



19 ES	11	NUMERO	10 A I
	21	458631	
	22	FECHA DE PRESENTACION	

Case R-2369

PATENTE DE INVENCION

50 PRIORIDADES:		
51 NUMERO	52 FECHA	53 PAIS
76/14 867	11 Mayo 1976	Francia
47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	52 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	co7c	
54 TITULO DE LA INVENCION		
"PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE ACIDO TEREFTALICO"		
71 SOLICITANTE (S)		
RHONE-POULENC INDUSTRIES		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE		
22, Avenue Montaigne 75 PARIS 8ème (Francia)		
72 INVENTOR (ES)		
Jean-Claude CHOLET André LAILY		
73 TITULAR (ES)		
RHONE-POULENC INDUSTRIES		
74 REPRESENTANTE		
D. JAIME ISERN CUYAS, Agente Oficial de la Propiedad Industrial		

MEMORIA DESCRIPTIVA

5. Esta invención se refiere a un procedimiento de preparación de ácido tereftálico a partir de su sal dipotásica. El procedimiento permite obtener ácido tereftálico muy puro que se puede utilizar directamente para preparar fibras poliésteres de excelente calidad.

10. Es sabido que el tereftalato dipotásico constituye una de las vías industriales de acceso al ácido tereftálico. Se sabe, en efecto, que se consigue tereftalato dipotásico mediante una dismutación del benzoato potásico a temperatura elevada. Este procedimiento, denominado corrientemente en química método de Henkel, ha sido objeto de numerosas patentes. Se describe de un modo especial en la patente francesa 2 143 401.

15. También ha sido objeto de numerosas patentes de transformación del tereftalato dipotásico procedente de la dismutación del benzoato potásico. Son más interesantes los procedimientos en los que el tereftalato dipotásico reacciona con ácido benzoico. La ventaja de estos procedimientos consiste en que se obtiene, junto al ácido tereftálico, benzoato potásico que puede reciclarse directamente en la fase de dismutación.

20.

25. Se ha propuesto transformar el tereftalato dipotásico en ácido tereftálico mediante ácido benzoico, empleando procedimientos de una o varias fases de reacción. Se aconseja generalmente transformar el tereftalato dipotásico en ácido tereftálico empleando dos fases. Durante la primera fase reacciona el tereftalato dipotásico con el ácido benzoico de manera que se aisla en tereftalato

ácido de potasio en estado sólido. El tereftalato ácido se transforma en ácido tereftálico, en el transcurso de la segunda fase, con la ayuda de una cantidad suplementaria de ácido benzoico. Se describen estos procedimientos, por ejemplo, en las patentes francesas 1 170 781 ; 1 335 202 y 2 140 168, en la patente inglesa 975 113 y en la patente americana 2 846 468.

Se han propuesto asimismo algunos procedimientos que se realizan adicionando ácido benzoico de una vez y en una única zona de reacción, como los que se describen en la patente japonesa 14 575/66 y patente americana 2 846 468. Según estos procedimientos, se hace reaccionar una solución acuosa casi saturada de tereftalato dipotásico con un exceso de ácido benzoico. Una vez que la reacción ha concluido, se separa la fase sólida constituida por ácido tereftálico, ácido benzoico y benzoato potásico. Se suspende en agua la mezcla sólida y después se calienta. Debe repetirse varias veces este tratamiento para obtener un ácido tereftálico que posea un índice de acidez satisfactorio. No obstante, se ha comprobado que es muy difícil obtener con la ayuda de estos procedimientos un ácido tereftálico que sea apto directamente para la preparación de fibras poliésteres de calidad excelente.

Ahora se ha encontrado un procedimiento de obtención del ácido tereftálico haciendo reaccionar tereftalato dipotásico con ácido benzoico, realizado en una sola zona de reacción, y que permite obtener ácido tereftálico el cual puede utilizarse directamente para preparar fibras poliésteres de excelente calidad. El proce-

dimiento de la invención se caracteriza porque se llevan a cabo sucesivamente las operaciones siguientes:

5. a) se pone en contacto tereftalato dipotásico con ácido benzoico en un medio acuoso que contiene benzoato potásico, a una temperatura superior a 80°, encontrándose las cantidades de los diversos componentes introducidos de manera que se tenga, por cada kg de agua, menos de 0,40 moles de tereftalato dipotásico, la concentración inicial de benzoato potásico esté comprendida entre 0,95 moles y 1,2 moles y la relación molar entre ácido benzoico y tereftalato dipotásico oscile entre 4 y 12.

10. b) se separa por cualquier medio conocido el ácido tereftálico de sus aguas madres, a una temperatura superior a 80°.

15. c) se somete el ácido tereftálico a un tratamiento de purificación.

20. El procedimiento de la invención presenta dos particularidades esenciales, a saber: la transformación del tereftalato dipotásico en un medio diluido y la presencia inicial de benzoato potásico. Efectivamente, se ha observado, durante la reacción de transformación del tereftalato dipotásico, que la presencia de benzoato potásico en un intervalo de concentración definido, permite obtener ácido tereftálico puro evitando la precipitación del ácido benzoico presente en estado libre o en forma de complejo.

