



| | | | |
|-------|----|-----------------------|-------|
| 19 ES | 11 | NUMERO | 10 A1 |
| | 21 | 468499 | |
| | 22 | FECHA DE PRESENTACION | |

- 5 DIC. 1978

CAS PM.2402+PM.2407

PATENTE DE INVENCION

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.

| | | |
|-----------------|---------------|---------|
| 30 PRIORIDADES: | 32 FECHA | 33 PAIS |
| 31 NUMERO | | |
| 22058-A/77 | 4 Abril 1977 | Italia |
| 22408-A/77 | 13 Abril 1977 | Italia |

| | | |
|------------------------|--------------------------------|--------------------------------------|
| 47 FECHA DE PUBLICIDAD | 51 CLASIFICACION INTERNACIONAL | 52 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA |
| | BOLD | |

54 TITULO DE LA INVENCION

"UN PROCEDIMIENTO PARA LA RECUPERACION DE CATALIZADORES Y DISOLVENTES EN UN METODO PARA LA OBTENCION DE ACIDO TEREFTALICO".

71 SOLICITANTE (ES)

MONTEDISON S.p.A.

DOMICILIO DEL SOLICITANTE

MILAN (Italia)

72 INVENTOR (ES)

Piero BORTESI - Sergio TONTI - Raffaele TANCORRA -
Giuseppe COSTANTINI - Mauro SERAFINI - Pietro PAOLI

73 TITULAR (ES)

MONTEDISON S.p.A.

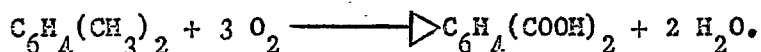
74 REPRESENTANTE

D. JAIME ISERN CUYAS, Agente Oficial de la Propiedad Industrial.

MEMORIA DESCRIPTIVA

El invento se refiere a un procedimiento me
jorado para la recuperación del catalizador, del disolvente
y de los intermediarios de oxidación de las aguas madres de
una síntesis de ácido tereftálico; el procedimiento se basa,
5 prevalentemente, en una anhidrificación parcial de aguas ma
dres.

De conformidad con la patente estadounidense
se 3.170.768 se oxida para-xileno con aire en una solución
10 acética, según la reacción



Esta patente describe un sistema catalíti-
co constituido por cobalto, manganeso y bromo, la cristali-
15 zación de ácido tereftálico y la sucesiva separación por cen
trifugación de ácido tereftálico de las aguas madres que con
tienen ácido acético, agua y los elementos catalíticos, ade
más de los intermediarios de oxidación, sub-productos y ves
tigios residuales de ácido tereftálico.

20 Esta patente describe además como alimentar las aguas madres
a la caldera de una columna en donde se produce una destila
ción de equilibrio, o sea una destilación producida por una
súbita reducción de la presión. Los vapores fluyen luego a
una segunda columna, para la anhidrificación del ácido acé-
25 tico, junto con ácido acético acuoso procedente de otras -
partes de la planta; el líquido concentrado que fluye por
el fondo de la primera columna se envía a un juego de apar
tos, en donde los componentes del sistema catalítico se se
paran de los compuestos orgánicos residuales y de otras in-
30 purezas antes de reciclarse a la oxidación.

Según una reciente tecnología, descrita en

la patente estadounidense nº 3.970.696, las aguas madres no se destilan ni someten a tratamiento alguno, sino que se recicla por completo tal cual a la síntesis; el contenido de agua en las aguas madres debe ser no obstante inferior a un nivel prefijado, obteniéndose este bajo porcentaje por medio de un funcionamiento particular y complicado del equipo de síntesis. Ambas tecnologías no están exentas de inconvenientes. Cuando se lleva a cabo la primera tecnología las aguas madres sufren un proceso de concentración prolongado, que altera las substancias orgánicas e inactiva el catalizador, por lo que es necesario llevar a cabo una separación y una regeneración del catalizador; la última tecnología evita esta alteración, pero facilita la acumulación de dichas substancias y de iones de metal indeseados, por ejemplo iones de hierro que proceden de los aparatos como consecuencia de fenómenos de corrosión. Así pues, constituye un primer objeto del presente invento el reducir los inconvenientes antes citados.

El agua de reacción diluye el ácido y obstaculiza la oxidación, lo cual no puede considerarse como una síntesis satisfactoria desde un punto de vista industrial - cuando el contenido de agua excede del 30%, y en ocasiones aún solo del 20% en peso de la mezcla reaccional. Además de la necesidad de mantener el ácido acético anhidro existe la necesidad de recuperar el ácido acético de las soluciones - mas o menos diluidas que se originan en las diversas partes de la instalación, por ejemplo de las aguas madres procedentes de las centrifugas en donde se aísla el ácido tereftálico sólido.

Hasta ahora las distintas soluciones acuoso-acéticas se alimentan a una columna de rectificación, en donde un gran número de cubetas y una elevada relación de reflujo permiten ob-

tener ácido acético casi anhidro (en el fondo de la columna) y agua conteniendo residuos de ácido acético (en la cabeza de la columna). Las destilaciones efectuadas hasta ahora no están exentas de inconvenientes; en efecto éstas implican:

5

- a) un gran número de cubetas (en algunos casos hasta 80) y un excesivo consumo de vapor, para obtener, en la cabeza de la columna, una corriente de agua conteniendo no más de 1000 a 5000 ppm de ácido acético y, en el fondo de la columna, una corriente de ácido anhidrificado con
- 10 teniendo no más del 3% en peso de agua;
- b) la pérdida total del metilacetato que abandona la cabeza de la columna junto con agua.

10

15

Constituye otro objeto del presente invento el reducir también estos inconvenientes últimamente citados; otros objetos resultarán evidentes a partir de la descripción que sigue.

20

25

30

En su forma más amplia el invento radica en un procedimiento para la síntesis de ácido tereftálico, que comprende la oxidación de para-xileno en solución de ácido acético y en presencia de un sistema catalítico a base de manganeso, cobalto y bromo, con lo que se forma agua durante la oxidación, siendo la cantidad de agua en la mezcla de oxidación líquida inferior al 10% en peso con respecto al ácido acético, con lo que se separa ácido tereftálico sólido de las aguas madres y con lo que se extrae de la zona de oxidación un líquido que se obtiene condensando los vapores liberados durante la oxidación y que está constituido, fundamentalmente, por ácido acético y agua; el procedimiento se caracteriza por una mejora que comprende el que la cantidad de sólidos suspendidos en las aguas madres se reduce a menos

del 0,30% y de preferencia a menos del 0,05% en peso, con respecto a las aguas madres, y porque sucesivamente dichas aguas madres se anhidrifican parcialmente, por medio de una destilación, para reducir la cantidad de agua en las aguas madres parcialmente anhidrificadas por debajo de, por lo menos, el 5% en peso, con respecto al ácido acético, con lo que una porción del licor parcialmente anhidreficado, conteniendo por lo menos el 50% del sistema catalítico, presente en las aguas madres originales, se recicla a la zona de oxidación, alimentándose la porción restante del licor parcialmente anhidreficado como una purga a los tratamientos usuales para la separación y la regeneración del catalizador.

