

MINISTERIO DE INDUSTRIA  
REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL



ESPAÑA

19 ES	21	430110	20 A1
22	FECHA DE PRESENTACION		
	16-9-1974		

PATENTE DE INVENCION

P.- 58.450  
R.C. Bennett  
Case Nº 1

30 PRIORIDADES:	32 FECHA	33 PAIS
31 NUMERO		
398.119	17-9-73	E.U.A.

47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C07C//B01D	A

64 TITULO DE LA INVENCION

"UN PROCEDIMIENTO PARA EFECTUAR LA CRESTALIZACION DE TEREFTALATO DE DIMETILO A PARTIR DE UNA SOLUCION DEL MISMO EN METANOL"

19 SET. 1976

71 SOLICITANTE (S)

HERCULES INCORPORATED

DOMICILIO DEL SOLICITANTE

910 Market Street, Wilmington, Delaware, 19899, Estados Unidos de America

72 INVENTOR (ES)

Richard Chisholm Bennett

73 TITULAR (ES)

74 REPRESENTANTE

DON ALBERTO DE ELZABURU MARQUEZ

5                    Este invento corresponde a la técnica química. Se refiere a la cristalización.

                  La cristalización, como es bien sabido, es el cambio de material cristizable del estado disuelto, fundido, líquido o gaseoso, a un estado sólido cristalino.  
10 Este invento se refiere al cambio de material cristizable del estado disuelto a un estado sólido cristalino, en otras palabras, a la cristalización en solución.

                  La cristalización en solución solamente tiene lugar después que una solución que comprende el material cristizable (denominado aquí soluto) y un disolvente para el soluto, resulta sobresaturada, es decir, con  
15 tiene más soluto que el que puede normalmente disolver el disolvente a la temperatura a que se encuentre la solución.

                  La sobresaturación va seguida de nucleación y crecimiento de cristales. La nucleación, o formación de núcleos, se puede efectuar añadiendo cristales finos del soluto o de otro material cristalino al disolvente, o bien puede ser espontánea. El crecimiento de cris  
20 tales es el desarrollo de cristales a partir de los núcleos. Depende del tiempo durante el cual permanezca so-  
25



volumen de pasta hecha recircular a la temperatura final bajo condiciones que dan por resultado un pequeño aumento de la temperatura y la concentración para el material hecho recircular. Se consigue la sobresaturación exponiendo esa mezcla a una menor presión de vapor en la masa, lo cual enfría la mezcla por evaporación del disolvente. Por consiguiente, un procedimiento continuo de cristalización por enfriamiento (denominado a veces procedimiento de circulación forzada) implica una masa (aquí denominada masa de cristalizador) que comprende soluto cristalizado y aguas madres o agua de cristalización (parte líquida de la solución después de haber tenido lugar la cristalización del soluto) y una corriente de circulación de gran caudal a y desde la masa de cristalizador. La masa se establece y se mantiene con un alto grado de agitación ya sea por agitación mecánica o ya sea, como es el caso usual, por agitación hidráulica, como por introducción de la corriente de circulación tangencialmente en la masa de cristalizador, por retirada de la corriente de circulación tangencialmente desde el cristalizador, o bien por ambos procedimientos efectuándose la retirada en la dirección de flujo rotacional en la masa. El grado de agitación es tal que la masa es una pasta. La corriente de alimentación de solución caliente se introduce en la corriente de circulación mientras se retira la pasta como

una corriente de descarga ya sea desde la masa o ya sea desde la corriente de circulación. En una realización del procedimiento se selecciona la presión ambiente de la masa para que de por resultado la evaporación del di-  
5 solvente desde la masa de cristizador y para establecer y mantener con ello la temperatura de la masa sustancialmente por debajo de la temperatura de la corriente de alimentación. El caudal de la corriente de circulación es lo suficientemente alto como para que, al entrar la corriente de alimentación en la corriente de circulación, se enfríe adiabáticamente a la temperatura de la masa de cristizador y de la corriente de circulación.

