



ESPAÑA

10 ABR. 1978

CONCEDIDA

10 ES	11	12	13
			462370
		22	FECHA DE PRESENTACION
			14.9.77

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES: 31 NUMERO	32 FECHA	33 PAIS
111015/1976	16.9.1976	Japón
47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	52 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C07C	
54 TITULO DE LA INVENCION	UN PROCEDIMIENTO CONTINUO PARA LA PRODUCCION DE ACIDO TEREFTALICO.	
71 SOLICITANTE (S)	MITSUBISHI CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED	
DOMICILIO DEL SOLICITANTE	5-2, Marunouchi 2-chome, Chiyoda-ku, Tokyo - Japón -	
72 INVENTOR (ES)	Hiroshi Hashizume y Yoshiaki Izumisawa, ambos de nacionalidad japonesa.	
73 TITULAR (ES)		
74 REPRESENTANTE	D. BERNARDO UNGRIA GOIBURU	

RESUMEN DE LA INVENCION

1 Se describe un procedimiento para la producción de
ácido tereftálico en el que se oxida p-xileno en fase lí-
quida con oxígeno molecular, en presencia de un catalizador
5 de oxidación específico, para obtener una suspensión de ácido
tereftálico que se somete a post-oxidación, después la sus-
pensión se separa en ácido tereftálico sólido y unas aguas
madres mientras que el disolvente se recupera de los gases
de escape de la etapa de oxidación por eliminación del agua,
10 se separan las aguas madres y el disolvente recuperado se
recicla a la etapa de oxidación. Así, el procedimiento pue-
de funcionar con formación de una cantidad mucho menor de
subproductos indeseables y reciclando las aguas madres para
utilizar el p-xileno de partida de la forma más completa po-
15 sible.

COMPENDIO DE LA INVENCION

Esta invención se refiere a un procedimiento de pro-
ducción de ácido tereftálico a partir de p-xileno por oxi-
dación.

20 Existe un procedimiento ya conocido, el llamado "pro-
cedimiento SD", en el que se oxida p-xileno en ácido acético
como disolvente con oxígeno molecular, en presencia de un
sistema catalítico de oxidación a base de un metal pesado.
El ácido tereftálico producido se aísla de la suspensión ob-
tenida por centrifugación y las aguas madres separadas se
someten habitualmente a destilación para separar el agua y
un residuo que contiene el catalizador y recuperar el ácido
25 acético para ser reutilizado. Debido a que estas aguas madres
contienen valiosos materiales, por ejemplo el p-xileno que
30 no ha reaccionado, el catalizador y los productos intermedios

1 de oxidación, es conveniente desde el punto de vista comer-
cial reciclar las aguas madres a la etapa de oxidación. Sin
embargo, las aguas madres también contienen pequeñas canti-
5 dades de otros materiales que afectan adversamente a la reac-
ción y, por lo tanto, si estas aguas madres se reciclan, se
producen reacciones secundarias indeseables que estropean la
calidad del ácido tereftálico producido. Por lo tanto, en la
práctica, ha sido imposible hasta ahora reciclar las aguas
madres sin producir los inconvenientes mencionados anterior-
10 mente.

En estas circunstancias, hemos realizado un trabajo
intensivo para hallar un procedimiento de ácido tereftálico
donde las aguas madres pudieran ser recicladas al reactor
sin producir deterioro del producto de reacción y, como con-
15 secuencia de ello, hemos encontrado que, si la suspensión
obtenida en la reacción de oxidación se somete directamente
a un tratamiento de post-oxidación sin separación del ácido
tereftálico, las aguas madres pueden ser recicladas al reac-
tor de oxidación sin producir ningún efecto adverso sobre
20 dicha reacción para obtener un ácido tereftálico de gran ca-
lidad. Esta invención se ha realizado sobre la base de este
conocimiento.