Este líquido, obtenido condensando los vapores liberados durante la oxidación, y dichas aguas madres, una vez desprovistas de sólidos suspendidos, se alimentan, ventajosamente ambos a la misma zona de destilación; de conformidad con una modalidad preferida del invento la destilación se lleva a cabo primero en una columna parcialmente anhidrificante y la corriente mas rica en agua, procedente de la cabeza de la columna, se alimenta a una segunda columna, en donde la destilación se lleva a cabo en presencia de un separador azeotrópico, de preferencia acetato isobutílico, con lo que el vapor que abandona el fondo de la segunda columna no contiene mas del 5% en peso de agua, con respecto al ácido acético, y se recicla a la zona de oxidación.

Este invento se describirá ahora haciendo referencia a algunas figuras que, ni individualmente ni en combinación representan limitación alguna del invento. En particular: la figura 1 muestra uno de los esquemas circulares posibles para el método de conformidad con el invento y la figura 2 muestra algunos detalles que conciernen a la destilación -

azeotrópica y la recuperación de metil-acetato; la figura 3 representa una simplificación de la figura 1 y la figura 4 se refiere a un pre-tratamiento de las aguas madres, antes de alimentarse a la columna de anhidrificación.

5 La figura 5 es un diagrama ternario.

Según la figura 1 el procedimiento comprende de las etapas siguientes:

- 10 a) alimentación de las aguas madres (1) sobre por lo menos una y, de preferencia, cinco cubetas de una columna de destilación (6) y reciclar a la zona de oxidación una porción (4) del líquido del fondo que contiene, por lo menos, 20%, pero de preferencia por lo menos el 50% del catalizador que entra en la columna y una cantidad de agua inferior a la cantidad en las aguas madres;
- 15 b) hacer fluir la porción restante (7) del líquido del fondo desde un recipiente de destilación (2) a un intercambiador de calor (3) y conducir el efluente procedente del intercambiador a la cabeza del recipiente de destilación;
- 20 c) hacer fluir los vapores liberados en dicho recipiente de destilación a la cubeta de fondo de la columna, extraer una purga líquida (5) de dicho recipiente de destilación y conducir dicha purga a los tratamientos convencionales para el aislamiento del catalizador y la regeneración.

25 El reciclo (4) debe contener menos del 10% de preferencia menos del 5% en peso de agua, una cantidad de manganeso comprendida entre 50 y 1000 mg/kg de ácido acético (o sea de 0,005 a 0,100% en peso) y una cantidad de cobalto correspondiente a una relación manganeso:cobalto de
30 2:1 a 4:1 en peso; el tiempo de residencia de las aguas ma

dres en la columna (excluyendo el muy prolongado tiempo de residencia en el recipiente de destilación) debe ser inferior a 30 minutos y, de preferencia, inferior a 10 minutos. La relación de bromo:(manganeso + cobalto) debe estar comprendida, convenientemente, entre 0,5 y 2 en peso, de preferencia entre 0,5 y 1,5. Debe estar presente hierro en cantidades que nunca excedan de 50 mg/kg de ácido acético; en la solicitud de patente italiana 26.113 A/77 se describe un método particular y útil de preparación del sistema catalítico.

La mayor parte de las soluciones acuoso-acéticas, exentas de catalizador, que proceden de distintas etapas del proceso de síntesis (conducto 8 en la figura 1) pueden alimentarse, ventajosamente, a la cabeza de la columna de anhidricación parcial; así pues es posible recuperar - casi todo el ácido acético que circula en la planta, en forma apropiada para reutilizarse en los reactores de oxidación. Una porción considerable del ácido acético fluye fuera por la cabeza de la columna junto con agua por lo que los vapores de la cabeza de la columna deben alimentarse, necesariamente a una segunda columna (9), en donde tiene lugar una completa recuperación. Las ventajas proporcionadas por el presente invento son notables. La cantidad de agua en los reactores de oxidación siempre muy perjudicial, puede mantenerse a un nivel razonable, y se obtiene una recuperación satisfactoria de ácido acético a un elevado grado de anhidricación, así como una menor cantidad de sustancias orgánicas en los eluatos elaborados.

Otro resultado apreciable es el menor grado de pérdida de ácido acético debido a la combustión a CO_2 .

Además, los vapores liberados sobre el punto de alimentación de las aguas madres son tan ricos en agua,

que la recuperación del ácido acético en éstas contenido pue
de efectuarse mediante destilación azeotrópica, reduciéndose
así enormemente el consumo de vapor; se han obtenido los me-
jores resultados utilizando acetato isobutílico como el agente
5 azeotrópico (punto de ebullición de alrededor de 117°C; -
calor latente alrededor de 74 Kcal/kg; forma una mezcla azeotr
trópica con agua conteniendo 16,5% en peso de H₂O e hirviendo
a 87,4°C).

El acetato isobutílico ha exhibido una excep-
10 cional compatibilidad con la reacción de oxidación y la re-
ducción del consumo de vapor excede lo previsto en base a -
los cálculos. Además, el acetato de isobutilo ha demostrado
ser extremadamente efectivo en permitir la recuperación del
metil-acetato (punto de ebullición alrededor de 57°C; calor
15 latente alrededor de 98 Kcal/kg; forma una mezcla azeotrópi-
ca con agua conteniendo 3,5% en peso de H₂O e hierviente a
56,5°C); de este modo puede recuperarse el metil-acetato en
forma de una solución acuosa al 80% y aún al 90% en peso.
Simultáneamente se recuperan los últimos vestigios de para-xi
20 leno sin convertir, atrapado a través de las diversas etapas
de elaboración.

Otra ventaja consiste en una reducción extraordinaria de las
dimensiones del aparato, obteniéndose no obstante iguales re-
sultados; esto es particularmente evidente cuando son muy di-
25 luidas las soluciones que han de destilarse.

De conformidad con la figura 2, el efluente
(20/I) procedente de la cabeza de la columna de destilación
azeotrópica (9) se condensa y se separa en dos fases, alimenta
tándose la fase acuosa a una columna de destilación (19) pa-
30 ra la recuperación del acetato isobutílico.