En comparación con la cristalización por lotes, la cristalización continua tiene una serie de ventajas. No obstante, cuando se aplica el procedimiento de cristalización continua por enfriamiento descrito en lo que antecede a soluciones en las que intervengan disolventes que sean sustancialmente más volátiles que el agua y temperaturas que sean sustancialmente más altas que los puntos de ebullición de los disolventes de las soluciones a la presión atmosférica, hay una desventaja importante. Las corrientes de descarga tienen concentraciones de cristales finos que son demasiado altas para una eficaz separación de los cristales desde las aguas madres.

El problema al cual proporciona una so-

lución este invento es el de cómo reducir al mínimo la producción de cristales finos en tales casos.

La excesiva producción de cristales finos en tales casos se considera que es debida a la evaporación súbita del disolvente justamente antes del punto en que la corriente de alimentación entra en la corriente de circulación sustancialmente más fría. La evaporación súbita de disolvente se considera que origina una nucleación espontánea. El efecto de enfriamiento de la corriente de circulación sobre la corriente de alimentación origina también nucleación espontánea. No obstante, debido a la nucleación espontánea originada por la evaporación súbita de disolvente, no solamente existe un número excesivo de núcleos sobre los cuales crecen cristales, sino que la cantidad de soluto disponible para el crecimiento de cristales es disminuida. El resultado es una cantidad excesiva de cristales finos. La razón por la que se produce la evaporación súbita de disolvente es que la altura de presión, o presión hidrostática, en el punto de introducción de la corriente de alimentación en la corriente de circulación es insuficiente para impedir la volatilización del disolvente en la corriente de alimentación, aunque es suficiente para impedir la volatilización del disolvente en la corriente de circulación más fría.

De acuerdo con este invento, se reduce al mínimo la producción de cristales finos estableciendo y manteniendo la altura de presión a presión hidrostática de la corriente de circulación en el punto de introducción de la corriente de alimentación al menos  
5 igual a, y preferiblemente mayor que, la diferencia de la presión de vapor del disolvente a la temperatura de la corriente de alimentación de entrada y la presión de vapor del disolvente en la corriente de circulación que  
10 llega a ese punto. La presión de vapor del disolvente depende de la concentración de soluto de esa corriente y de la temperatura de la corriente. Puede determinarse mediante procedimientos y ecuaciones bien conocidos en la técnica.

En una realización del procedimiento y  
15 el aparato de este invento, en particular, aunque no quede limitado a ella, cuando se efectúa el enfriamiento de la solución por enfriamiento de la masa de cristalizador o de la corriente de circulación mediante serpentines de enfriamiento o mediante un cambiador de calor, la presión  
20 hidrostática requerida se establece y mantiene poniendo la masa de cristalizador bajo la presión ambiente correspondiente a esa presión hidrostática.

En otra realización del procedimiento de este invento, en particular, aunque no quede limitado  
25 a ella, cuando se efectúa el enfriamiento por evaporación del disolvente se pone la masa de cristalizador a una elevación por encima del punto de introducción de la corriente de alimentación en la corriente de circulación,

a la cual se establece y mantiene la presión hidrostática requerida por este invento.

En una realización del aparato de este invento, en particular, aunque no quede limitado a ella, cuando se efectúa el enfriamiento por evaporación del disolvente, los medios de vasija para la masa de cristallizador se sitúan a una elevación por encima de la unión de los medios de conducto de corriente de alimentación con los medios de conducto de corriente de circulación para la cual se obtiene la presión hidrostática requerida bajo condiciones normales de funcionamiento.

En otras realizaciones del procedimiento y del aparato de este invento se emplean tanto la presión ambiente como la elevación de la masa de cristallizador para establecer y mantener la presión hidrostática requerida en el punto de introducción de la corriente de alimentación.