Por consiguiente, esta invención proporciona un proce-
25 dimiento continuo para la producción de ácido tereftálico
por oxidación de p-xileno en ácido acético como disolvente
con oxígeno molecular, en presencia de un catalizador de oxi-
dación constituido esencialmente por un compuesto de cobalto,
un compuesto de manganeso y bromuro de hidrógeno, a una tem-
30 peratura de 150 a 250°C, bajo una presión comprendida entre
la atmosférica y 200 atmósferas, cuyo procedimiento consis-

1 te en:

5 (a) introducir por lo menos una parte del gas condensable descargado de un reactor de oxidación en una columna de destilación, para efectuar la separación del agua y recuperar el disolvente,

10 (b) realizar una post-oxidación de la suspensión de ácido tereftálico recuperada del reactor de oxidación, sin adición de p-xileno, a una temperatura comprendida entre la temperatura de oxidación y 50°C por debajo de la temperatura de oxidación,

(c) recuperar el ácido tereftálico por centrifugación de la suspensión obtenida en la etapa (b) de post-oxidación y

15 (d) reciclar el disolvente recuperado en la etapa (a) y las aguas madres obtenidas por separación del ácido tereftálico en la etapa (c) al reactor de oxidación.

Esta invención será explicada ahora con detalle.

20 El procedimiento de producción de ácido tereftálico al que es aplicable esta invención puede ser cualquier proceso en el que se haga reaccionar p-xileno en ácido acético, en fase líquida, con oxígeno molecular en presencia de un catalizador que contenga metales pesados y bromo, siempre que se satisfagan los requisitos (a) a (d) antes mencionados. Un ejemplo típico de este procedimiento es el llamado procedimiento SD, cuyos detalles están descritos en la patente estadounidense 2.833.816.

25 La cantidad de disolvente a utilizar es habitualmente de 0,5 a 20 partes, preferiblemente de 1 a 10 partes, por parte en peso de p-xileno. El disolvente puede contener agua o un promotor de la reacción, tal como un aldehído, una cetona, un alcohol o para-aldehído.

30

1

El catalizador empleado en esta invención es un sistema catalítico ternario de Co-Mn-Br conocido. Los compuestos de cobalto y manganeso adecuados para uso en el sistema catalítico están descritos en la patente estadounidense

5

2.833.816; por ejemplo, como compuestos de cobalto, acetato de cobalto, bromuro de cobalto y naftenato de cobalto y, como compuestos de manganeso, acetato de manganeso, bromuro de manganeso o naftenato de manganeso. Es esencial que una

10

parte o la totalidad del compuesto de bromo sea bromuro de hidrógeno. Cuando se utilizan bromuro de cobalto y/o bromuro de manganeso, la cantidad de bromuro de hidrógeno en el sistema catalítico puede ser reducida ya que aquéllos contienen bromo.

15

En la oxidación por la técnica anterior del p-xileno con oxígeno molecular, el bromuro sódico es una fuente típica de bromo en el catalizador. Debido a la pérdida de parte del bromo durante la reacción, es necesario añadir un compuesto de bromo para mantener en el sistema de reacción la

20

concentración de bromuro previamente determinada. Sin embargo, la adición de bromuro sódico aumenta la concentración de ion sodio en las aguas madres que son recicladas, ya que queda una cantidad de ion sodio correspondiente a la del bromo perdido. Este exceso de ion sodio afecta adversamente a la reacción de oxidación. Por lo tanto, de acuerdo con esta

25

invención, el uso de bromuro de hidrógeno como fuente de bromo es significativo en el reciclado de las aguas madres a la etapa de oxidación sin afectar adversamente a la reacción.

30

Las cantidades de componentes catalíticos a utilizar son: 200 a 5000 ppm, preferiblemente 200 a 6000 ppm, de Co; 10 a 1000 ppm, preferiblemente 100 a 600 ppm, de Mn y 400 a 10.000

1 ppm, preferiblemente 600 a 2000 ppm, de Br, todo ello cal-
culado sobre el disolvente. Cuando la cantidad de cataliza-
dor utilizada está comprendida dentro de los límites cita-
dos, la reacción de oxidación transcurre eficazmente mientras
5 se reciclan las aguas madres.

La temperatura a la cual se lleva a cabo la oxidación
puede ser en general de 150 a 250°C y, cuando la cantidad
de catalizador utilizada está comprendida dentro de los lími-
tes citados, la temperatura es de 170 a 230°C, preferiblemen-
te de 205 a 225°C. La presión bajo la cual se lleva a cabo
10 la oxidación está comprendida entre la atmosférica y 200
atmósferas, preferiblemente hasta 100 atmósferas.

El gas que contiene oxígeno molecular que ha de ser
suministrado a la fase líquida que contiene el p-xileno es
15 habitualmente el aire y la cantidad del mismo que ha de ser
suministrada es de 1 a 100 moles, preferiblemente de 3 a
100 moles, de oxígeno por mol del material a oxidar.