El efluente procedente de la cabeza de la columna de desti-

lación se condensa parcialmente y se alimenta a un separador (15); la fase líquida (20), constituida sustancialmente por acetato isobutílico, se recicla a la columna de destilación azeotrópica, mientras que la fase de vapor (16), constituida prevalentemente por metil-acetato, primero se condensa y sub-enfría y luego se recoge en un tanque de almacenamiento. El agua que abandona el fondo de la columna de destilación contiene porcentajes extremadamente bajos de materias orgánicas, bastante inferiores a los valores determinados hasta ahora en los procesos de este tipo. Este resultado excelente e inesperado hace que resulten más fáciles las operaciones que han de llevarse a cabo corriente abajo para la seguridad del estado ecológico. La relación de flujo entre la cantidad de acetato isobutílico reciclada a través del conducto (17/I) y la cantidad de agua en el efluente (20/I) debe ser, de preferencia, de 4:1 a 14:1 en peso y más preferentemente de 6:1 a 10:1.

En el presente invento puede llevarse a cabo variaciones útiles. Por ejemplo la purga (conducto 5 de la figura 2) debe estar, de preferencia, altamente concentrada: antes de los tratamientos de aislamiento y regeneración es aconsejable utilizar, de preferencia, intercambiadores de calor de capa delgada, equipados, opcionalmente, con agitadores giratorios, coaxiales con la fase descendente.

Opcionalmente un tabique vertical puede dividir el fondo de la columna parcialmente de anhidrificación en dos partes. Este tabique puede disponerse de modo que el líquido procedente de las cubetas de la columna caiga solo en la primera de las dos porciones, en donde el fondo está dividido; la segunda porción se llena con el líquido que rebosa por el tabique (véase la figura 2). Como alternativa, el

recipiente de destilación de las figuras 1 y 2 puede ser -
coincidente - tal como se representa en la figura 3 - con
todo el fondo de la columna; en este caso, el líquido que
no se recicla a oxidación a través del conducto (4) debe ex
5 traerse por una boquilla de rebosadero conectada con el con
ducto (17), diametralmente opuesta al tubo descendente del
fondo con el fin de decantar el máximo grado de ácido tereftálico suspendido, que es aconsejable recuperar y que por
tanto debe estar presente en la purga (5) en cantidades muy
10 reducidas. Esta alternativa se recomienda solo cuando la
purga es mínima y cuando el líquido reciclado a la oxida
ción (4) contiene por lo menos el 90% de elementos catalíti
cos que han entrado en la columna; en este caso la columna
de recuperación de catalizador (6) y la columna de recupera
15 ción de disolvente (9) pueden sustituirse, opcionalmente, -
tal como se representa en la figura 3 - por una sola colum
na, que elimina el agua de reacción por la cabeza y suminis
tra un ácido acético suficientemente anhidrifinado y libre
de impurezas orgánicas sólidas de iones metálicos, a través
20 de un conducto de succión (22), unas pocas cubetas sobre el
fondo y en la fase de vapor.

El fondo de la columna de anhidrifación parcial, en
donde se recupera el catalizador, debe equiparse, evidente
mente, con dispositivos apropiados o partes configuradas, para
25 prevenir una acumulación de depósitos sólidos y el riesgo con
siguiente de atascos; en efecto, las aguas madres contienen
sólidos en suspensión usualmente en menos del 1% en peso,
en forma de partículas de granulometría muy fina, constitui
das en la mayor parte, por ácido tereftálico. Según la fi
30 gura 4, las aguas madres (1), antes de entrar en la columna,
fluyen en un tanque equipado con un agitador y mantenido en

reposito. Cuando se ha acumulado sobre el fondo una cantidad
suficientemente elevada de sólidos se pone en funcionamiento
el agitador y una bomba conduce (a intervalos irregulares)
la suspensión resultante a una centrifuga (23); de este mo-
do se obtiene una reducción inapreciable en las pérdidas de
5 ácido tereftálico. La torta que se forma en la centrifuga
se descarga en una tolva de pared inclinada (24) dispuesta
sobre un transportador de tornillo (25). Cuando el volumen
de la tolva es lo suficientemente grande, no se formarán ni
10 incrustaciones ni puentes; es aconsejable forrar las pare-
des de la tolva con politetrafluoroetileno o con otro mate-
rial con un bajo coeficiente de fricción. Las aguas madres
que entran en la columna a través del conducto (26) deben
contener menos del 0,10% en peso, y de preferencia menos del
15 0,05% en peso de sólidos en suspensión para evitar atascos
sobre las cubetas de la columna. Pueden llevarse a cabo o-
tras variaciones; se cita, por ejemplo, por lo que respecta
a la oxidación de xileno, el empleo de gases oxidantes con-
teniendo, por lo menos, 7% en volumen de oxígeno, el empleo
de temperaturas comprendidas entre 100° y 230°C, a presio-
20 nes de 1 a 30 atmósferas y con tiempos de residencia entre
0,5 y 3 horas, así como la utilización de reactores de oxi-
dación de admisión múltiple, como los descritos en la paten-
te estadounidense nº 3.839.435.

25 Es también posible purificar el ácido tereftáli-
co bruto según diversos métodos (un ejemplo se proporciona
en la patente italiana nº 891.448) y la oxidación puede ac-
tivarse con pequeñas cantidades de acetaldehído, tal como
se indica por ejemplo en la publicación de patente japonesa
30 66643/1974. La reactivación del catalizador contenido en la
purga puede obtenerse, por ejemplo, según las ilustraciones

de las patentes estadounidenses 3.840.641 y 3.880.920, publicaciones de patentes alemanas 2.260.491, 2.260.497 y 2.260.498 o de las patentes italianas 1.004.435 y 1.004.479.

5 Los ejemplos que siguen se ofrecen para ilustrar el presente invento sin que implique limitación alguna del mismo.

EJEMPLO 1.

10 De conformidad con la figura 1, las aguas madres (1) procedentes de la centrifugación de ácido tereftálico y conteniendo alrededor del 85% en peso de ácido acético se alimentó sobre la tercera cubeta a partir del fondo de una columna (6), alimentándose por su cabeza una corriente (8) de ácido acuoso de alrededor del 70% en peso exenta de catalizador, que se había formado en otras etapas del proceso.

