

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 399 301**

51 Int. Cl.:

**C07C 67/08** (2006.01)

**C07C 69/82** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **15.01.2008 E 08713139 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **28.11.2012 EP 2114854**

54 Título: **Producción de diésteres de ácido teraftálico**

30 Prioridad:

**30.01.2007 US 699652**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

**27.03.2013**

73 Titular/es:

**EASTMAN CHEMICAL COMPANY (100.0%)  
200 SOUTH WILCOX DRIVE  
KINGSPORT TN 37660, US**

72 Inventor/es:

**OSBORNE, VICKIE, HAYGOOD;  
TURNER, PHILIP, WAYNE y  
COOK, STEVEN, LEROY**

74 Agente/Representante:

**DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto**

**ES 2 399 301 T3**

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

**DESCRIPCIÓN**

Producción de diésteres de ácido tereftálico.

**Campo de la invención**

Esta invención se refiere a la preparación de diésteres de ácido tereftálico desde ácido tereftálico (TPA).

**5 Antecedentes de la invención**

Los diésteres de ácido tereftálico, como el tereftalato de di-(2-etilhexilo), también conocido como tereftalato de dioctilo o DOTP, se pueden usar como plastificantes en una variedad de materiales poliméricos tal como el poli(cloruro de vinilo). El DOTP se puede preparar mediante la transesterificación con catalizador de titanato del tereftalato de dimetilo (DMT) con 2-etilhexanol (EH). Las esterificaciones directas de TPA con EH bajo condiciones similares a las usadas para la transesterificación del DMT han producido velocidades de reacción lentas y problemas esporádicos de formación de espuma. El documento US-2002028963-A1 describe un proceso de esterificación donde el agua se elimina mediante destilación azeotrópica junto a un alcohol. El documento JP-60004151-A (JP-03004052-B) describe la reacción del TPA y el EH bajo presiones y temperaturas elevadas. El documento JP-20001031794-A describe la preparación de ésteres de ácido tereftálico mediante la reacción al menos de un alcohol monohídrico de C<sub>9</sub>-C<sub>18</sub> y 2-etilhexanol con ácido tereftálico. El agua formado durante la reacción se eliminó y el alcohol se separó y se recirculó al sistema. Finalmente, el documento US5532405 describe un proceso de esterificación multipasos que incluye la eliminación del agua y una porción del alcohol reactivo de la mezcla de la reacción.

El documento JP-2004300078 describe una esterificación de ácido tereftálico con 2-etilhexanol en presencia de un catalizador a presión atmosférica y una temperatura de 220°C.

El documento US-4675434 describe la esterificación del ácido tereftálico y alcohol dioctílico en presencia de 10-óxido de dibutilo a presión atmosférica y una temperatura de 180°C.

El documento US2004/030175 describe un proceso para la preparación de ésteres y ácidos polibásicos con alcoholes de C<sub>3</sub>-C<sub>12</sub> mediante esterificación directa en un reactor equipado con una columna de fraccionamiento.

25 La presente invención se refiere a un proceso para la preparación de diéster de ácido tereftálico mediante la esterificación de TPA con un alcohol a temperatura y presión normales. Esta realización comprende el contacto de TPA con un alcohol en presencia de un catalizador en una zona de reacción, donde el alcohol comprende al menos uno de un alcohol desde C<sub>6</sub> a C<sub>10</sub>, la presión es la atmosférica y la temperatura se mantiene en aproximadamente 180° a los 270°C. Por otra parte, este proceso emplea un reactor equipado con una columna de fraccionamiento que  
30 tiene de 3 a 6 etapas de eliminación de agua.

El proceso de acuerdo con la presente invención suministra el producto de diéster de ácido tereftálico deseable a buenas velocidades de reacción con altas conversiones del reactivo TPA sin problemas de formación de espumas observables.

**Breve descripción de los dibujos**

35 La Figura 1 muestra un reactor y una columna útil con el proceso acorde con la presente invención; y la Figura 2 muestra un reactor y columna alternativos.