En el reactor de oxidación, se oxida por lo menos el
20 95 % del peso de p-xileno, preferiblemente más del 98 % y
especialmente más del 99 %.

La suspensión producida en la reacción de oxidación
se somete después al tratamiento de post-oxidación sin aislar
el ácido tereftálico. El objetivo de este tratamiento es oxi-
dar todavía más los productos intermedios de oxidación pre-
25 sentes en la suspensión y la cantidad de oxígeno del gas que
contiene oxígeno molecular que ha de ser suministrado a este
tratamiento puede ser menor que la empleada en la reacción
de oxidación. Habitualmente se emplea convenientemente una
parte del gas de escape del reactor de oxidación. Los límites
30 de temperatura dentro de los cuales se lleva a cabo la post-

1 oxidación están comprendidos entre la temperatura de oxida-
ción y una temperatura 50°C por debajo de la de la reacción
de oxidación y preferiblemente 30°C por debajo de dicha tem-
5 peratura. En la post-oxidación, puede no ser necesario más
catalizador. La post-oxidación puede realizarse en una vasi-
ja independiente de post-oxidación o en un cristizador de
refrigeración donde se llevan a cabo la post-oxidación y la
cristalización simultáneamente mientras se enfría.

10 La suspensión que ha sido sometida a la post-oxida-
ción se enfría para producir la cristalización, en la forma
habitual y se separa en ácido tereftálico y aguas madres me-
diante una centrífuga. De acuerdo con esta invención, es
esencial que las aguas madres sean recicladas tal como están
al reactor de oxidación. La cantidad de aguas madres a reci-
15 clar es de 20 a 80 % en peso, preferiblemente de 50 a 80 %.

Es preferible introducir las aguas madres residuales
no recicladas en una columna de destilación donde se separa
el agua y se recupera el ácido acético. El ácido acético re-
20 cuperado puede ser utilizado de nuevo en la etapa de oxida-
ción, si se desea.

Los componentes metálicos del catalizador pueden recu-
25 perarse del residuo de destilación por extracción de este
último con agua, seguido de adición de un carbonato para pre-
cipitar carbonatos de los componentes metálicos, lavado del
precipitado con agua y disolución del mismo en ácido acético.
Los acetatos así recuperados pueden ser introducidos en la
etapa de oxidación.

30 Para reciclar las aguas madres tal como están al reac-
tor de oxidación de acuerdo con esta invención, es necesario
separar el agua que se forma durante la reacción. Debido a

1 que una concentración excesiva de agua afecta adversamente
a la reacción, se prefiere en general que la concentración
de agua de las aguas madres en la mezcla de reacción de oxi-
dación esté mantenida por debajo del 20 % en peso. De acuer-
5 do con esta invención, la concentración de agua se controla
de manera que se elimina por lo menos una parte de gas con-
densable procedente del reactor y se introduce en una colum-
na de destilación, donde se separa el agua y se recupera el
disolvente para ser reutilizado. No siempre es necesario ins-
10 talar esta columna de destilación independientemente del
reactor y la columna de destilación utilizada puede ser de
un tipo tal que esté directamente conectada a la parte supe-
rior del reactor de manera que se saquen por la cima de la
columna el agua y un gas no condensable y se devuelva un
15 gas condensable al reactor. En general, el gas condensable
descargado del reactor se condensa en el refrigerante y la
mayor parte del condensado se devuelve al reactor y solamen-
te una parte del mismo se introduce en la columna de destila-
ción.

20 Habitualmente la destilación se lleva a cabo a la pre-
sión atmosférica y a una temperatura del calderín de unos
124°C y una temperatura de la parte superior de unos 100°C.
El disolvente recuperado se recicla al reactor de oxidación.

25 El procedimiento continuo de acuerdo con esta invención
será explicado refiriéndonos al dibujo que acompaña a esta me-
moria que es un diagrama de bloque que ilustra una realiza-
ción para la producción de ácido tereftálico. Al reactor de
oxidación I se suministra p-xileno a través del conducto 10,
un disolvente que contiene el catalizador a través del con-
30 ducto 12 y aire a través del conducto 14 para efectuar la reac-

1 ción de oxidación.