En aquellas situaciones en las que se desea máxima cristallización, y en las que el punto de introducción de la corriente de alimentación esté en el terreno o suelo o cerca de éste, la altura de la masa de cristallizador desde el suelo o terreno requerida para obtener al menos una proporción sustancial de presión hidrostática deseada en el punto de introducción de la corriente de alimentación puede ser tan excesiva que no resulte práctica. En tales situaciones, de acuerdo con este invento, se efectúa la cristallización en dos o más

etapas. En la primera etapa se pone la masa de cristali-  
zador a una altura práctica por encima del punto de in-  
troducción de la corriente de alimentación en la corrien-  
te de circulación y se establecen y se mantienen la masa  
5 y la corriente de circulación a la temperatura a la cual  
la presión de vapor del disolvente en la corriente de cir-  
culación es igual a, y preferiblemente mayor que, la dife-  
rencia entre la presión de vapor del disolvente en la co-  
rriente de alimentación de entrada y la presión hidrostá-  
tica de la corriente de circulación en ese punto. En esas  
10 condiciones, solamente tiene lugar una cristalización par-  
cial del soluto en la primera etapa. En la segunda etapa  
se pone la masa de cristalizador de segunda etapa a una  
altura práctica por encima del punto de introducción de la  
15 corriente de alimentación para la segunda etapa, la cual es  
la corriente de descarga de la primera etapa, y se estable-  
cen y se mantienen la masa y la corriente de circulación  
a la temperatura a la cual la presión de vapor del disol-  
vente en la corriente de circulación es igual a, o prefe-  
20 riblemente mayor que, la diferencia entre la presión de  
vapor del disolvente en la corriente de alimentación de se-  
gunda etapa de entrada y la presión hidrostática de la corrien-  
te de circulación de la segunda etapa en ese punto. En esas  
condiciones se cristaliza más soluto. Si no se crista-  
25 liza toda la cantidad deseada de soluto en la segunda eta-

pa, se puede usar una tercera etapa, o más etapas, para conseguir el grado máximo deseado de cristalización.

5 El mejor modo actualmente previsto para llevar a la práctica el invento se ha ilustrado en el dibujo, el cual constituye una parte material de esta exposición y en el cual, brevemente expuesto, se representa esquemáticamente una realización preferida de un sistema de cristalización por enfriamiento y por evaporación en dos etapas, de este invento.

10 Con mayor detalle, en el dibujo se ilustra esquemáticamente una primera etapa de cristalización 10 y una segunda etapa de cristalización 12.

15 La primera etapa de cristalización comprende un recipiente 14 de cristalizador destinado a contener una masa 16 de cristalizador a una presión ambiente mayor que la presión atmosférica. El recipiente tiene una parte superior en forma de cúpula con una salida de vapor de disolvente conectada a un conducto 18 de descarga de vapor, el cual comprende una válvula 20 de control del caudal y de la presión del recipiente. El conducto 16 de descarga de vapor conduce a un condensador 22. El vapor condensado es retirado del condensador 22 por medio de un conducto 24 de condensado, el cual, en este caso, conduce a una entrada en el recipiente 14 de cristalizador. El recipiente 14 tiene  
25 una salida para retirar tangencialmente una corriente de

pasta desde la región inferior de la masa 16 de cristalizador, y una entrada de corriente mezclada para introducir tangencialmente en la dirección de flujo rotacional o de torbellino de la masa 16 una corriente en la parte superior de la masa por debajo, pero en la región, de la superficie superior dinámica de la masa 16 bajo condiciones normales de funcionamiento. En combinación con la salida y la entrada de corriente mezclada del recipiente 14 de cristalizador, hay medios de bomba y conducto de corriente de circulación. Estos medios comprenden un conducto 26 de retirada de pasta, una bomba 30 y un conducto de retorno 32. El conducto 26 de retirada de pasta se extiende hacia abajo desde la salida de retirada de pasta en el recipiente 14 de cristalizador, a la admisión de la bomba 30, mientras que el conducto 32 de retorno se extiende desde la descarga de la bomba hacia arriba, hasta la entrada de corriente mezclada del recipiente 14. Conectado al conducto 32 de retorno hay un conducto 34 de corriente de alimentación con una válvula 36 de control del caudal y de corte. El punto en el cual el conducto 34 de corriente de alimentación se une al conducto 32 de retorno, el punto de introducción de la corriente de alimentación, de acuerdo con este invento, está donde bajo condiciones normales de funcionamiento la presión hidrostática de la corriente mez-