25. Se aplica de un modo particular el procedimiento que acaba de exponerse, al tereftalato dipotásico que resulta del método de Henkel por dismutación del benzoa-

- to potásico. Como consecuencia y para simplificar lo expuesto, nos referiremos exclusivamente al tereftalato dipotásico obtenido por el método Henjel, pero debe entenderse que el objeto de la invención se aplica a la transformación de cualquier tereftalato dipotásico en ácido tereftálico, cualquiera que sea el origen de la sal dipotásica. La mezcla admitida en la zona de reacción puede contener diversas impurezas relacionadas con la naturaleza del método de obtención de tereftalato dipotásico, además de los componentes principales definidos previamente. En el campo del método Henkel se pueden mencionar el o-ftalato dipotásico, el isoftalato dipotásico y las sales potásicas de los ácidos benceno tricarbónicos presentes en estado de isómeros de posición.
5. La temperatura se halla comprendida habitualmente entre 80 y 250° y preferentemente entre 90 y 150°, dentro de la zona de reacción constituida por uno o eventualmente varios reactores agitados. Se admite generalmente en la zona de reacción 0,1 a 0,4 moles de tereftalato dipotásico por cada kg de agua introducido. La cantidad de benzoato potásico introducida inicialmente está comprendida preferiblemente entre 0,2 y 0,8 moles por kg. de agua. Una parte del benzoato potásico procede de la zona de dismutación, mientras la relación de dismutación del benzoato potásico no es cuantitativa. Se puede colocar la cantidad inicial de benzoato potásico a partir de benzoato nuevo, pero se puede reciclar comodamente una parte de las aguas madres obtenidas, después de separar el ácido tereftálico, hasta la proporción deseada. Ade-
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.

más la relación molar entre el ácido benzoico introducido y el tereftalato dipotásico está comprendida preferiblemente entre 5 y 8. La velocidad de la agitación puede variar mucho. En general se prefiere una agitación muy eficaz.

5. Pueden introducirse los componentes en la zona de reacción por cualquier sistema adecuado. Por ejemplo, se puede repartir la alimentación en tres flujos, uno está constituido por la solución acuosa de tereftalato dipotásico procedente de la dismutación del benzoato potásico, el otro está formado por ácido benzoico y el último por agua que contiene la cantidad necesaria de benzoato potásico.

10. Cuando la zona de reacción está constituida por varias subzonas de reacción (serie de reactores o reactor único con compartimientos separados), se puede fraccionar eventualmente la alimentación de los flujos alimenticios. Sin embargo, es necesario introducir en la primera subzona de reacción la cantidad deseada de benzoato potásico, de acuerdo con las prescripciones precedentes.

15. Se separa ácido tereftálico cristalizado a la salida de la zona de reacción, con la ayuda de cualquier medio conocido, por ejemplo, filtración o centrifugación. Se efectúa la separación a una temperatura superior a 80° y comprendida preferentemente entre los 85 y 160°. Seguidamente se procede a una última purificación del ácido tereftálico, realizándose esta mediante cualquier método conocido. Así por ejemplo, se puede purificar por medio de disolventes orgánicos como alcoholes, cetonas, hidrocarburos aromáticos (metanol, etanol, acetona, benceno, tolueno ...), pero se prefiere llevar a cabo un tratamien-
- 20.
- 25.

- to acuoso. Este último se puede realizar sobre los cristales de ácido tereftálico, por ejemplo, por medio de un sencillo lavado con agua caliente (hallándose ésta habitualmente a una temperatura comprendida entre los 80 y 250° y con preferencia entre 90 y 150°). Asimismo se pueden volver a suspender los cristales de ácido tereftálico en agua caliente, operando eventualmente en varias fases, o bien se pueden disolver los cristales calentándolos en agua y después precipitar el ácido mediante enfriamiento.
5. Tando en uno como en el otro caso, pueden reciclarse las aguas que han servido para el tratamiento acuoso en la zona de reacción. Estas permiten además la introducción de benzoato potásico en la zona de reacción.
- 10.

- El procedimiento de la invención se puede realizar en continuo o en discontinuo. Se realiza ventajosamente en continuo operando con una tecnología muy sencilla. Permite obtener ácido tereftálico que es útil directamente la preparación de fibras poliésteres de excelente calidad.
- 15.

- Los ejemplos que siguen ilustran la invención.
- 20.

EJEMPLO 1

Se alimenta en continuo y cada hora en un reactor agitado que se mantiene a 160° :

25. 1,67 kg de tereftalato dipotásico
5,49 kg de ácido benzoico
1,00 kg de benzoato potásico
22,4 kg de agua

Se pasa la mezcla, después de la reacción, a una secadora centrífuga que trabaja a régimen isoterma

de 100°. Allí se separan 1,18 kg/h de ácido tereftálico que contiene un 20 % de agua. Se lavan los cristales de ácido tereftálico, introduciendo en la secadora agua caliente a razón de 2 kg/h.

5. Se reciclan estas aguas de lavado en el reactor. Finalmente se obtienen, después del secado, 0,98 kg/h de ácido tereftálico puro.