5 La suspensión se trasiega por el conducto 16 al reactor de post-oxidación II en el que se introduce aire diluido a través del conducto 18 para efectuar el tratamiento de post-oxidación. La suspensión post-oxidada se trasiega a través del conducto 20 al cristizador III donde se efectúa la cristalización para precipitar bien el ácido tereftálico, que se separa en la centrífuga IV y se recupera a través del conducto 22. Las aguas madres se reciclan por los conductos 24 y 26 a la vasija de oxidación I mientras que una parte de las mismas se separan por el conducto 28.

15 El gas condensable que se forma durante la reacción de oxidación y se descarga a través del conducto 30 desde la parte superior del reactor de oxidación I se condensa en el refrigerante 32 y la mayor parte del condensado se devuelve al reactor de oxidación y el resto se introduce por el conducto 34 en la columna de destilación V, donde se separa el agua por el conducto 36 desde la parte superior y se recupera el disolvente por el fondo y se recicla por el conducto 26 al reactor de oxidación I.

20 Como se ha mencionado anteriormente, el disolvente y las aguas madres que se han recuperado se reciclan al reactor de oxidación I por los conductos 24 y 26 mientras que se agrega un catalizador y disolvente limpio a través del conducto 12 para compensar la cantidad perdida y separada, con lo que la operación se realiza de forma continua.

25 De acuerdo con esta invención, si las aguas madres de la suspensión se reciclan tal como están al reactor de oxidación, la reacción no es afectada adversamente y puede

30

1 obtenerse un ácido tereftálico de gran calidad. Además, di-
versos componentes valiosos de las aguas madres, como el p-
xileno, los productos intermedios de oxidación y el cataliza-
dor, son completamente utilizados, haciendo que este proce-
5 dimiento sea comercialmente atractivo. La razón por la cual
la reacción no es perjudicada cuando se reciclan las aguas
madres es que, con la post-oxidación de la suspensión produ-
cida en la oxidación, los materiales que de otra forma perju-
dicarían a la reacción son sustancialmente eliminados.

10 Esta invención será explicada con más detalle median-
te ejemplos; sin embargo, se sobreentiende que esta invención
no está limitada en modo alguno a estos ejemplos.

EJEMPLO 1

15 En un autoclave reactor I de titanio, de 10 litros
de capacidad, provisto de un agitador y un calentador exter-
no, se carga una mezcla de 3 litros de ácido acético (conte-
niendo 5 % en peso de agua), 4,43 g de tetrahidrato de ace-
tato de cobalto, 4,68 g de tetrahidrato de acetato de manga-
20 neso y 6,79 g de ácido bromhídrico (solución acuosa al 47 %) y después se introduce el p-xileno por el conducto 10 a un
caudal de 750 g/h y se introduce aire por el conducto 14 a
un caudal tal que la concentración de oxígeno en el gas de
escape del reactor es del 4 al 5 % en volumen, mientras que
se mantienen las condiciones de reacción, temperatura de
25 reacción 210°C y presión de reacción 24 kg/cm², durante ho-
ra y media para efectuar una reacción semicontinua. Después
se suministra por el conducto 12 una mezcla recién preparada
de ácido acético y un catalizador con la composición antes
descrita, a un caudal de 2250 g/h, mientras la suspensión
30 está siendo descargada por el conducto 16 a un caudal de

1 3600 g/h para efectuar la reacción de oxidación continua con
un tiempo de residencia medio de 60 minutos. La suspensión
descargada del reactor I se introduce en un autoclave II de
5 titanio, de 10 litros de capacidad (que es la vasija de post-
oxidación), provisto de un agitador y un calentador externo,
al que se suministra aire diluido con una concentración de
oxígeno del 14 % en volumen a través del conducto 18, a un
caudal tal que la concentración de oxígeno del gas de escape
de la vasija de post-oxidación se mantiene entre 3 y 4 % en
10 volumen, siendo las condiciones de reacción una temperatura
de 195°C, una presión de 19 kg/cm² y un tiempo de residencia
medio de 40 minutos. La suspensión post-oxidada se trasiega
al cristalizador III donde se efectúa la cristalización a
15 100°C y el ácido tereftálico y las aguas madres de la reac-
ción se separan en la centrífuga IV.