**Descripción detallada**

40 Ejemplos de diésteres de ácido tereftálico que pueden ser producidos incluyen tereftalato de dihexilo, tereftalato de diheptilo, tereftalato de di-(2-etilhexilo), tereftalato de dioctilo, tereftalato de dibencilo, tereftalato de dinonilo, y tereftalato de didecilo.

El catalizador puede ser un compuesto soluble en la mezcla de reacción, p.ej., soluble en el alcohol y en el producto de diéster de ácido tereftálico. Por ejemplo, el catalizador puede ser un catalizador de titanio. Un ejemplo de un compuesto de titanio apropiado incluye tetraalcóxidos que tienen la fórmula Ti(OR)<sub>4</sub> donde la R es un grupo alquilo de 1 a 8 carbonos. La cantidad catalítica efectiva del compuesto de titanio es normalmente una cantidad que provee un intervalo de concentración de titanio [Ti] entre aproximadamente 10 y 2000 partes por millón en peso, 75-1000 partes por millón en peso, o 100-200 partes por millón en peso en la mezcla de reacción. El proceso de la presente invención se puede llevar a cabo de modo discontinuo, semicontinuo o continuo. En el modo discontinuo, se carga un matraz a presión agitado con TPA, EH y catalizador, se calienta y presuriza y la esterificación se lleva a cabo mientras un gas inerte se hace pasar a través de la mezcla de reacción. Una mezcla de alcohol/agua se retira y el alcohol se alimenta durante el curso del proceso al matraz de reacción. Al concluir el proceso, el producto de diéster de ácido tereftálico se recupera del matraz y se purifica de acuerdo con procedimientos convencionales. La operación continua implica una alimentación continuada o intermitente de TPA, alcohol y catalizador, eliminar alcohol continua o intermitentemente, mezcla de la reacción que contiene producto y agua, de un matraz presurizado

mantenido a una temperatura, presión y nivel del líquido predeterminada. La mezcla de la reacción que contiene producto se puede alimentar a uno o mas matraces de reacción secundarios donde la conversión de TPA y/o semíéster TPA al producto diéster se completa.

5 En una realización, se puede usar un reactor discontinuo o continuo para la conversión directa de TPA a un diéster de ácido tereftálico a presión y temperatura normal. El reactor puede ser una unidad simple, agitada y provisto con una columna de fraccionamiento de 3 a 6 platos, para eliminar agua ( y por tanto no requerirá el uso de gas inerte para la eliminación del agua) o puede contener múltiples puertos para la introducción de reactivos y retirada de producto.

10 Por ejemplo, el reactor puede estar equipado con una columna de fraccionamiento y puertos de acceso para cargar TPA, alcohol y catalizador. La eficiencia de la columna de fraccionamiento puede variar desde tantos como 6 platos a tan pocos como 3 platos, pero menos platos dará como resultado la formación de espuma de tal manera que la operación del proceso se dificulta. En la práctica, el reactor se carga con ácido tereftálico, alcohol en exceso, y una cantidad catalítica de un catalizador. Calentar y agitar la mezcla hasta reflujo da como resultado la eficaz eliminación del agua y la esterificación del TPA a un diéster de ácido tereftálico, tal como tereftalato de dioctilo (DOTP), también conocido como tereftalato de di-2-etilhexilo. Los componentes volátiles principalmente consisten en agua de la reacción y alcohol sin reaccionar. El agua se puede separar vía un decantador, y el alcohol se permite recircular a lo largo de toda la columna. La conversión a diéster de ácido tereftálico se completa esencialmente en seis a ocho horas, y el producto se puede filtrar para retirar trazas de TPA sin reaccionar para reciclar. El producto crudo (filtrado) después se neutraliza con NaOH al 2,5%, se lava con agua y se filtra. El alcohol en exceso se arrastra a presión reducida. Se puede emplear un tratamiento de carbón activo para reducir el color del producto final.