15 El fondo de la columna contenía todavía alrededor del 0,2% en peso de sólidos en suspensión, constituidos prevalentemente por ácido tereftálico que debe recuperarse apropiadamente. Una porción del líquido de fondo, conteniendo 94% en peso de ácidos acéticos, 56% del catalizador 20 alimentado a la columna (cobalto, manganeso y bromo), - 3% en peso de agua e intermediarios de oxidación, se reciclo a la síntesis a través del conducto (4); otra porción de dicho líquido de fondo fluyó a la caldera de la misma columna, constituida por un recipiente de destilación (2) equipado 25 con un agitador y un intercambiador de calor (3), dispuesto en serie y calentado por vapor. Una purga concentrada se remitió, a través del conducto (5), a un evaporador de capa delgada, no representado en la figura, y luego a un incinerador; la porción restante del líquido procedente del recipiente de destilación (2) pasó a través del intercambiador 30

(3), regresando nuevamente al recipiente de destilación (2) en donde se liberaron los vapores antes de entrar de nuevo en la columna por el fondo. El tiempo de residencia del líquido en el fondo de la columna, alrededor de 6 minutos, no fue tan prolongado que produjera una alteración de las sustancias orgánicas del reciclo (4); los vapores que abandonan la columna (6) por la cabeza pasaron a una columna de recuperación de disolvente (9), de cuyo fondo fluyó un ácido acético casi anhidro (10), que se reutilizó en los reactores de oxidación junto con el reciclo (4) y con una solución acética (11) conteniendo catalizador regenerado y catalizador fresco para compensar las pérdidas.

La mezcla puede prepararse apropiadamente en un tanque de almacenamiento en el que el paraxileno alimentado se envió a través del conducto (11/a); el conducto (11/b) procedente del tanque conduce directamente a los reactores de oxidación.

EJEMPLO 2

Según la figura 2, las aguas madres se alimentaron, a través del conducto (1), a una columna de anhidrificación parcial equipada con 5 cubetas; dicha columna tuvo un fondo de mayor diámetro. Este fondo se enlazó con la sección cilíndrica superior por medio de una superficie troncocónica y se dividió en dos partes por una pared vertical; la primera parte se dispuso bajo el tubo de descenso de la cubeta de fondo, y a partir de dicha primera parte el reciclo (4) se extrajo directamente para la oxidación. Este reciclo contubo alrededor del 50% del sistema catalítico que entra en la columna (cobalto, manganeso y bromo) y alrededor del 60% del ácido acético necesario como un disolvente para la oxidación: el contenido de agua en dicho reciclo fue aproximadamente igual al 3% en peso. La purga concentra

da (5) contuvo la porción restante del sistema catalítico, pero solo una pequeña cantidad de ácido acético, puesto que el intercambiador (3) motivó la liberación de los vapores de ácido acético necesaria para la destilación.

Asimismo entró por la cabeza de la columna (2) una corriente líquida (8) de ácido acético acuoso al 70% (en peso), procedente de otras partes de la planta.

Los vapores que abandonaron la cabeza de la columna entraron en una segunda columna de cubetas (9), equipada con un intercambiador de calor, un condensador de reflujo y un tanque desmezclador (12).

A través del conducto (13) se adicionó al condensador de reflujo una cantidad de un agente azeotropicante (acetato de isobutilo), suficiente para completar las pérdidas; un tabique vertical dispuesto en el tanque (12) permitió separar fácilmente la fase orgánica (que fluyó de nuevo a la cabeza de la columna) de la fase acuosa.

A continuación se recuperaron isobutil-acetato, metil-acetato y otros compuestos orgánicos por medio de una destilación con vapor directo en una columna (19), suministrado con un condensador parcial. Un tanque (15) separó la fase de vapor incondensada (16), constituida por el 92% de metil-acetato, de una fase líquida constituida predominantemente por isobutil-acetato, que pasó al tanque desmezclador (12). La fase de vapor, constituida predominantemente, por metil-acetato, se condensó en el intercambiador (18) y se condujo al almacenamiento.

El agua procedente del fondo de la columna de destilación se descargó y resulto extremadamente pobre en materias orgánicas; realmente contuvo solo 30 ppm de ácido acético y 20 ppa de

acetato isobutílico, frente a 10.000 ppm de diversos componentes orgánicos usualmente presentes en este tipo de purgas, cuando la destilación es de tipo convencional.

5 El ácido acético anhidrificado recuperado fluyó por el fondo de la columna (9) para el recicló, y contuvo solo el 3% en peso de agua. El diagrama ternario expuesto en la figura 5, determinado experimentalmente a 30°C se refiere a la miscibilidad e inmiscibilidad de las composiciones que comprenden agua, metilacetato y acetato isobutílico, cuyos porcentajes de 0 a 100% en peso se representan respectivamente en los lados A, B y C del diagrama.

EJEMPLOS 3 y 4

15 Se repitieron los ejemplos 1 y 2 sometiendo el licor (1) a una decantación antes de entrar en la columna, tal como se representa en la figura 4; el agitador del tanque de sedimentación se puso en marcha a intervalos y la suspensión acumulada se recicló a la centrifugación (23). La cantidad de sólidos suspendida en las aguas madres decreció de este modo a menos del 0,03% en peso. El recicló (4) a la oxidación contuvo menos del 0,02% en peso de sólidos suspendidos. Los resultados obtenidos fueron mucho más satisfactorios que los de los ejemplos 1 y 2.

25 El rendimiento del ejemplo 3 fue del 95% (moles de ácido tereftálico por mol de xileno) y las propiedades del ácido tereftálico fueron las siguientes:

- carboxi-benzaldehído 1450 ppm
- color (color de una solución al 15% de ácido tereftálico en KOH 2N) 35 APHA
- transmisión de luz (luz de 340 milimicras a través de solución al 15% en peso de ácido tereftálico en KOH 2N) 58,7%

30 Luego se redujo la cantidad de carboxi-

-benzaldehido, por medio de un tratamiento de hidrogenación, a menos de 20 partes por millón; el ácido tereftálico purificado (APT obtenido de este modo tenía una transmisión de 95% en peso, fue "fiber-grande".

5 EJEMPLO 5

Se repitió el ejemplo 3 en forma sustancialmente idéntica, pero aumentando la cantidad del reciclo (4), para llevar de nuevo a la oxidación el 86% de los elementos catalíticos que entran en la columna de preanhidricación. Los resultados fueron sustancialmente comparables con los resultados del ejemplo 3.