Transcurridas 3 horas desde el comienzo de la reac-
ción de oxidación continua, se recicla al reactor I, por los
conductos 24 y 26, una parte de las aguas madres a las que
se ha agregado bromuro de hidrógeno limpio en la cantidad
20 correspondiente a la perdida durante la reacción, a un caudal
de 1250 g/h (la relación de reciclaje es de 50 %) y el resto
de las aguas madres se retiran por el conducto 28. La canti-
dad de ácido acético disolvente conteniendo el catalizador su-
ministrado por el conducto 12 se reduce a 1100 g/h. Para evi-
25 tar el aumento del contenido en agua de las aguas madres en
el reactor I, debido al reciclado de las aguas madres, una
parte del condensado procedente del gas condensable que acom-
paña al gas de escape del reactor se retira por el conducto
30 34 al cabo de 3 horas de iniciarse la reacción continua y
se suministra ácido acético por el conducto 26 en cantidad

1 igual a la contenida en el condensado retirado, para mante-
ner la concentración de agua de las aguas madres en el reac-
tor en el 18 % en peso (este ácido acético es el recuperado
de la columna de destilación en una operación comercial pero
5 en este ejemplo no se utilizó la columna).

Después de proseguir con el reciclado de las aguas
madres durante 30 horas, el ácido tereftálico obtenido por
separación de sólido-líquido se suspende en una cantidad de
ácido acético tres veces la del ácido tereftálico y se con-
10 tinúa agitando a una temperatura de 80°C durante 20 minutos
para efectuar el lavado. Las propiedades del ácido tereftá-
lico así obtenido se encuentran en la Tabla I.

EJEMPLO COMPARATIVO 1

15 Se repiten procedimientos similares a los del Ejemplo
1 para realizar la oxidación continua, a excepción de que
se omiten el reciclado de las aguas madres y la retirada de
una parte del condensado. Las propiedades del ácido tereft-
tálico obtenido se encuentran en la Tabla I.

20 Como se deduce del Ejemplo 1 y del Ejemplo Comparati-
vo 1, las propiedades del ácido tereftálico obtenido efectuan-
do la post-oxidación y reciclando las aguas madres al reac-
tor de oxidación son comparables a las del ácido tereftálico
del Ejemplo Comparativo 1 que no implica el reciclado de las
aguas madres y que da buenos resultados.

EJEMPLO 2

25 Se repiten procedimientos similares a los del Ejemplo
1 a excepción de que la cantidad de ácido acético conteniendo
el catalizador, suministrado a través del conducto 12, es
de 680 g/h y la cantidad de aguas madres recicladas por los
30 conductos 24 y 26 es de 1730 g /h (la relación de reciclo es

1 del 70 % de las aguas madres separadas). Las propiedades del ácido tereftálico obtenido se encuentran en la Tabla I.

5 De estos resultados se deduce que, en el Ejemplo 2, la cantidad de aguas madres a reciclar puede aumentarse hasta el 70 % en peso sin deterioro de las propiedades del ácido tereftálico con respecto a las del Ejemplo 1 (donde la relación de reciclo es del 50 %) y con respecto al Ejemplo Comparativo 1 (donde no se recicla).

EJEMPLO COMPARATIVO 2

10 Se repiten procedimientos similares a los del Ejemplo Comparativo 1 para realizar la oxidación continua durante 3 horas, a excepción de que el p-xileno se suministra a 500 g/h, el tiempo de reacción semicontinua es de 2 horas, el ácido acético conteniendo el catalizador se suministra a la reacción continua a 1500 g/h y el tiempo de residencia medio en el reactor I es 90 minutos y no se realiza la post-oxidación. Las propiedades del ácido tereftálico obtenido se encuentran en la Tabla I.

EJEMPLO COMPARATIVO 3

20 Se repiten procedimientos similares a los del Ejemplo Comparativo 2 a excepción de que, al cabo de 4 horas desde el comienzo de la reacción continua, las aguas madres de la reacción se reciclan por los conductos 24 y 26 a un caudal de 830 g/h y la cantidad de ácido acético disolvente conteniendo el catalizador suministrada por el conducto 12 se reduce a 750 g/h, mientras que la concentración de agua en las aguas madres del reactor I se mantiene en el 18 % de la misma forma que en el Ejemplo 1 y se prosigue el reciclo de las aguas madres durante 30 horas. Las propiedades del ácido tereftálico así obtenido se encuentran en la Tabla I.

1 Como se deduce de los resultados, el ácido tereftálico
co producido reciclando al reactor las aguas madres que no
se someten a post-oxidación (Ejemplo Comparativo 3), contie-
ne mucho más 4-carboxibenzaldehído como impureza intermedia-
5 ria de la oxidación y su transmitancia es menor que la del
ácido tereftálico producido sin reciclar las aguas madres
ni efectuar la post-oxidación (Ejemplo Comparativo 2).