15 El número de platos de fraccionamiento está en el intervalo de tres platos teóricos de alta eficiencia (HETS del inglés "high-efficiency theoretical stages") a seis HETS, con un número ejemplar que minimiza la formación de espuma en el intervalo de 4 a cinco HETS. La cantidad de alcohol en exceso, como el 2-etilhexanol está en el intervalo de 25 por ciento en moles y 40 por ciento en moles, con una cantidad ejemplar de 40 por ciento en moles para facilitar la conversión a diéster. El alcohol sin reaccionar fácilmente se puede reciclar al proceso. El proceso se puede realizar en modo continuo añadiendo el TPA a un reactor apropiado mediante un tornillo alimentador y el catalizador 2-etilhexanol/TIPT como bomba de alimentación mezclada al, reactor agitado dotado con una combinación de columna de fraccionamiento/decantadora de tal manera que el agua de reacción se pueda retirar y el alcohol sin reaccionar se devuelva al reactor. El efluente de este reactor se puede pasar a una cadena de uno o más reactores de acabado donde continua la conversión a diéster de ácido tereftálico con eliminación del agua. El producto de esta reacción se puede procesar posteriormente y refinar mediante pasos que son compatibles con aquellos enumerados para el ejemplo discontinuo.

25 Los alcoholes que se pueden usar en esta realización pueden incluir al menos uno de un alcohol de C<sub>6</sub> a C<sub>10</sub>. Ejemplos de dichos alcoholes incluyen hexanol, ciclohexanol, heptanol, 2-etilhexanol (EH), ciclohexanometanol, isómeros del metilciclohexanometanol, octanol, nonanol, alcohol bencílico, 2-fenil etanol, y decanol. Por otra parte, ejemplos de tipos de diésteres de ácido tereftálico que se pueden producir incluyen tereftalato de dihexilo, tereftalato de diheptilo, tereftalato de di-(2-etilhexilo), tereftalato de dioctilo, tereftalato de dibencilo, tereftalato de dinonilo, y tereftalato de didecilo.

30 En esta realización, la presión se puede mantener a aproximadamente la presión atmosférica. Además, la temperatura en la zona de reacción se puede mantener a un intervalo de aproximadamente 150 a 270°C, con un intervalo de temperatura ejemplar de entre aproximadamente 170 a 200°C.

35 El catalizador puede ser un compuesto soluble en la mezcla de reacción, p.ej., soluble en el alcohol y en el producto diéster de ácido tereftálico. Por ejemplo, el catalizador puede ser un catalizador de titanio. Un ejemplo de un compuesto de titanio apropiados incluyen tetraalcoxidos de titanio que tienen la fórmula Ti(OR)<sub>4</sub> donde la R es un grupo alquilo de 1 a 8 átomos de carbono. Siendo un ejemplo el tetrakispropoxititanato el cual comúnmente es abreviado TIPT. La cantidad efectiva catalítica del compuesto de titanio generalmente es una cantidad la cual provee una concentración de titanio [Ti] en el intervalo de aproximadamente 10 a 2000 partes por millón en peso, de 75-1000 partes por millón en peso, o de 100-200 partes por millón en peso en la mezcla de reacción. Otros catalizadores apropiados incluyen tetrabutóxido de titanio, tetraetóxido de estaño, acetato de dimetilestaño, óxido de estaño, ácido butil estanoico, óxido de dibutilestaño, y tetrakispropóxido de circonio.

### Ejemplos

El proceso de acuerdo con las realizaciones descritas anteriormente es ilustrado adicionalmente por los siguientes ejemplos donde todos los porcentajes dados son en peso a no ser que se especifique de otra manera.

Ejemplo 1 (ejemplo de referencia)

55 El sistema reactor y la columna de destilación asociada se muestran en la Figura 1. El equipo consiste en una base de un litro 21 equipada con una manta calefactora 22, una barra magnética de agitado 23, un sensor de temperatura 27, y una columna de destilación 24. La columna anexa consiste en cuatro secciones 24a-d de columnas Oldershaw enteras de cristal, con camisa exterior de vacío con sensores de temperatura en cada sección 27a-d. La parte

## ES 2 399 301 T3

superior de la columna 24 esta equipada con una cabeza 25 que permite al azeótropo agua-2-etilhexanol condensarse y recogerse en un decantador 26. La capa superior de 2-etilhexanol se devolvió a la columna vía un tubo de desbordamiento, y el agua se recolectó para pesarla.