= . =

REIVINDICACIONES

15 Descrito el objeto del presente invento se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones.

20 1.- Un procedimiento para la recuperación de catalizadores y disolventes en un método para la obtención de ácido tereftálico, esencialmente del tipo que comprende la oxidación de para-xileno en solución de ácido acético y en presencia de un sistema catalítico a base de manganeso, cobalto y bromo, con lo que se forma agua durante la oxidación, siendo la cantidad de agua en la mezcla
25 de oxidación líquida inferior al 10% en peso con respecto al ácido acético, con lo que se separa ácido tereftálico sólido de las aguas madres y con lo que se extrae de la zona de oxidación un líquido que se obtiene condensando los vapores liberados durante la oxidación y que está constituido,
30 do, fundamentalmente, por ácido acético y agua; caracterizado por que comprende reducir la cantidad de sólidos suspendidos en las aguas madres a menos del 0,30 % y

de preferencia a menos del 0,05% en peso, con respecto a las aguas madres, y porque sucesivamente dichas aguas madres se anhidrifican parcialmente, por medio de una destilación para reducir la cantidad de agua en las aguas madres parcialmente anhidrificadas por debajo de, por lo menos, el 5% en peso, con respecto al ácido acético, con lo que una porción del licor parcialmente anhidricado, conteniendo por lo menos el 50% del sistema catalítico, presente en las aguas madres originales, se recicla a la zona de oxidación, alimentándose la porción restante del licor parcialmente anhidricado como una purga a los tratamientos usuales para la separación y la regeneración del catalizador.

2.- Un procedimiento de conformidad con la reivindicación 1, caracterizado porque dicho líquido obtenido condensando los vapores liberados durante la oxidación y dichas aguas madres desprovistas de sólidos en suspensión se alimentan, ambos, a la misma zona de destilación.

3.- Un procedimiento de conformidad con la reivindicación 2, caracterizado porque la destilación se lleva a cabo en primer lugar en una columna de anhidricación parcial y en donde el vapor mas rico en agua, procedente de la cabeza de la columna, se alimenta a una segunda columna, en donde la destilación se lleva a cabo en presencia de un separador azeotrópico, de preferencia acetato isobutílico, con lo que la corriente que abandona el fondo de la segunda columna contiene no mas del 5% y, de preferencia, 3% en peso de agua, con respecto al ácido acético, y se recicla a la zona de oxidación.

4.- Un procedimiento de conformidad con la reivindicación 1, caracterizado porque la cantidad de agua en el licor parcialmente anhidricado es inferior al 1% en peso.

5.- Un procedimiento de conformidad con la

reivindicación 3, caracterizado porque las aguas madres se alimentan por encima de, por lo menos, la tercera cubeta de la columna de anhidrificación parcial.

5 6.- Un procedimiento de conformidad con la reivindicación 3, caracterizado porque dicha columna de anhidrificación parcial y la columna azeotrópica coincide en solo una columna, de la que se extrae ácido acético, que contiene menos del 5% en peso de agua y que se encuentra en forma de vapor.

10 7.- Un procedimiento de conformidad con la reivindicación 3, caracterizado porque el efluente de la cabeza de la columna azeotrópica se condensa y separa en dos fases, conduciéndose la fase acuosa, que es inferior a una columna de destilación que recupera el isobutil-acetato y el metil-acetato.

15 8.- Un procedimiento de conformidad con la reivindicación 7, caracterizado porque el efluente procedente de la cabeza de dicha columna de destilación se condensa parcialmente y se envía a un tanque separador, en donde los vapores constituidos sustancialmente por metil-acetato se separan de una fase líquida que contiene acetato isobutílico, que se recicla a la columna azeotrópica.

20 9.- Un procedimiento, de conformidad con la reivindicación 8, caracterizado porque a través de condensaciones subsiguientes se recupera metil-acetato, con un título de por lo menos el 90% en peso, de los vapores que abandonan la cabeza de la columna de destilación.

25 10.- Un procedimiento para la recuperación de catalizadores y disolventes en un método para la obtención de ácido tereftálico.

30

Según se describe y reivindica en la pre-

sente memoria descriptiva que consta de 19 hojas foliadas
y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 3 ABR. 1978

p.a.

p. p. JAIME ISEBN

firmado: JOSE F. NIETO

mc.

468499

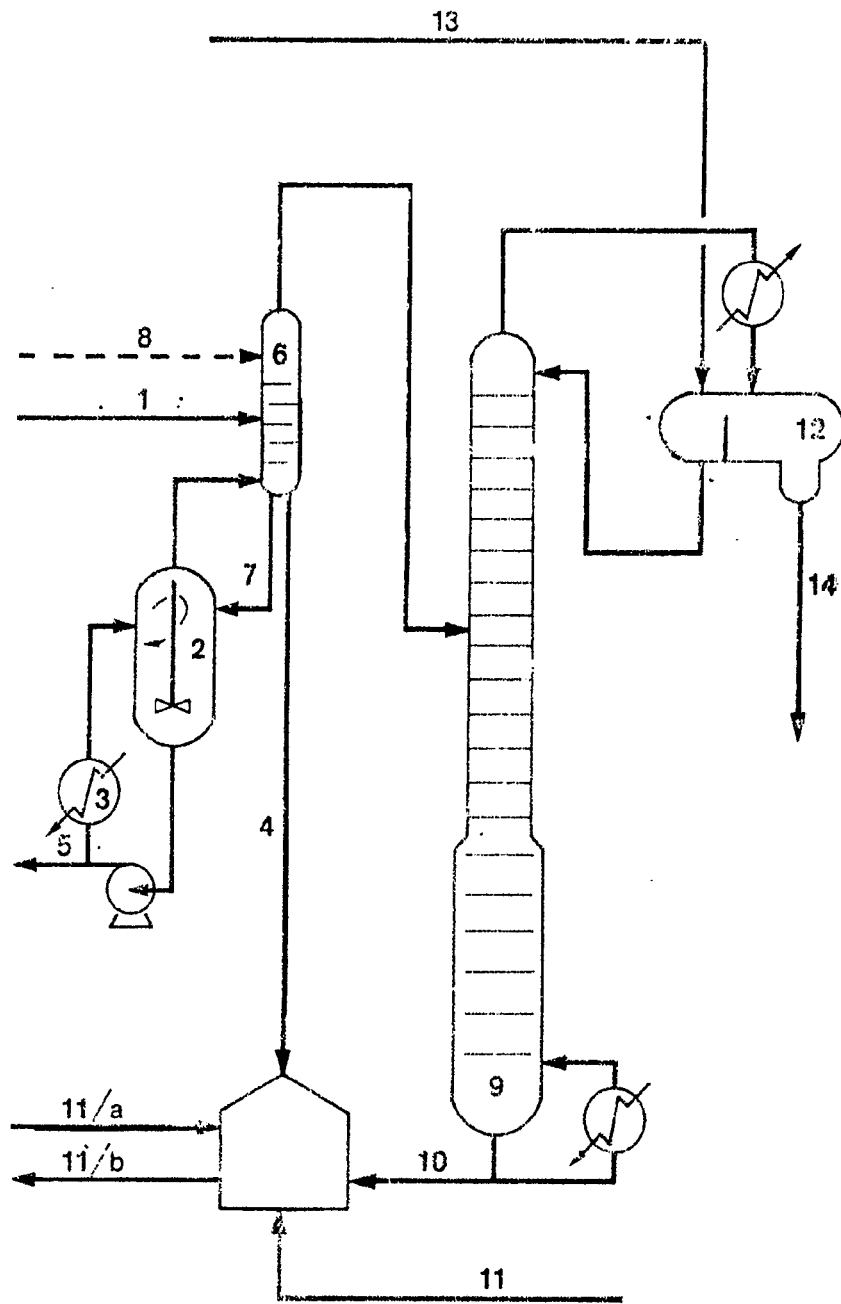


Fig. 1

MADRID. a
P. A.