EJEMPLO 3

10 Se repiten procedimientos similares a los del Ejemplo
1 a excepción de que el p-xileno se suministra a un caudal
de 500 g/h, el tiempo de reacción semicontinua es de 2 horas
el ácido acético que contiene el catalizador se suministra
a la reacción continua a 1500 g/h, el tiempo de residencia
15 medio en el reactor I es de 90 minutos y, al cabo de 3 ho-
ras desde el comienzo de la reacción continua, las aguas
madres se reciclan a 830 g/h y el ácido acético que contiene
el catalizador se suministra a 750 g/h. Las propiedades del
ácido tereftálico así obtenido se encuentran en la Tabla I.

EJEMPLO COMPARATIVO 4

20 Se lleva a cabo la reacción como en el Ejemplo 3 pero
se omite el reciclado de las aguas madres y la retirada de
una parte del condensado. Las propiedades del ácido tereftá-
lico resultante se encuentran en la Tabla I.

25

30

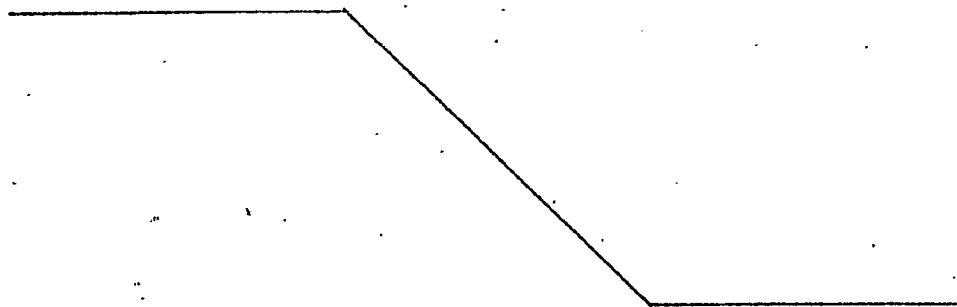


TABLA I

	Ejemplo 1	Ejemplo 2	Ejemplo Com parativo 1	Ejemplo Com parativo 2	Ejemplo Com parativo 3	Ejemplo Com parativo 4
Concentración de 4-CBA* en el ácido tereftálico producido (ppm)	460	460	450	400	580	270
Transmitancia, %						
340 mμ	88	87,5	89,	84	77	91,5
400 mμ	98,5	98,0	98,5	98,5	97,5	99,0
Tiempo de permanencia (min.)	60	60	60	90	90	90
Post-oxidación	sí	sí	sí	no	no	sí
Reciclado de aguas madres	sí	sí	no	no	sí	no
Cantidad de aguas madres recicladadas (% en peso)	50	70	-	-	50	-

* 4-CBA: 4-carboxibenzoaldehído.

1

TABLA I

	<u>Ejemplo 1</u>	<u>Ejemplo 2</u>	<u>Ejemplo Com parativo 1</u>	<u>Ejempl parati</u>
5	Concentración de 4-CBA* en el ácido tereftálico producido (ppm)			
	460	460	450	40
	<u>Transmitancia, %</u>			
	340 mμ			
	88	87,5	89,	8
	400 mμ			
	98,5	98,0	98,5	9
10	Tiempo de permanencia (min.)			
	60	60	60	9
	Post-oxidación			
	sí	sí	sí	no
	Reciclado de aguas madres			
	sí	sí	no	no
	Cantidad de aguas madres recicladas (% en peso)			
	50	70	-	-

15

* 4-CBA: 4-carboxibenzaldehído.