clada en el conducto 32 de retorno es al menos igual a, y preferiblemente mayor que, la diferencia entre la presión de vapor del disolvente en la corriente de alimentación de entrada y la presión de vapor del disolvente en la corriente de circulación en ese punto. En la realización 5 ilustrada se obtiene esa presión hidrostática situando para ello el recipiente 14 de cristalizador de modo que el nivel de líquido eficaz (nivel medio de la superficie superior dinámica de la masa 16) en el recipiente, bajo 10 condiciones normales de funcionamiento, esté a la altura H por encima del punto de introducción de la corriente de alimentación, a cuya altura una columna de la mezcla de solución de la corriente de alimentación, y pasta de la corriente de circulación tiene en la parte inferior de la misma dicha presión hidrostática. Como resultado, el conducto 32 de retorno tiene una sección 38 15 que se extiende hacia arriba desde el punto de introducción de la corriente de alimentación hasta el nivel al cual se introducen la corriente de alimentación y la corriente de circulación mezcladas en el recipiente 14 20 de cristalizador, el cual puede considerarse como un ramal hidrostático.

Se retira la pasta de la primera etapa

25

de cristalización 10 por medio de un conducto 40 de descarga de la primera etapa, que conduce desde el conducto 26 de retirada de pasta a la segunda etapa 12 de cristalización. El conducto 40 de descarga de la primera etapa tiene una válvula 42 de control del caudal y de corte.

La segunda etapa de cristalización 12 comprende un recipiente 44 de cristalizador de segunda etapa destinado a contener una masa de cristalizador 46 a una presión ambiente menor que la presión atmosférica. El recipiente 44 tiene una parte superior en forma de cúpula con una salida de vapor de disolvente unida a un conducto 48 de descarga de vapor. El conducto 48 de descarga de vapor conduce a un condensador 52. El condensado formado en el condensador 52 es conducido desde el condensador a través de un conducto 54 de condensado, el cual, en esta realización, conduce a una entrada en el recipiente 44 de cristalizador. En combinación con el conducto 54 de condensado hay un conducto de vacío 55 provisto de una válvula 57 de control de vacío y de corte, la cual conduce a una fuente de vacío 59. El recipiente 44 de cristalizador tiene una salida para retirar tangencialmente una corriente de pasta desde la región inferior de la masa 46 de cristalizador, y una entrada de corriente mezclada para introducir tangencialmente en la dirección de flu

jo rotacional o de torbellino de la masa 46 una corriente en la parte superior de la masa por debajo, pero en la región, de la superficie superior dinámica de la masa 46 en condiciones normales de funcionamiento. En combinación con la salida y la entrada de corriente mezclada del recipiente 44 de cristizador hay medios de bomba y conducto de corriente de circulación. Estos medios comprenden un conducto 56 de retirada de pasta, una bomba 60 y un conducto 62 de retorno. El conducto 56 de retirada de pasta se extiende hacia abajo desde la salida de retirada de pasta en el recipiente 44 de cristizador, hasta la admisión de la bomba 60, mientras que el conducto 62 de retorno se extiende desde la descarga de la bomba hacia arriba, hasta la entrada de corriente mezclada del recipiente 44. Conectado al conducto 62 de retorno está el conducto 40 de descarga de la primera etapa. El punto en el cual el conducto 40 de corriente de descarga de la primera etapa se une al conducto 62 de retorno, el punto de introducción de la corriente de alimentación en la segunda etapa 12, de acuerdo con este invento, está donde bajo condiciones normales de funcionamiento la presión hidrostática de la corriente mezclada en el conducto 62 de retorno es al menos igual a, y preferiblemente mayor que, la diferencia entre la presión de vapor del disolvente en la corriente de descarga de la