JAIMESERN

P. P.

ESCALA VARIABLE.

Firmado: JOSE F. NIETO

463499

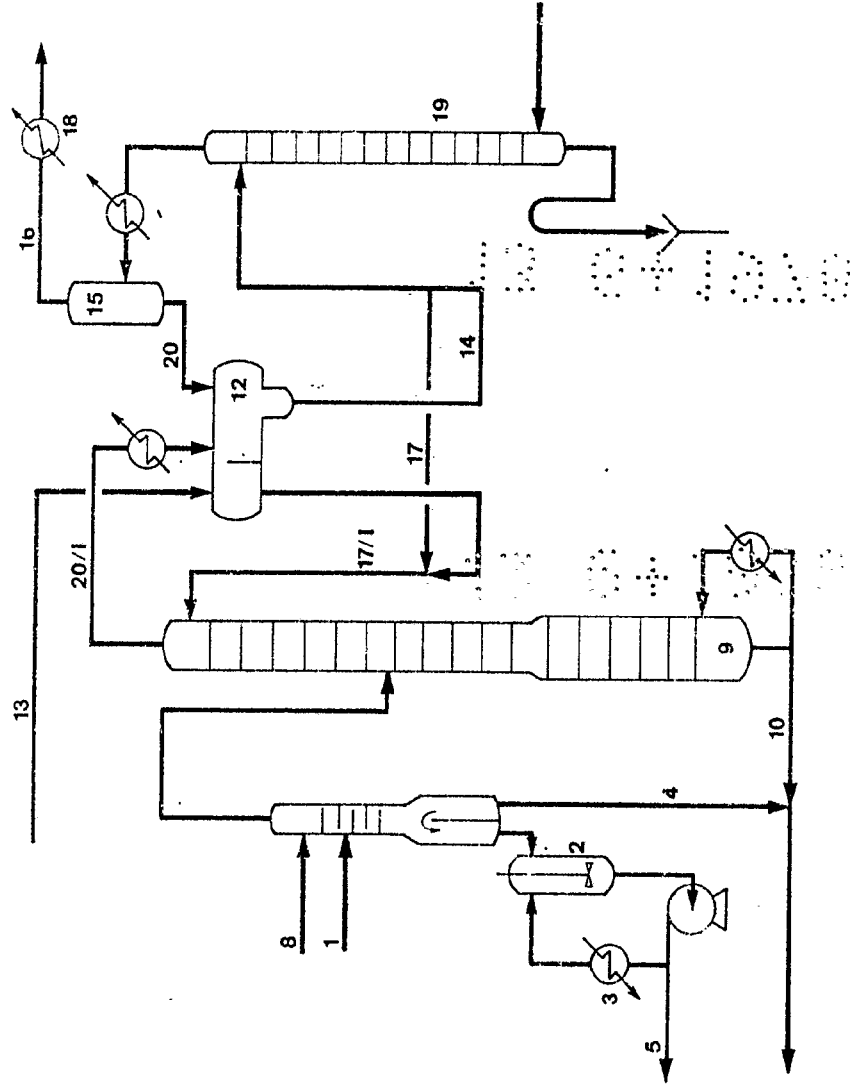
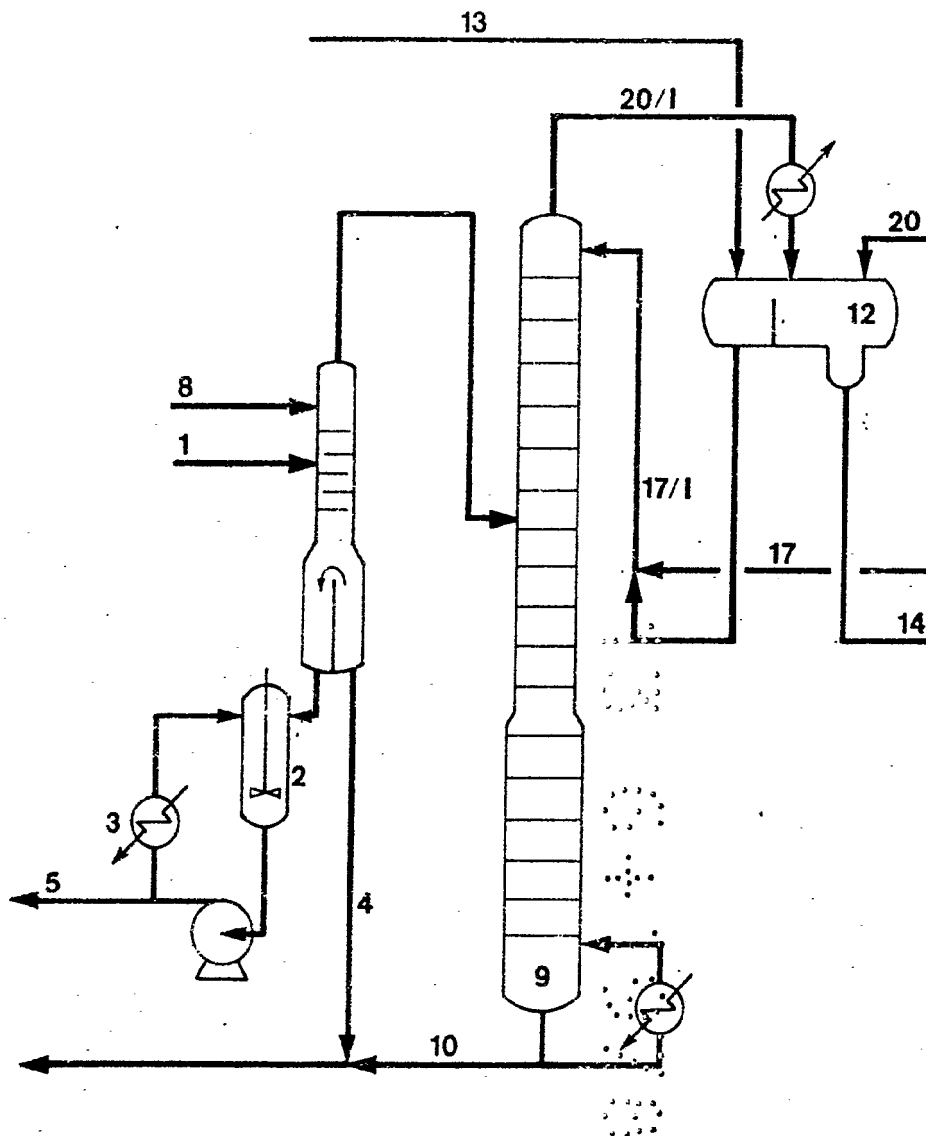


Fig. 2

MADRID. a
P. A.