5 Se cargó la base de un litro 21 de la columna reactiva con 343,48 g (2,637 moles 25 % de moles en exceso, MW = 130,23) de 2-etilhexanol, 1,054 mol (175 g, MW = 166,13) de tereftalato purificado (PTA), y 200 ppm (0,1037 g) de tetraisopropoxitanato (TIPT). El decantador 26 se cargó con 36,6 g de 2-etilhexanol para compensar la eliminación del 25 % en moles en exceso del sistema por otro sitio. Se empezó el calentamiento, y la reacción avanzó como se señala a continuación:

| Base T | Plato 10 T | Plato 20 T | Plato 30 T | Plato 35 T | Agua, g | Tiempo Reacción, h |
|--------|------------|------------|------------|------------|---------|--------------------|
| 22,1   | 21,1       | 21,1       | 20,7       | 20,4       |         |                    |
| 138,4  | 21,3       | 21,1       | 20,7       | 20,5       |         |                    |
| 186,9  | 184,3      | 102,9      | 20,8       | 20,5       |         | 0,0                |
| 187,1  | 184,7      | 182,9      | 182,1      | 182,1      |         | 0,5                |
| 187,8  | 184,5      | 182,9      | 181,9      | 181,8      |         | 1,0                |
| 189,5  | 184,4      | 182,6      | 181,8      | 181,5      |         | 1,5                |
| 192,1  | 184,5      | 182,6      | 181,7      | 181,4      |         | 2,0                |
| 191,9  | 184,4      | 182,6      | 181,6      | 181,4      | 9,8     | 2,5                |
| 196,4  | 184,0      | 181,8      | 180,7      | 179,5      |         | 3,0                |
| 198,7  | 184,1      | 182,2      | 180,9      | 179,6      |         | 3,5                |
| 202,8  | 184,2      | 182,4      | 181,2      | 179,9      |         | 4,0                |
| 207,5  | 184,1      | 182,2      | 180,9      | 179,4      |         | 4,5                |
| 213,2  | 183,8      | 181,7      | 180,6      | 181,5      | 25,3    | 5,0                |
| 231,9  | 182,8      | 180,2      | 178,8      | 176,6      |         | 5,5                |
| 214,3  | 152,5      | 128,5      | 137,1      | 80,5       | 32,1    | 6,0                |
| 271,5  | 184,3      | 181,4      | 170,9      | 21,6       |         | 6,5                |
| 295,8  | 185,4      | 183,3      | 182,3      | 181,0      |         | 7,0                |
| 308,3  | 185,1      | 183,5      | 181,6      | 176,9      |         | 7,5                |
| 307,6  | 185,2      | 183,8      | 181,0      | 169,9      |         | 8,0                |
| 306,3  | 185,2      | 183,8      | 180,1      | 160,8      | 41,3    | 8,5                |
| 277,3  | 185,1      | 182,9      | 177,0      | 147,0      |         | 9,0                |

10 A través del curso de la reacción, no se observó formación de espuma. El total de agua eliminada fue 41,3 g. Se logró una recuperación del 98,5% de los materiales. El análisis del producto crudo fue como sigue:

## ES 2 399 301 T3

| Componente, % área        | 55-44-2 |
|---------------------------|---------|
| -etilhexanol              | 19,81   |
| DMT                       | 0,03    |
| MOTP                      | 0,05    |
| Isómero DOTP              | 0,19    |
| DOTP                      | 78,19   |
| Pico desconocido @ 11,185 | 0,58    |
| <br>                      |         |
| Número ácido, mg          | 0,242   |
| KOH/g                     | 2       |
| Calculado como % TPA      | 0,036   |
| Calculado como % ½ ester  | 0120    |

Este material no se procesó adicionalmente para obtener el producto final.