primera etapa de entrada y la presión de vapor del disolvente en la corriente de circulación en ese punto. En la realización ilustrada se obtiene esa presión hidrostática situando para ello el recipiente 44 de cristallizador de modo que el nivel eficaz de líquido (nivel medio de la superficie dinámica de la masa 46) en el recipiente bajo condiciones normales de funcionamiento está a la altura  $H'$  por encima del punto de introducción de la corriente de alimentación, a cuya altura una columna de la mezcla de la pasta de la corriente de descarga de la primera etapa y de la pasta de la corriente de circulación de la segunda etapa tiene en la parte inferior de la misma dicha presión hidrostática. Como resultado, el conducto 62 de retorno tiene una sección 66 que se extiende hacia arriba desde el punto de introducción de la corriente de descarga de la primera etapa hasta el nivel en el cual se introducen la corriente de descarga de la primera etapa y la corriente de circulación de la segunda etapa mezcladas en el recipiente 44 de cristallizador, el cual puede considerarse igualmente como un ramal hidrostático.

Se retira la pasta de la segunda etapa de cristalización 12 por medio de un conducto 70 de descarga de la segunda etapa con una válvula 72 de control

del caudal y de corte.

Este conducto, en algunas realizaciones, conduce a una o más etapas de cristalización adicionales. No obstante, en la realización ilustrada conduce a una etapa  
5 74 de separación de cristales, en la cual se separan los cristales y las aguas madres.

Para hacer funcionar el sistema de cristalización de dos etapas representado en el dibujo, la corriente de alimentación de solución caliente a una temperatura  
10 sustancialmente superior a la temperatura del punto de ebullición a la presión atmosférica del disolvente que hay en la misma, se introduce por medio del conducto 34 de corriente de alimentación en el conducto 32 de retorno de la primera etapa. La corriente de alimentación se enfría con rapidez adiabáticamente hasta la temperatura reinante en la  
15 corriente de circulación que fluye a través del conducto 32 de retorno. Debido a la presión hidrostática en el punto de introducción de la corriente de alimentación en la corriente de circulación, no tiene lugar evaporación súbita del disolvente en la corriente de alimentación. Cual-  
20 quier nucleación que se produzca en la corriente mezclada que resulta de la unión de la corriente de alimentación con la corriente de circulación, es el resultado del enfriamiento de la corriente de alimentación. Por consiguiente,  
25 se llega al máximo en las condiciones para el creci-

miento de cristales. Cuando la corriente mezclada entra en la masa 16 de cristalizador, tiene lugar la evaporación de disolvente y con ello es evacuado calor de la masa 16 de cristalizador. El grado de evaporación, y por consiguiente la cantidad de calor evacuado ( y a su vez la temperatura de la masa 16 de cristalizador), se controla regulando para ello el desprendimiento de vapor de disolvente a través del conducto 18 de descarga de vapor, y por consiguiente la presión dentro del recipiente 14 de cristalizador. Controlando así la presión se controla el grado de evaporación de disolvente de la masa de cristalizador y por consiguiente se controla la temperatura de la masa de cristalizador. Se retira la pasta de la masa de cristalizador por medio del conducto 26 de retirada de pasta, a un caudal, controlado por la capacidad de la bomba 30 y por la regulación de la velocidad de la bomba 30, para el cual el caudal de la corriente de circulación que fluye a través de la bomba 30 y el conducto 32 de retorno es tal que está sustancialmente a la temperatura de la masa 16 de cristalizador, y la mezcla de la corriente de alimentación y de la corriente de circulación que fluye hacia arriba a través del ramal hidrostático 38 está sustancialmente a la temperatura de la masa 16 de cristalizador. La temperatura de la masa 16 de cristalizador se establece y se mantiene a la temperatura

a la cual la presión de vapor del disolvente a la temperatura reinante en la corriente de circulación es al menos igual a, y preferiblemente mayor que, la presión de vapor del disolvente en la corriente de alimentación de entrada en el conducto 34 de corriente de alimentación  
5 menos la presión hidrostática en la parte inferior del ramal hidrostático 38.

