

207970



207970

MEMORIA DESCRIPTIVA

DE UNA PATENTE DE INVENCION, POR VEINTE AÑOS EN ESPAÑA, A  
FAVOR DE UNION CHIMIQUE BELGE S.A., de nacionalidad Belga,  
residente en Drogenbosch, (Bélgica).

sobre:

"PROCEDIMIENTO DE PURIFICACION Y DE DOCOLORACION DEL ANHIDRI-  
DO PHTALICO".

oooooooooooo



El anhídrido phtalico es obtenido en gran cantidad por oxidación selectiva de la naftalina o del orto-xileno en presencia de un catalizador. El producto así preparado contiene numerosas impurezas, tales como quininas y productos resinosos de polimerización. El producto bruto es apropiado, sin embargo, para ciertas aplicaciones. Para otras, es preciso cada vez más un producto perfectamente incoloro, que se modifique, incluso después de un calentamiento prolongado. El Anhídrido phtalico utilizado para la preparación de las resinas alquidas o de plastificantes debe particularmente satisfacer esta condición.

Se han propuesto ya diversos procedimientos para mejorar las propiedades del anhídrido phtalico bruto, pero se ha comprobado que los resultados obtenidos varían grandemente de un anhídrido al otro. Parece que la composición del catalizador utilizado para la oxidación selectiva tiene una influencia sobre la eficacia de los diferentes procedimientos de purificación y decoloración de producto en bruto. Si por ejemplo, se emplea un catalizador constituido por óxido de vanadio, sílico precipitada y sulfato de potasio, no se llega sino a una decoloración imperfecta aplicando los procedimientos conocidos. En ciertos casos, se comprueba incluso un aumento de la coloración.

La presente invención se refiere a un procedimiento de purificación y de decoloración del anhídrido phtalico



obtenido por oxidación selectiva en presencia de un catalizador de composición cualquiera. Este procedimiento consiste en una serie de tres operaciones, a la cual es sometido el producto en bruto, comprendiendo un calentamiento en presencia de nitrato de amonio, una destilación o presión atmosférica y un arrastre en una corriente de gas con condensación fraccionada.

La primera operación, el calentamiento del anhídrido ftálico bruto con nitrato de amonio, es efectuada en un recipiente provisto de un condensador a reflujo. El calentamiento es regulado de forma que se eviten las pérdidas de material por escape de vapores, si bien asegurado un reflujo muy vivo. La cantidad de nitrato de amonio a emplear depende de la calidad del anhídrido ftálico a tratar.

Es preciso generalmente de un 0.5 a un 5% del peso del anhídrido. Para un producto de mediana calidad, la adición de alrededor del 1% es suficiente, pero en otros casos, es preciso llegar al límite superior o incluso sobrepasarlo.

La experiencia muestra que es ventajoso introducir el nitrato de amonio cuando la temperatura del anhídrido ha alcanzado alrededor de 260° C. Si sobrepasa esta temperatura, el nitrato se descompone bruscamente, formando óxidos de nitrógeno y no se logra el efecto deseado. Por otra parte, si se introduce el nitrato de amonio a



temperaturas netamente más bajas, se comprueba que es necesario aumentar sensiblemente la cantidad de sal para lograr la decoloración deseada.

- 5.- La duración de la operación está comprendida entre 4 y 6 horas; la misma puede ser aumentada o disminuida según las condiciones del trabajo. Conviene hacer presente que el nitrato de amonio no deja ningún residuo fijo en el producto tratado.
- 10.- La segunda operación, la destilación a presión atmosférica del anhídrido ftálico que ha sufrido el primer tratamiento, tiene por objeto separar el mismo de las fracciones pesadas y coloreadas así como de los productos de polimerización. La destilación es efectuada con un reflujo tan reducido como sea posible y no exige mayor tiempo. Se la detiene cuando el producto destilado comienza a tomar un tinte amarillento. Lo que queda en el aparato es unido a una nueva carga y sometido de nuevo al tratamiento por el nitrato de amonio. Las dos primeras operaciones pueden ser ejecutadas en el mismo aparato, bastando suprimir la acción del condensador de reflujo haciendo pasar en este vapor.
- 15.-
- 20.-
- 25.- La tercera operación, finalmente, consiste en un arrastre de los vapores del anhídrido ftálico por mediación de una corriente de aire caliente. El anhídrido es calentado un poco por encima del punto de fusión. Al principio de la operación, la temperatura no sobrepasa



- los 1502 C. la misma sube progresivamente hasta los 1802 C. Es ventajoso añadir una pequeña cantidad de un agente reductor, por ejemplo un 0'2% de hidrosulfito de sodio. La
- 5.- condensación de los vapores se hace en una serie de varias cámaras guarnecidas de un metal o de otra materia inerte para el anhídrido phtalico. En la primera, se recoge el producto más puro, incoloro e inodoro, que es apropiado para cualquier uso. En las otras, el mismo es un poco más
- 10.- coloreado, pero se le puede utilizar para ciertas aplicaciones en que las prescripciones de pureza y de coloración sean menos severas. También se puede reenviar este producto bien a un nuevo arrastre de vapores, bien a un nuevo tratamiento por medio del nitrato de amonio.
- 15.- El procedimiento objeto de la presente invención puede ser aplicada a un producto que ya haya sufrido una depuración cualquiera previamente. También, la presente invención comprende la posibilidad de intercalar tratamien-
- 20.- to cualquiera en la serie de la tres operaciones descritas anteriormente.

EJEMPLO.

- Se ha tratado según el procedimiento descrito, un anhídrido phtalico bruto fuertemente coloreado de una
- 25.- pureza de alrededor del 97% y que contiene 2'5% de quinonas utilizando para la primera operación alrededor de 1'3 partes de nitrato de amonio para 100 partes de anhídrido phtalico. Después de la tercera operación, las quinonas



han practicamente desaparecido y la pureza sobrepasa el 99'5 %  
La coloración ha sido determinada por el método de Hazen (véase  
se A.S.T.M. Standards 1949, parte 4, páginas 369-70 D 365-39).  
La coloración del anhídrido bruto sobrepasa la cifra de 500;  
la de una muestra media del producto purificador y decolorado  
cae a menos de 50 y para las mejores fracciones corresponden  
a 20.

Cabe introducir en la forma de realización anteriormente  
descrita modificaciones, que se consideran comprendidas  
en la esencia de esta invención, que se reivindica en la si-  
guiente

NOTA

En resumen; la presente patente de invención recaerá  
sobre las siguientes reivindicaciones:

1ª.- Procedimiento de purificación y decoloración  
del anhídrido phtalico, caracterizado porque el anhídrido phta-  
lico, obtenido por oxidación selectiva de la naftalina o del  
orto-xileno, en bruto, es sometido a una serie de tres opera-  
ciones, que comprende un calentamiento a reflujo en presencia  
de 0'5 a 5 por ciento de nitrato de amonio, una destilación a  
la presión atmosférica y un arrastre en la corriente de gas ca-  
liente con condensación fraccionada del producto purificado.

2ª.ª "PROCEDIMIENTO DE PURIFICACION Y DE DECOLORA-  
CION DEL ANHIDRIDO PHTALICO".

Según se describe en la presente memoria, que consta  
de seis hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid a 25 de febrero 1953