JAIMÉ ISERN
P. P.

Elmódulo JOSÉ F. NIETO



468499

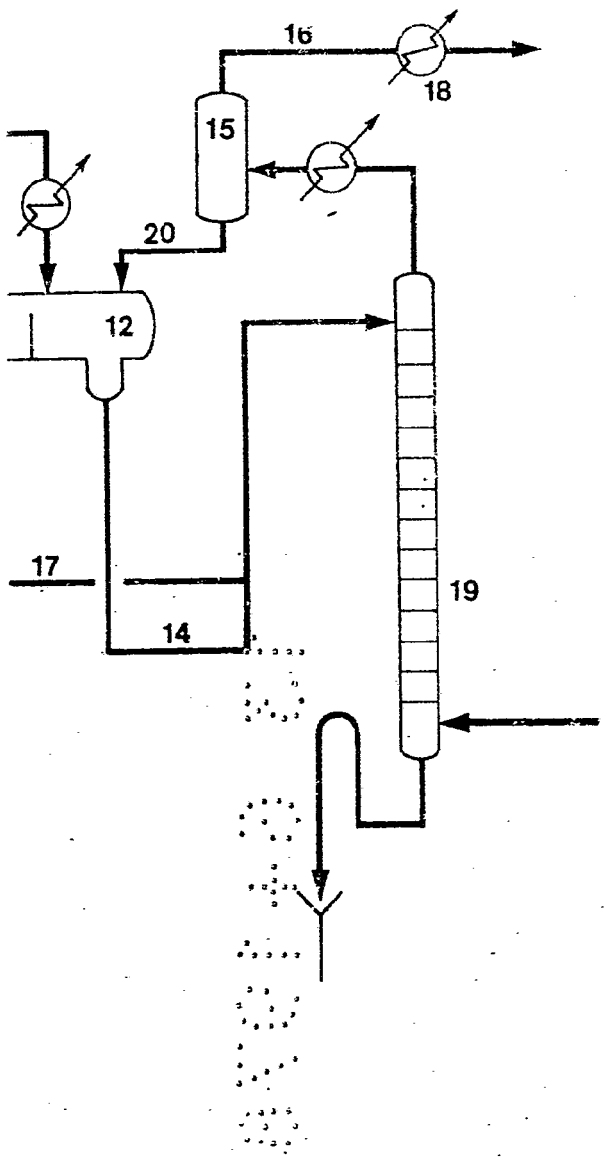


Fig.2

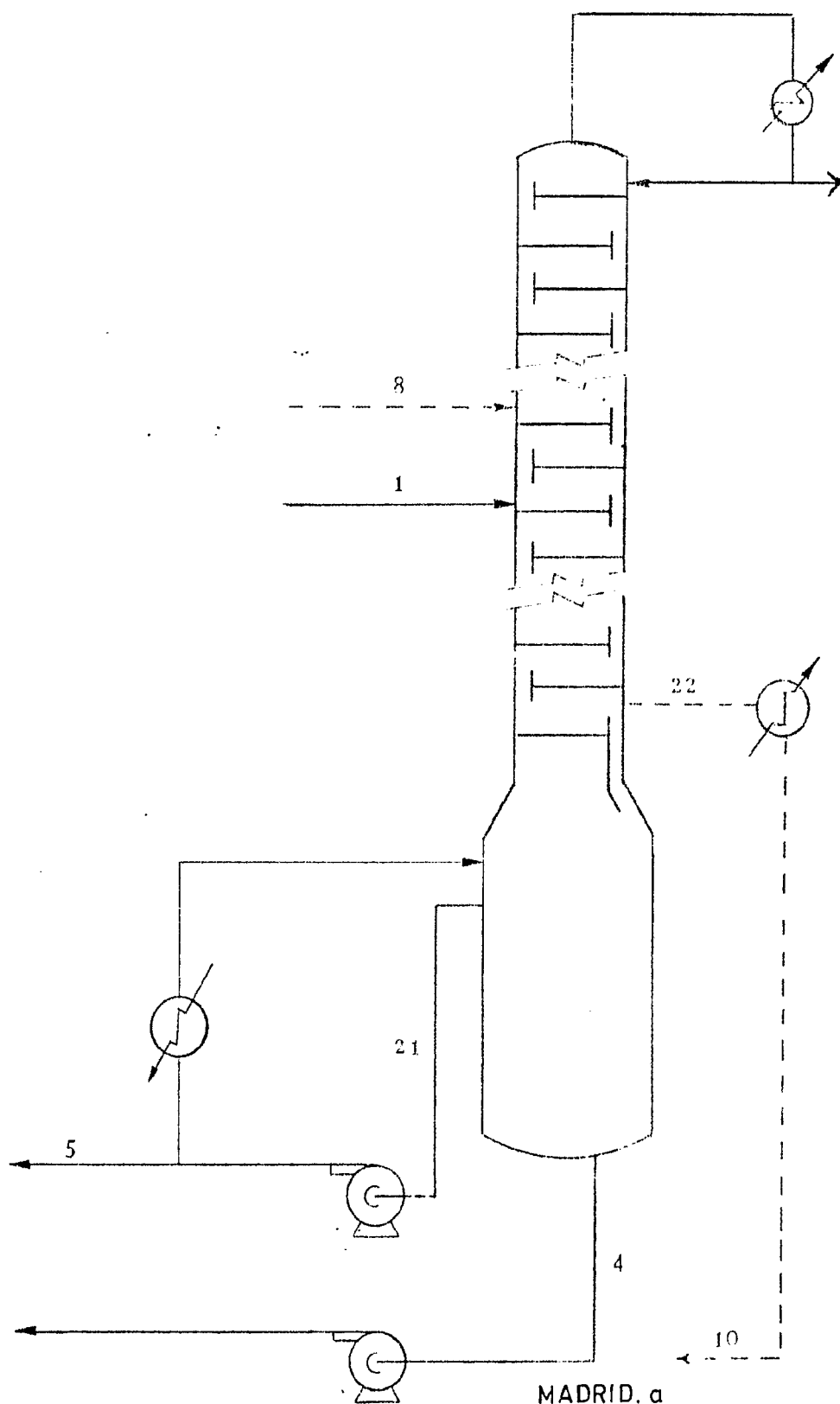
MADRID. a
P. A.