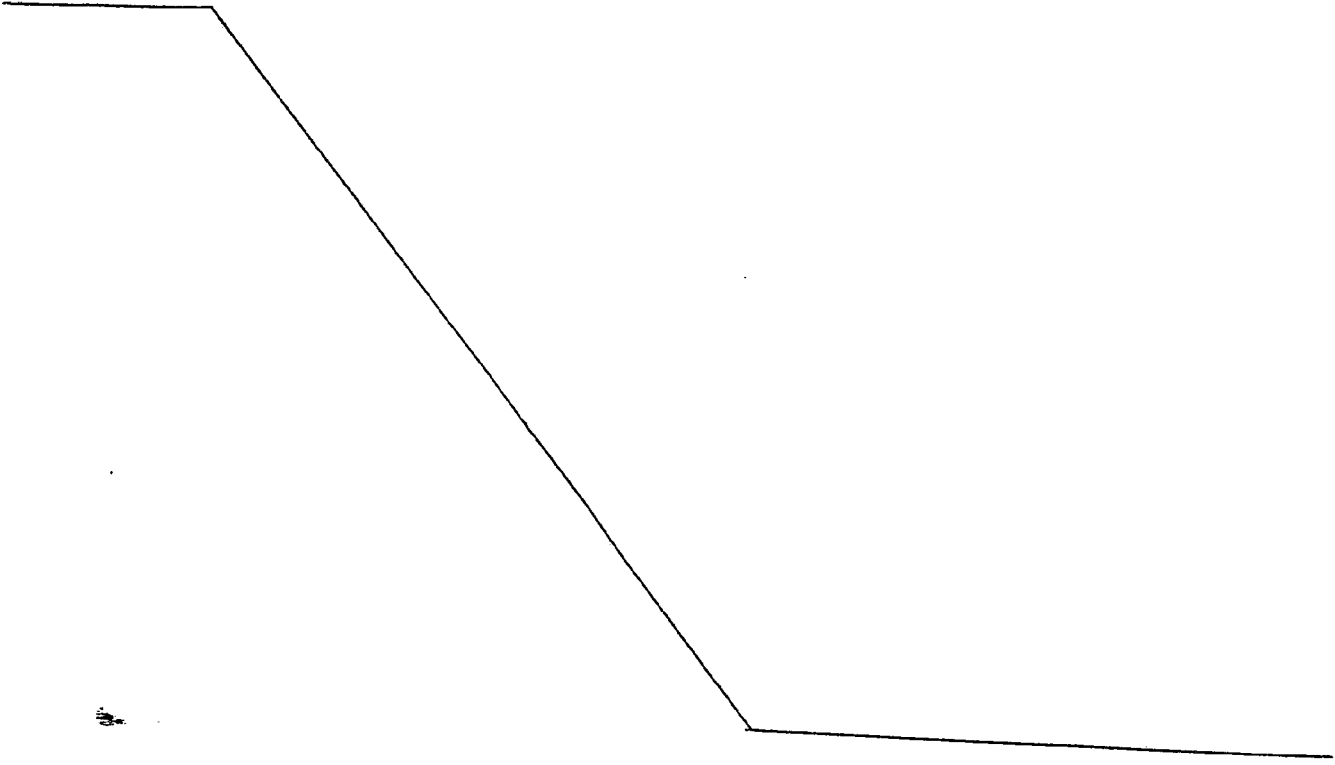
20

25

30

TABLA I

<u>Ejemplo 1</u>	<u>Ejemplo 2</u>	<u>Ejemplo Com parativo 1</u>	<u>Ejemplo Com parativo 2</u>	<u>Ejemplo Com parativo 3</u>	<u>Ejemplo 3</u>	<u>Ejemplo Com parativo 4</u>
460	460	450	400	580	280	270
88	87,5	89,	84	77	91,0	91,5
98,5	98,0	98,5	98,5	97,5	99,0	99,0
60	60	60	90	90	90	90
sí	sí	sí	no	no	sí	sí
sí	sí	no	no	sí	sí	no
50	70	-	-	50	50	-



1 En resumen, la Patente de Invención que se solicita
deberá recaer sobre las siguientes:

REIVINDICACIONES

5 1. Un procedimiento continuo para la producción de
ácido tereftálico por oxidación con oxígeno molecular de p-
xileno en ácido acético como disolvente, en presencia de un
catalizador de oxidación constituido esencialmente por un
compuesto de cobalto, un compuesto de manganeso y bromuro
de hidrógeno, a una temperatura de 150 a 250°C y bajo una
10 presión comprendida entre la atmosférica y 200 atmósferas,
cuyo procedimiento consiste en:

- 15 (a) introducir en una columna de destilación por lo menos
una parte del gas condensable descargado de un reactor
de oxidación, para separar el agua y recuperar el disol-
vente,
20 (b) efectuar la post-oxidación de la suspensión de ácido te-
reftálico recuperada del reactor de oxidación sin adi-
ción de ninguna cantidad de p-xileno, a una temperatura
comprendida entre la de la reacción de oxidación y una
temperatura de 0 a 50°C por debajo de la temperatura de
reacción,
25 (c) recuperar el ácido tereftálico por centrifugación de la
suspensión obtenida en la etapa de post-oxidación (b) y
(d) reciclar al reactor de oxidación el disolvente recupera-
do en la etapa (a) y las aguas madres obtenidas por sepa-
ración del ácido tereftálico en la etapa (c).