Parte de la pasta retirada de la masa de cristizador a través del conducto 26 de retirada,  
10 de la pasta es conducida por medio del conducto 40 de corriente de descarga de la pasta a la segunda etapa de cristalización. En esta etapa se establece y se mantiene la masa 46 de cristalización a una presión inferior a la atmosférica. Regulando con la válvula 57 del conducto de vacío la magnitud del vacío aplicado, se controlan la presión de la masa 46 de cristizador, el grado de evaporación de disolvente desde ésta y, por consiguiente, la temperatura de la misma. La pasta es retirada de  
15 la masa 46 de cristizador por medio del conducto 56 de retirada de pasta de la segunda etapa a un caudal, controlado por la capacidad de la bomba 60 y por la regulación de la velocidad de la bomba 60, para el cual el caudal de la corriente de circulación que fluye a través de la bomba 60 y del conducto 62 de retorno, y la  
20 mezcla de la corriente de descarga de la primera etapa  
25

y de la corriente de circulación de la segunda etapa que fluye a través del ramal hidrostático 68, están sustancialmente a la misma temperatura que la masa 46 de cristizador. La temperatura de la masa 46 de cristizador es con ello establecida y mantenida en un valor para el cual la presión de vapor del disolvente en la corriente de circulación que llega al punto de entrada de la corriente de descarga de la primera etapa es al menos igual a, y preferiblemente mayor que, la presión de vapor del disolvente en la corriente de descarga de la primera etapa en el conducto 40 menos la presión hidrostática en la parte inferior del ramal hidrostático 68.

Con el sistema de cristalización expuesto en lo que antecede, se puede efectuar una cristalización máxima deseada de soluto a partir de la corriente de alimentación inicial con una producción mínima de cristales finos.

Una aplicación típica de este sistema de cristalización en dos etapas está en la cristalización de tereftalato de dimetilo (DMT) a partir del metanol. En la siguiente tabla se dan los datos de solubilidad para el DMT en metanol, y los datos de presión de vapor del metanol a diversas temperaturas.

Temp. °C	<u>Solubilidad</u>	<u>Presión de Vapor de Metanol</u>	
	gramos de DMT/100 gramos solución	mm de Hg absolutos	m de Metanol absolutos *
5			
40	2,1	255	4,4
50	3,5	400	6,9
60	5,7	620	10,7
70	9,8	940	16,2
10	80	1.350	23,2
90	27,0	1.900	32,7
100	44,0	2.600	44,8
110	70,0	3.550	61,1

15                   \* Suponiendo una densidad constante del metanol de 0,79 gramos/ml y despreciando los efectos de la solución.

20                   A partir de esos datos se puede calcular que para un sistema de cristalización de una sola etapa de acuerdo con este invento siendo la corriente de alimentación una solución metanólica saturada de DMT a 100°C y siendo la temperatura de la masa de cristalizador de 50°C, la masa de cristalizador debe estar a una elevación tal que la altura del nivel eficaz de líquido de la masa

25                   de cristalizador en condiciones normales de funcionamiento

deba ser de al menos aproximadamente 37,9 metros por encima del punto de introducción de la corriente de alimentación en la corriente de circulación. Siendo 42°C la temperatura de la masa, la altura del nivel eficaz de líquido de la masa de cristizador en condiciones normales de funcionamiento debe ser de al menos aproximadamente 39,9 metros (por interpolación de los datos anteriores representados sobre una base del logaritmo de la presión en función de la recíproca de la temperatura absoluta) por encima del punto de introducción de la corriente de alimentación en la corriente de circulación. El montaje de los recipientes de cristizador a elevaciones para las cuales las masas de cristizador tengan esas alturas de nivel eficaz de líquido normales, no es en general práctico. Por consiguiente, en tales circunstancias se prefiere un sistema de cristalización de múltiples etapas.