JAIME ISERN

p. p.

Firmado: JOSE F. NIETO

468499



MADRID. d
P.A.

JAIME ISERN

p. p.

ESCALA VARIABLE.

FIG. 3

Firmado: JOSE F. NIETO

468499

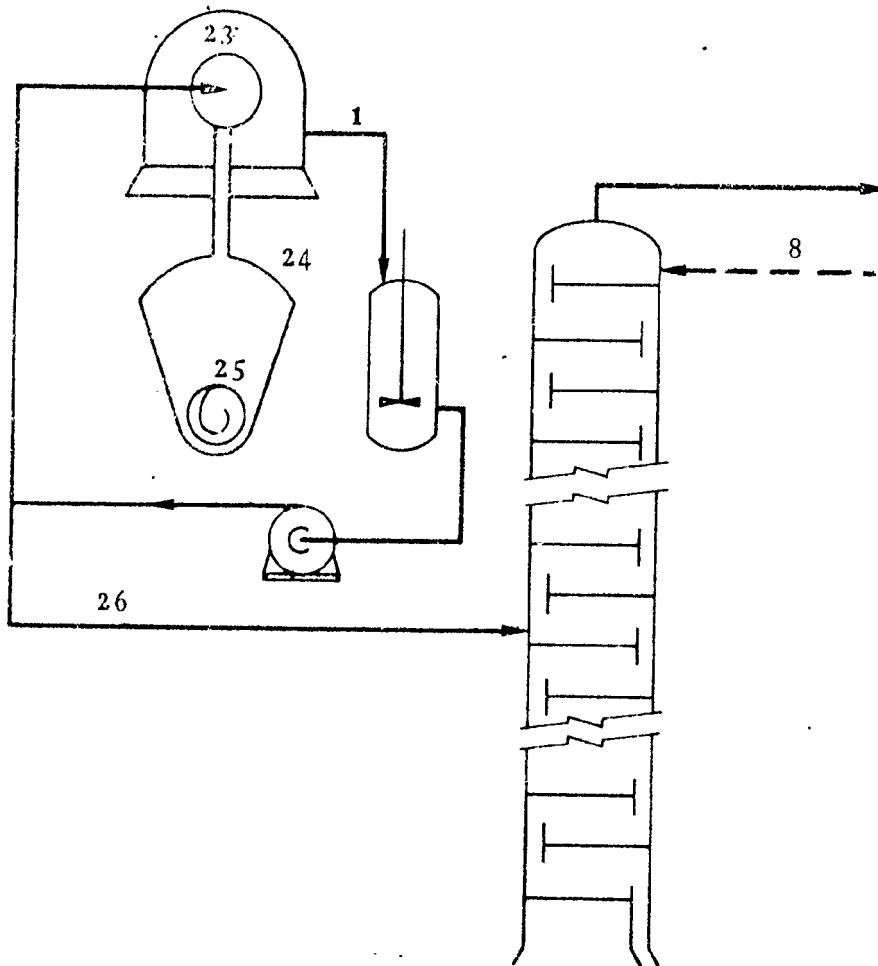


FIG. 4

MADRID. a
P.A.

JAIME ISERN
p. p.

ESCALA VARIABLE.

Firmado: JOSE F. NIETO

408499

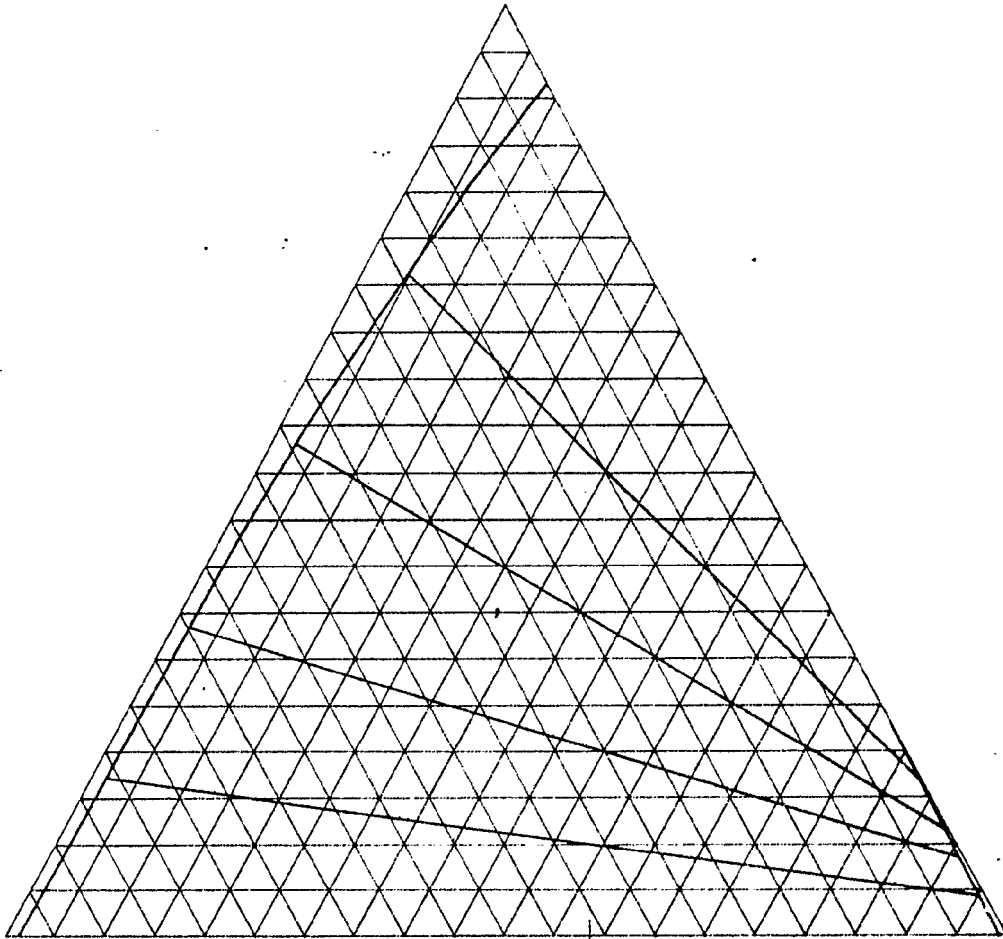


Fig.5

MADRID. a
P.A.

p. p. JAIME ISERN

ESCALA VARIABLE.

Firmado: JOSE F. NIETO