### Ejemplo 2

5 Se fabricó una configuración alternativa de reactor/destilación para ensayar el número mínimo de platos que proveerían velocidades satisfactorias y que no llevarían a la creación de espuma, la cual se ha observado uniformemente cuando se usa un fraccionamiento insuficiente. El sistema reactor modificado y la columna asociada de destilación 30 se muestra en la Figura 2. El equipo consiste en una base de un litro 31 equipada con una manta calefactora 32, barra magnética agitadora 33, sensor de temperatura 37, y columna de destilación 34. La columna anexa 34 consiste en una columna empaquetada Penn-State con 25,4 cm (10 pulgadas) de empaquetamiento. La parte superior de la columna 34 estaba equipada con una cabeza 35 que permitía al azeótropo agua-2-etilhexanol condensar y recolectarse en un decantador 36. La capa superior del 2-etilhexanol se devolvió a la columna vía un tubo de desbordamiento, y el agua se recolectó para pesarla.

15 La base de un litro 31 se cargó con 175,4 g (1,06 mol) de TPA, 386,5 g (2,96 moles, 40 por ciento en moles en exceso) de 2-etilhexanol y 0,2 g (355 ppm) de catalizador TIPT y se calentó la mezcla. Según la reacción procedía, el agua se retiro vía el decantador 36, y el 2-etilhexanol se devolvió vía desbordamiento de la parte superior desde el decantador 36.

| Tiempo de Reacción (horas) | Temp Base °C | Temp de Extracción °C | Agua de extraído |
|----------------------------|--------------|-----------------------|------------------|
| -                          | 33           | 25                    | 0                |
| 0,0                        | 181          | 84                    | 0                |
| 0,5                        | 182          | 177                   | 2,5              |
| 1,0                        | 183          | 177                   | 1,9              |
| 2,0                        | 185          | 177                   | 4,3              |
| 3,0                        | 187          | 178                   | 4,5              |
| 4,0                        | 191          | 177                   | 4,8              |
| 5,0                        | 195          | 176                   | 5,1              |
| 6,0                        | 201          | 175                   | 5,6              |
| 7,0                        | 212          | 173                   | 6,4              |
| 7,5                        | 224          | 180                   | 2,7              |
| 8,0                        | 225          | 182                   | 0,4              |

## ES 2 399 301 T3

El agua total eliminada fue 38,2 g (teóricamente 38,2 g). El producto de esta reacción fue refinado posteriormente para aislar el producto terminado.

Arrastre:

- 5 Se reemplazó la columna de 25,4 cm (10") con una columna Virgreux de 7,6 cm (3") para arrastrar el alcohol en exceso. Se empezó el calentamiento, y el arrastre comenzó según sigue:

| Tiempo (horas) | Temp Base °C | Temp de Extracción °C | Vacío, KPa (torr) |
|----------------|--------------|-----------------------|-------------------|
| 0,0            | 26           | 24                    | 1,8 (14)          |
| 0,5            | 100          | 79                    | 1,7 (13)          |
| 1,0            | 172          | 76                    | 1,6 (12)          |
| 1,5            | 166          | 39                    | 1,6 (12)          |

Neutralización, Filtración, Secado, Tratamiento de Carbono, y Filtración:

- 10 Se enfrió a 90°C y se cargó en un matraz de fondo redondo de 1l. Se cargó a 80°C 150g de NaOH al 2,5%, se calentó de nuevo a 80° C agitando vigorosamente (30 min). A la temperatura paró la agitación y se dejó reposar 30 minutos. Se decantó y descartó la capa más baja acuosa, luego se cargó 150 g de agua desmineralizada en el recipiente, se agitó suavemente y se calentó de nuevo a 80°C para un lavado de agua. Se repitió el lavado después de decantar. Se filtró a vacío el producto después de los lavados de agua a través de un filtro circular de fibra de vidrio recubierto con un auxiliar del filtrado de dicalita y después se dejó el filtrado para secado. Se secó el filtrado a 150°C a 1mmHg durante 1,5 horas, se dejó enfriar a 90°C y se cargó 0,7g de carbono. Se agitó a la temperatura durante 1 hora después se filtro a vacío a través de un filtro de fibra de vidrio circular y recubierto con un auxiliar del filtrado de dicalita. Se retuvo el filtrado como producto. Peso 350,1 g. Color (PCS): 5. Análisis de cromatografía de gas (porcentaje de área sin corregir):
- 15