Las condiciones de funcionamiento normales típicas para la cristalización de una solución de tereftalato de dimetilo en metanol saturada, en el sistema de cristalización continua de dos etapas representado en el dibujo, son las siguientes:

Temperatura de la corriente de alimentación

34 = 100°C

Presión ambiente de la masa de cristizador

16 = 1.000 mm de Hg absolutos

Temperatura de la masa de cristalizador 16 = 71,2°C

H = 27,5 metros mínimo

Presión ambiente de la masa de cristalizador

46 = 280 mm de Hg absolutos

5            Temperatura de la masa de cristalizador 46 = 42,0°C

H' = 12,5 metros mínimo

En estas condiciones se reduce al mínimo la formación excesiva de cristales finos de DMT.

10            Otras características, ventajas y realizaciones de este invento resultarán fácilmente evidentes para quienes posean el nivel de conocimiento corriente en la técnica. A este respecto, aun cuando se ha descrito una realización específica de este invento el mismo no queda limitado a esa realización, y deben considerarse comprendidas en el mismo todas las variaciones y modificaciones de esa realización que no se desvíen del espíritu ni rebasen el alcance del invento tal como se describe y reivindica.

15

20

25

### REIVINDICACIONES

5                    Los puntos de invención propia y nueva que se  
presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente  
de Invención en España, por VEINTE años, son los que se  
recogen en las reivindicaciones siguientes:

10                    1ª.- Un procedimiento para efectuar la cristali-  
zación de tereftalato de dimetilo a partir de una solución  
del mismo en metanol a una temperatura sustancialmente su-  
perior al punto de ebullición de dicha solución a presión  
atmosférica por enfriamiento de dicha solución, que compren-  
15                    de una masa de cristalizadora, con una corriente de circula-  
ción hacia la misma y desde la misma, una corriente de alimen-  
tación de dicha solución, que se une a dicha corriente de  
circulación, estando dicha corriente de alimentación a una  
temperatura sustancialmente mayor que la temperatura de di-  
cha corriente de circulación, y una corriente de descarga  
20                    desde una de dicha masa y dicha corriente de circulación, cu-  
yo procedimiento incluye la mejora de reducir al mínimo la  
formación excesiva de cristales finos y en el que la presión  
hidrostática de dicha corriente de circulación en el punto  
en que se une a la misma dicha corriente de alimentación se  
25                    establece y se mantiene al menos igual a la diferencia en-

tre la presión de vapor del metanol en dicha corriente de alimentación y la presión de vapor del metanol en dicha corriente de circulación que llega a dicho punto.

5 2ª.- Un procedimiento según la reivindicación 1ª, en el que el enfriamiento de dicha solución se efectúa por evaporación, con lo que dicha masa tiene una corriente de vapor de metanol evaporado desde ella.

10 3ª.- Un procedimiento según la reivindicación 2ª, que incluye además una segunda masa de cristalizador a una presión ambiente a la que se evapora metanol desde dicha segunda masa de cristalizador, una segunda corriente de vapor de metanol evaporado desde dicha masa, una segunda corriente de circulación desde dicha masa y hacia ella, uniéndose dicha corriente de descarga a dicha segunda corriente de circulación, estando dicha segunda masa de cristalizador a la  
15 altura por encima del punto en que dicha corriente de descarga se une a dicha segunda corriente de circulación a la cual la presión hidrostática en ese punto es al menos igual a la  
20 diferencia entre la presión de vapor del metanol en dicha corriente de descarga y la presión de vapor del metanol en dicha corriente de circulación que llega a dicho punto, y una segunda corriente de descarga desde una de dicha segunda masa de cristalizador y dicha segunda corriente de circulación.

25 4ª.- Un procedimiento según la reivindicación 3ª,

en el que la corriente de descarga primeramente mencionada es desde la corriente de circulación primeramente mencionada, y dicha segunda corriente de descarga es desde dicha segunda corriente de circulación.

5                    5ª.- Un procedimiento para efectuar la cristalización de tereftalato de dimetilo a partir de una solución del mismo en metanol.