EJEMPLO 2

10. Se alimenta en continuo y cada hora en un reactor agitado que se mantiene a 200° :

1,62 kg de tereftalato dipotásico

8,34 kg de ácido benzoico

0,74 kg de benzoato potásico

21,45 kg de agua.

15. Se consigue esta alimentación introduciendo en la solución acuosa de tereftalato potásico, procedente de la fase de dismutación, ácido benzoico, las aguas del lavado que han servido para el tratamiento acuoso de purificación, cristales de ácido tereftálico y un 3 % de las
20. aguas madres obtenidas después de separar los cristales de ácido tereftálico.

25. Cuando ha finalizado la reacción, se pasa la mezcla a una secadora que trabaja a régimen isoterma de 150°. Allí se separan las aguas madres y 1055 g/h de ácido tereftálico que contiene el 18,5 % de agua. Seguidamente se suspenden los cristales de ácido tereftálico en 2000 g de agua caliente (150°). Después se separan 1050 g/h de ácido tereftálico húmedo en una secadora. Una vez seco se obtienen 0,87 kg/h de ácido tereftálico cuyas características son las si-

guientes:

- índice de acidez: 675
- contenido de ácido benzoico : 90 ppm
- contenido de otros ácidos benceno carboxílicos:
 - 5. < 10 ppm
 - contenido de potasio: < 1 ppm
 - contenido de cenizas: < 5 ppm
 - granulometría media: 95 micras
 - (99 % de la masa presenta una granulometría superior a 25 micras)
- 10.

Este ácido da lugar a fibras poliésteres de calidad excelente.

EJEMPLO 3

- 15. En este ejemplo la zona de reacción está constituida por tres reactores que se mantienen a 220°, 180° y 150°. En el primer reactor se alimenta la solución acuosa de tereftalato potásico procedente de la zona de dismutación, las aguas de lavado de los cristales del ácido tereftálico y un 37 % en peso de las aguas madres obtenidas después de la separación del ácido tereftálico. El ácido benzoico se alimenta a nivel de cada reactor, a razón de 4,67 kg/h en el reactor primero y 1,98 kg/h en los dos últimos reactores. La alimentación global, a nivel del primer reactor, es la siguiente:
- 20.

- 25.

tereftálico dipotásico	: 2,17 kg/h
ácido benzoico	: 4,67 kg/h
benzoato potásico	: 2,54 kg/h
agua	: 69,5 kg/h.

Una vez que la reacción ha terminado, se pasa

5. a una secadora la mezcla reaccional que sale del tercer reactor. Se separan las aguas madres a 150° y se recicla una parte de las mismas en el primer reactor, aislándose 1,35 kg/h de ácido tereftálico húmedo que contiene alrededor del 16 % de agua.

10. Seguidamente se procede a lavar los cristales de ácido tereftálico, introduciendo agua caliente en la secadora, a razón de 2,5 kg/h. Se reciclan en el primer reactor estas aguas de lavado. Finalmente se obtiene 1,13 kg/h de ácido tereftálico puro, una vez seco.

= . =

REIVINDICACIONES

15. Descrito el objeto del presente invento se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones con prioridad de la solicitud de patente francesa nº 76/14 867 del 11 de Mayo de 1976.

20. 1. Procedimiento para la preparación de ácido tereftálico, mediante la reacción de tereftalato dipotásico con ácido benzoico, caracterizado porque en su realización se efectúan sucesivamente las siguientes operaciones:

25. a) inicialmente se hace reaccionar poniendo en contacto ambos componentes, tereftalato dipotásico con ácido benzoico en un medio acuoso que contiene benzoato potásico a una temperatura superior a 80°, encontrándose los diversos componentes introducidos de manera que se tenga, para cada kg de agua, 0,05 a 1,2 moles de benzoato potásico, menos de 0,4 moles de tereftalato dipotásico y la relación molar entre ácido benzoico y tereftalato dipotásico esté comprendida entre 4 y 12.

me^{ag}

b) se separa el ácido tereftálico de sus aguas madres por cualquier medio conocido y a una temperatura superior a los 80°.

5. c) se somete el ácido tereftálico a un tratamiento de purificación.

10. 2. Procedimiento de conformidad con la reivindicación 1, caracterizado en su realización porque en la operación inicial, se introduce, por cada kg de agua 0,1 a 0,4 moles de tereftalato dipotásico y 0,2 a 0,8 moles de benzoato potásico, manteniéndose la zona de reacción entre 80 y 250° y estando comprendida la relación molar del ácido benzoico con tereftalato dipotásico entre 5 y 8.

15. 3. Procedimiento de conformidad con una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado en que la purificación final se lleva a cabo mediante un tratamiento acuoso.

20. 4. Procedimiento de conformidad con una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado en su realización que se recicla en la zona de reacción una parte de las aguas madres obtenidas después de separar el ácido tereftálico, de manera que asegure el contenido inicial de benzoato potásico que se desea.

25. 5. Procedimiento para la preparación de ácido tereftálico.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 11 páginas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

m/e

Madrid, a 10 MAYO 1977

p. a.

~~P. P. JAIME ISERN~~

Firmado: JOSE F. NIETO

mfe