| Muestra          | 2-etilhexanol | Desconocido | Isómeros DOTP | DOTP   |
|------------------|---------------|-------------|---------------|--------|
| Producto crudo   | 25,95%        | 0,31%       | 0,40%         | 72,96% |
| Producto acabado | 0,04%         | 0,33%       | 0,49%         | 98,76% |

Ejemplo 3

- 20 El experimento descrito antes se repitió con un empaquetamiento Penn-State de 12,7 cm (5") en vez del empaquetamiento de 25,4 cm (10"). Se usaron la mismas cantidades de los materiales. Durante esta serie se observó más formación de espuma en la base, pero fue manejable si el índice de reflujo se controlaba. Condiciones de la serie:

| Tiempo de Reacción (h) | Temp Base °C | Temp de Extracción °C | Volumen de extraído |
|------------------------|--------------|-----------------------|---------------------|
| -                      | 108          | 23                    | -                   |
| 0,0                    | 180          | 59                    | 0                   |
| 1,0                    | 183          | 180                   | 4,2                 |
| 2,0                    | 184          | 179                   | 4,2                 |
| 3,0                    | 187          | 178                   | 4,6                 |
| 4,0                    | 190          | 178                   | 4,5                 |
| 5,0                    | 194          | 178                   | 4,9                 |
| 6,0                    | 200          | 176                   | 5,8                 |
| 7,0                    | 212          | 173                   | 7,3                 |
| 8,0                    | 224          | 182                   | 2,4                 |

Se recogió un total de 37,9 g de agua.

## ES 2 399 301 T3

Arrastre:

La columna se reemplazó con una columna Vigreux de 7,62 cm (3") para arrastrar el alcohol en exceso bajo las siguientes condiciones:

| Tiempo de Arrastre, h | T Base, °C | T de Extracción, °C | Vacío, KPa (torr) |
|-----------------------|------------|---------------------|-------------------|
| 0,0                   | 25         | 24                  | 1,7 (13)          |
| 0,5                   | 25         | 24                  | 1,7 (13)          |
| 1,5                   | 113        | 82                  | 1,8 (14)          |
| 2,0                   | 157        | 72                  | 1,8 (14)          |

Neutralización, Filtración, Secado, Tratamiento de Carbono, y Filtración:

- 5 Se repite como se describe en el Experimento 2 para dar 357,4 g de producto.

Análisis:

| Muestra          | % 2-EH | Desconocido | Isómeros DOTP | DOTP   |
|------------------|--------|-------------|---------------|--------|
| Producto Crudo   | 25,43% | 0,26%       | 0,36%         | 73,61% |
| Producto acabado | 0,03%  | 0,33%       | 0,61%         | 98,80% |

Ejemplo Comparativo 4

La reacción se repitió sin columna en el reactor. La cabeza decantadora se añadió directamente al aparato mostrado en la Figura 2. Se usaron las mismas cantidades de los materiales. Las condiciones para esta serie así como los comentarios respecto a la formación de espuma fueron como siguen:

10

| Tiempo de Reacción (h) | Temp. Base °C | Temp de Extracción, °C | Volumen extraído (g) | Comentarios  |
|------------------------|---------------|------------------------|----------------------|--|
| -                      | 64            | 24                     | -                    |  |
| 0,5                    | 174           | 165                    | -                    | Tiempo de inicio de la reacción, agua en evolución; salida de Camile 50%   |
| 1,0                    | 175           | 163                    | -                    |  |
| 1,5                    | 176           | 151                    | 5,4                  | Agua extraída en X-29455-185-01  |
| 2,0                    | 177           | 160                    | -                    | La temperatura de Extracción tiene subidas, fue de 150°C disparado a 160°C; no se observó formación de espuma en esto. |
| 2,5                    | 178           | 154                    | 5,6                  |  |
| 3,0                    | 180           | 149                    | -                    |  |
| 3,5                    | 182           | 163                    | 5,9                  |  |
| 4,0                    | 186           | 175                    | -                    | Salida de Camile a 80, se consigue mejor reflujo; la formación de espuma en la parte alta del cuello del filtro.       |
| 4,5                    | 189           | 175                    | 7,1                  |  |
| 5,0                    | 191           | 178                    | 3,6                  | Formación de espuma en la junta.   |
| 5,5                    | 196           | 178                    | 4,4                  | Formación de espuma en la parte superior del decantador en el termómetro de Extracción.                                |

## ES 2 399 301 T3

| Tiempo de Reacción (h) | Temp. Base °C | Temp de Extracción, °C | Volumen extraído (g) | Comentarios   |
|------------------------|---------------|------------------------|----------------------|---|
| 6,5                    | 204           | 173                    | 3,5                  |   |
|                        | 216           | 179                    | -                    | A 1:40 no formación de espuma   |
| 7,0                    | 215           | 181                    | 2,1                  | En extracción total 37,6g; no formación de espuma excepto cuando se produjo agua. |
| 7,5                    | 219           | 184                    | -                    |   |
| 8,0                    | 219           | 184                    | -                    | Recipiente muestreado como en X-29455-185-02                                      |

El arrastre y el tratamiento se llevaron a cabo como se describe anteriormente para dar 353,5 g del producto acabado. Análisis de la mezcla de reacción y el producto:

| Muestra          | % 2-EH | Desconocido | Isómeros DOTP | DOTP   |
|------------------|--------|-------------|---------------|--------|
| Producto Crudo   | 26,43% | 0,32%       | 0,39%         | 72,61% |
| Producto acabado | 0,28%  | 0,38%       | 0,58%         | 98,46% |

**REIVINDICACIONES**

1. Proceso para la preparación de un diéster de ácido tereftálico, que comprende:  
poner en contacto ácido tereftálico (TPA) con al menos un alcohol en presencia de un catalizador en un reactor,  
donde el alcohol es un alcohol de C<sub>6</sub>-C<sub>10</sub>,
- 5 se mantiene la presión total a aproximadamente la presión atmosférica,  
se mantiene la temperatura a 150°C a 270°C,  
el reactor está equipado con una columna de fraccionamiento para eliminar agua, y  
la columna de fraccionamiento tiene entre 3 a 6 platos.
- 10 2. El proceso de acuerdo con la Reivindicación 1, donde el alcohol se selecciona de un grupo que consiste en hexanol, heptanol, 2-etilhexanol, octanol, nonanol, y decanol y el diéster de ácido tereftálico se selecciona del grupo que consiste en tereftalato de di-(hexilo), tereftalato de di-(heptilo), tereftalato de di-(2-etilhexilo), tereftalato de di-(octilo), tereftalato de di-(bencilo), tereftalato de di-(nonilo), y tereftalato de di-(decilo).
3. El proceso de acuerdo con la Reivindicación 2, donde el alcohol es 2-etilhexanol y el diéster de ácido tereftálico es tereftalato de di-(2-etilhexilo).
- 15 4. El proceso de acuerdo con la Reivindicación 1, donde el catalizador es un catalizador de titanio.
5. El proceso de acuerdo con la Reivindicación 4, donde el catalizador de titanio es tetraalcóxido de titanio que tiene la fórmula Ti(OR)<sub>4</sub> donde la R es un grupo alquilo de 1 a 8 átomos de carbono.
- 20 6. Proceso de acuerdo con la Reivindicación 5, donde el catalizador tetraalcóxido de titanio tiene la fórmula Ti(OR)<sub>4</sub> donde la R es un grupo alquilo de 1 a 8 átomos de carbono y la concentración del catalizador en la mezcla de reacción es una cantidad la cual provee una concentración de titanio [Ti] de 50 a 200 partes por millón en peso.



