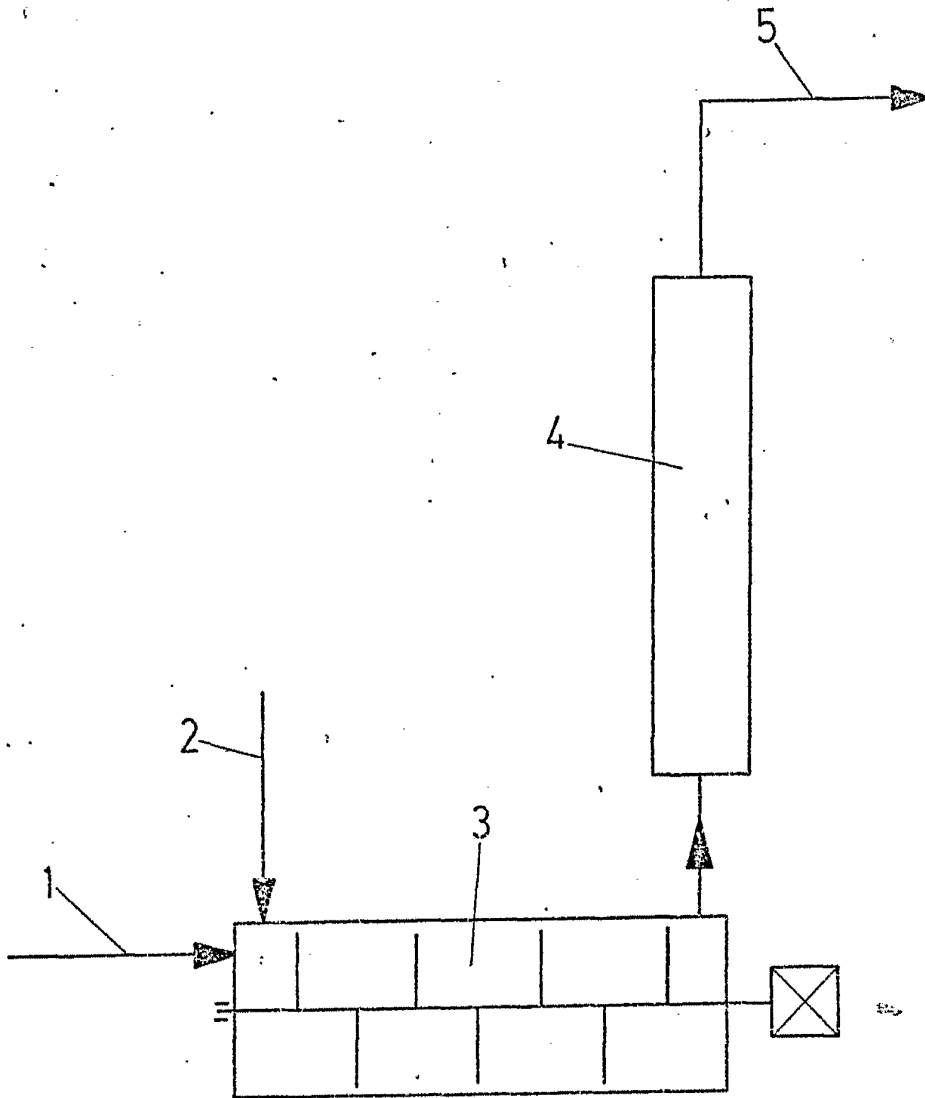


fig.1

MADRID, 10 Octubre 1973

JAIME ISERN

p. p.

Firmado: JOSE F. NIETO

419510

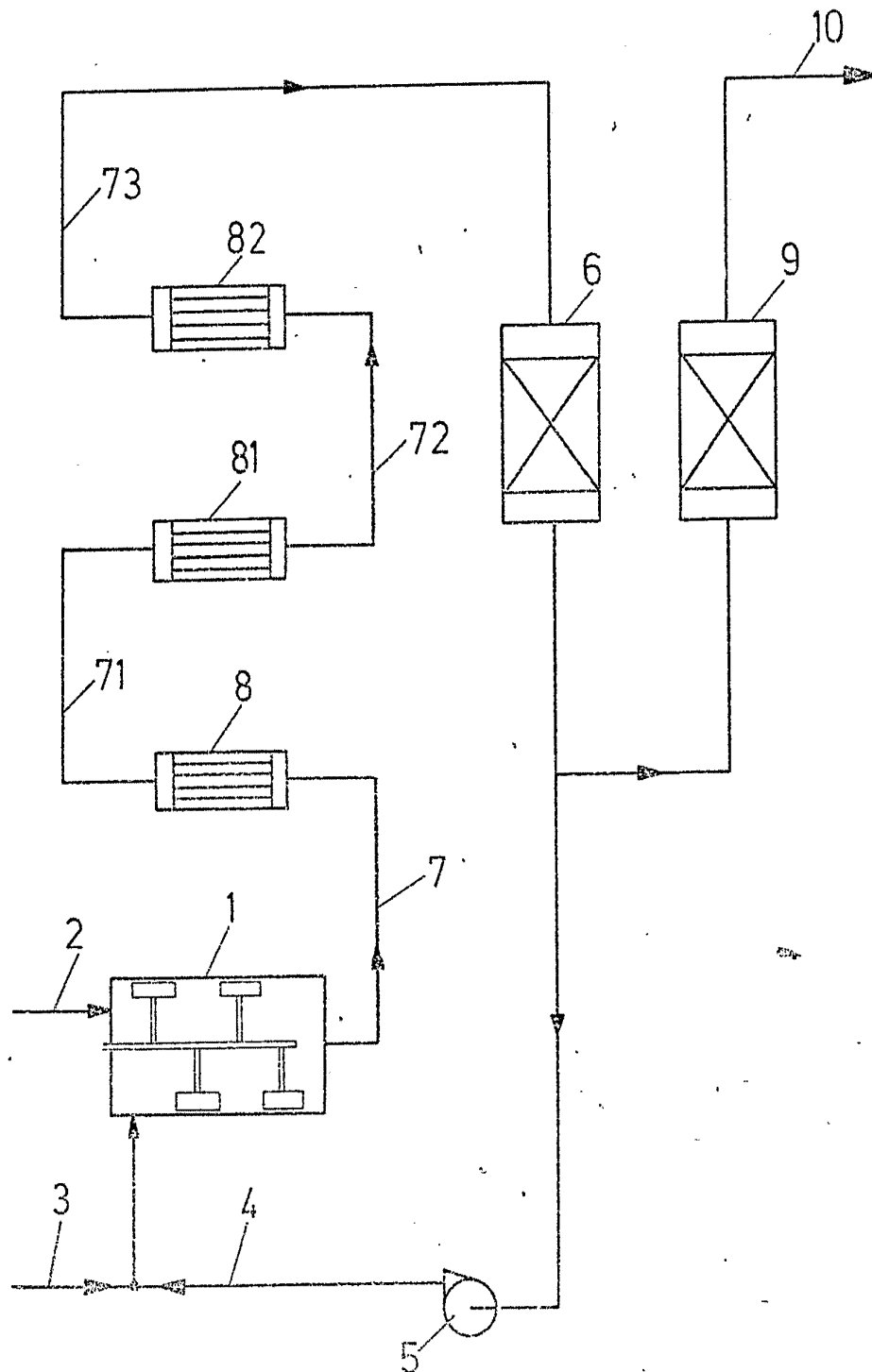


fig.2

MADRID, 1950

JAIME ISERN

p. p.

Firma de JOSE F. NIETO