30 2. Un procedimiento continuo para la producción de
ácido tereftálico según la Reivindicación 1, donde se reci-
cla el reactor de oxidación de 20 a 80 % del peso de las
aguas madres a partir de las cuales se ha producido el ácido

1 tereftálico.

5 3. Un procedimiento continuo para la producción de ácido tereftálico según la Reivindicación 1, donde la reacción de oxidación se lleva a cabo mientras la concentración de agua de las aguas madres en la mezcla de reacción de oxidación se mantiene en un valor inferior al 20 % en peso.

10 4. Un procedimiento continuo para la producción de ácido tereftálico según la Reivindicación 3, donde se recicla al reactor de oxidación del 20 al 80 % del peso de las aguas madres a partir de las cuales se ha producido el ácido tereftálico.

15 5. Un procedimiento continuo para la producción de ácido tereftálico según la Reivindicación 1, donde el compuesto de cobalto es acetato de cobalto y el compuesto de manganeso es acetato de manganeso.

20 6. Se reivindica por último como objeto sobre el - que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita:
UN PROCEDIMIENTO CONTINUO PARA LA PRODUCCION DE ACIDO TEREF
TALICO.

Todo conforme queda descrito y reivindicado en la - presente memoria descriptiva que consta de diecisiete pági- nas mecanografiadas, y dibujos adjuntos.

Madrid, 14 Septiembre 1977

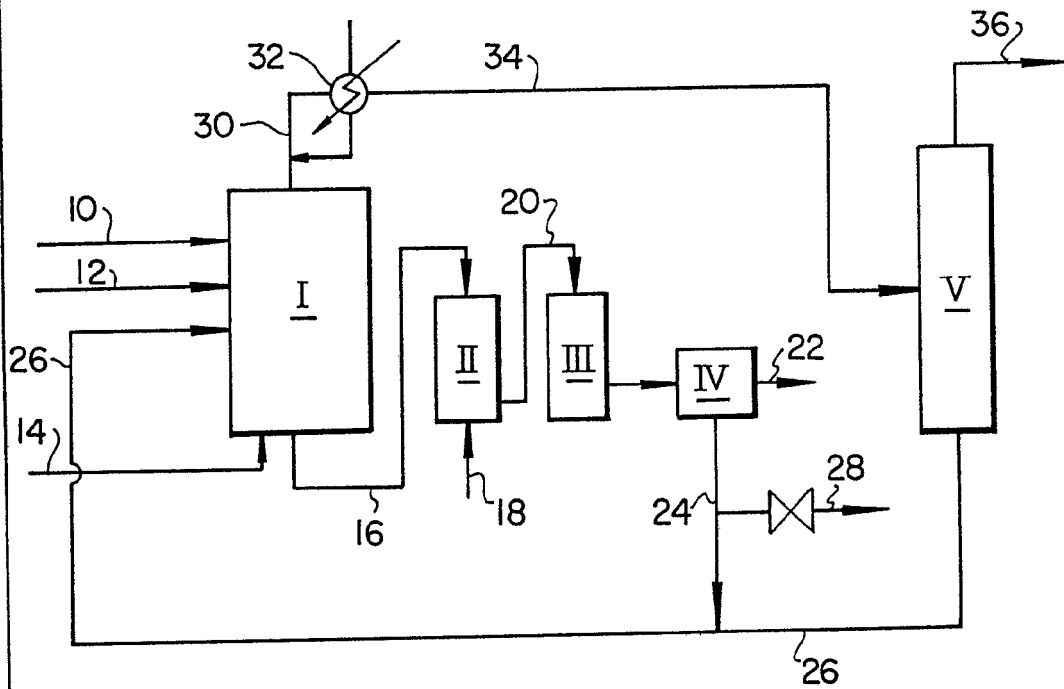
BERNARDO UNGRIA

P.D.

25

30

FIG. 1



ESCALA VARIABLE
Madrid, 14 Septiembre de 1.977
BERNARDO UNGRIA
P.P.