10                    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 veinticinco hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 01.JUL.1976

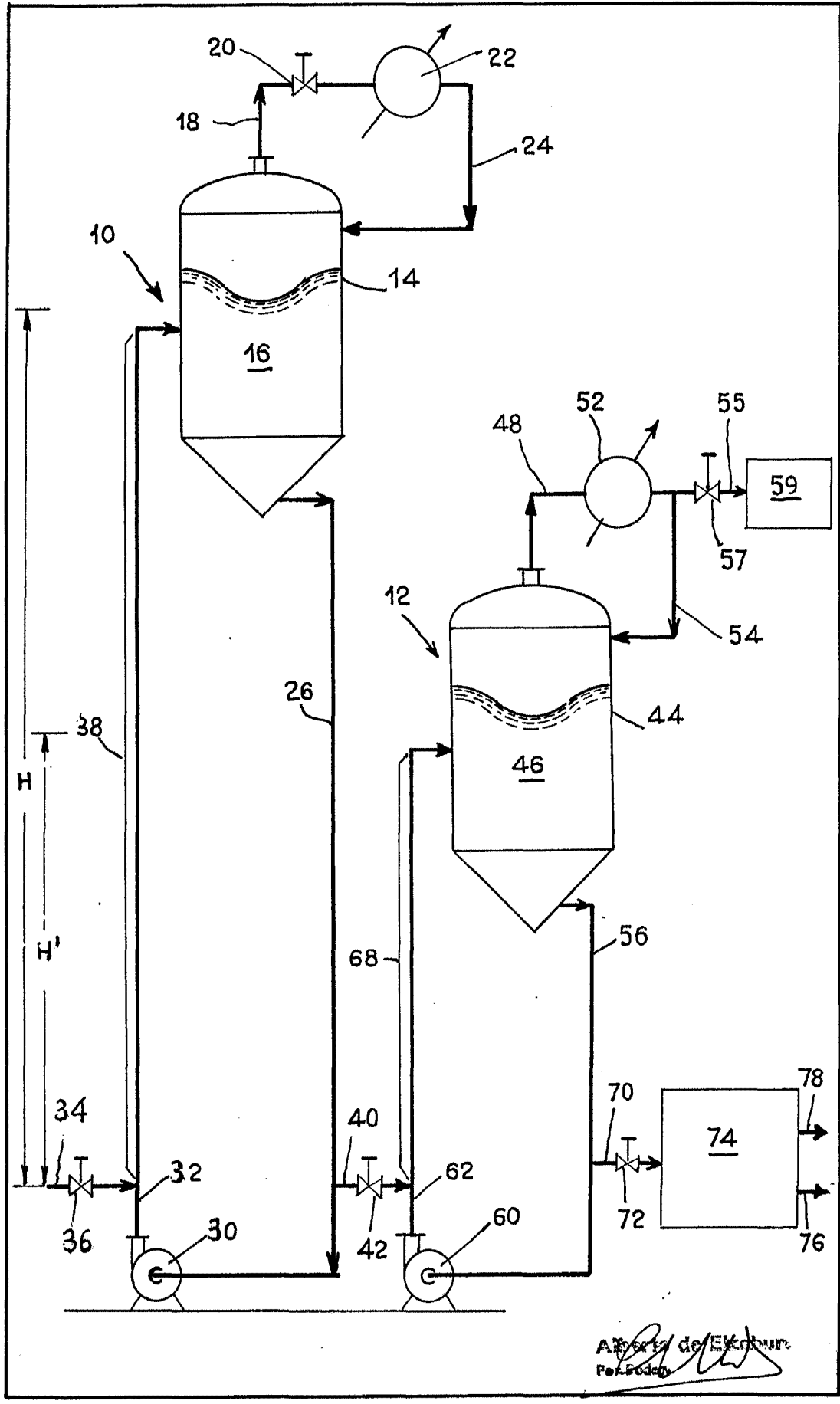
P.A.

15

Alberto de Lencastre

Por Fianza





A. B. G. de E. G. G. G.  
 P. E. G. G. G.