

224006 16



PATENTE DE INVENCION

Your Case Nº 212 Spain.

224006

MEMORIA DESCRIPTIVA

sobre:

"Procedimiento para la obtención de anhídrido ftálico
partiendo de ácido ftálico".

=====

Solicitantes : CHEMPATENTS, Inc., entidad norteamericana,
residente en 2, Park Avenue, NUEva York, 16,
(N.Y.), EE. UU. de A.

=====

- Este invento se refiere a procedimientos para
para la obtención de anhídrido ftálico, partiendo de ácido
ftálico, en los que el agua contenida en el ácido se
elimina por tratamiento con calor y mediante destilación,
5. y especialmente a un procedimiento de esta naturaleza
que se aplica en presencia de un ácido alifático inferior,
monocarboxílico, con 2 a 8 átomos de carbono en la
molécula, tal como el ácido acético, que sea fácilmente
separable del anhídrido ftálico, por destilación.
10. El anhídrido ftálico ha obtenido un éxito comer-



- cial, considerable. Puede prepararse por la oxidación catalítica, en fase de vapor, del naftaleno o del ortoxileno. En algunos casos, el producto bruto así obtenido puede purificarse por destilación; sin embargo,
15. cuando se encuentran presentes impurezas tales como las "ftalidas", la purificación resulta especialmente difícil. El ácido ftálico puede prepararse también por la oxidación, en fase líquida, por medio del ácido nítrico, de los bencenos dialkílicos inferiores que contengan una
20. proporción apreciable del isómero orto; la separación o concentración de los ácidos ftálicos y la ulterior conversión del ácido ftálico en anhídrido ftálico. En algunos casos, la mezcla de ácidos ftálicos puede ser tal que calentando y deshidratando el ácido ftálico, se obtenga
25. una mezcla líquida resultante de la que pueda extraerse el anhídrido ftálico por filtración o extracción selectiva con un disolvente tal como la acetona.

- Mediante ensayos se ha comprobado que en el tratamiento del ácido ftálico por calor y destilación,
30. para preparar el anhídrido ftálico, puede presentarse una molesta obstrucción de la columna, aproximadamente en la zona de temperaturas a que se solidifica el anhídrido ftálico, pero el agua permanece en estado de vapor. Esto tiende a dar un producto de calidad más pura,
35. rendimientos menores, y puede ser especialmente peligroso desde el punto de vista operativo.

- Los descubrimientos asociados con este invento y que se refieren a la solución de los problemas anteriores, y los objetivos conseguidos, de acuerdo con este invento,
40. comprenden los siguientes: El facilitar un procedimiento



- para la preparación de anhídrido ftálico partiendo de ácido ftálico, por tratamiento mediante calor y destilación para retirar del ácido el agua que contiene, en el que dicho procedimiento se realiza en presencia de un ácido
45. alifático carboxílico que tenga de 2 a 4 átomos de carbono en la molécula y sea practicamente inerte al cambio químico en el sistema; el proporcionar un procedimiento de esta índole, en el que se trata del modo indicado un producto bruto de ácido ftálico en forma
50. de una torta de filtro húmeda con ácido acético, y el anhídrido ftálico se separa como residuo de alambique, y otros objetivos que resultarán aparentes como detalles o modalidades de este invento y que se exponen a continuación.
55. Para facilitar la clara comprensión de este invento, se describen detalladamente las aplicaciones específicas siguientes:
- EJEMPLO 1.
- Puede obtenerse una mezcla bruta de ácido
60. ftálico por la oxidación de un ortoxileno comercial (88% orto, 4,7% meta, 1,5% para, y alrededor de 6% de otros materiales) mediante ácido nítrico, por métodos conocidos, o como variante, por oxidación catalítica, en fase líquida, con aire, empleando alrededor de 75
65. partes en peso de xileno, 125 partes de ácido acético glacial y de 1 a 2 partes en peso, aproximadamente de bromuro de manganeso catalizador, a una temperatura de 180 a 190°C. aproximadamente, a una presión de alrededor de 400 psig. (libras por pulgada cuadrada, manométricas)
70. haciendo pasar aire a través de la mezcla a razón



de unos 2 litros por hora, por gramo de carga en el reactor, con agitación. El ácido ftálico sólido producido, puede lavarse con ácido acético glacial y proporciona una torta de filtro mojada con el ácido acético.

75. Este material se calienta en un recipiente con una columna de destilación con reflujo de ácido acético, a la presión atmosférica; la deshidratación empieza a una temperatura de unos 120°C en el recipiente y continúa hasta que en éste la temperatura asciende a 290°C.

80. (deshidratación terminada). Se destila la parte superior, eliminándose el vapor de agua y el ácido acético se somete el reflujo. Se continúa la calefacción hasta eliminar toda el agua contenida, la cual puede determinarse sacando muestras del contenido de la vasija

85. de destilación, u observando la ausencia de agua en la parte superior. El contenido del recipiente de destilación se retira y se filtra en caliente para separar el anhídrido ftálico fundido de los ácidos isoftálico y tereftálico que aquel contiene, y luego se purifica

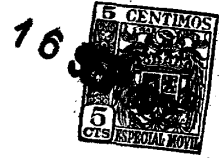
90. el anhídrido ftálico bruto, por destilación a una temperatura del vapor del orden de 160 a 170°C., y a una presión de unos 25 mm. de mercurio.

De este modo, se obtiene alrededor del 95% del contenido de ácido ftálico de la mezcla bruta de reacción, en forma de anhídrido ftálico de pureza comercial.

95.

La presencia del ácido acético facilita la eliminación del agua contenida en el ácido ftálico en condiciones convenientes de temperatura y presión, o como variante en un grado establecido para un grupo dado

100.



de condiciones de presión y de temperatura. Una gran ventaja resultante de la presencia de ácido acético en cantidad suficiente, es que no se acumulan sólidos en la columna fraccionadora. Así, el agua puede eliminarse rápidamente y con facilidad, mientras el anhídrido ftálico vaporizado se condensa y retorna al recipiente.

105.

La aplicación de un procedimiento de esta naturaleza en condiciones practicamente análogas pero sin ácido acético, se traduce en una deshidratación más lenta, y puede dar lugar a un depósito de sólidos en la zona de temperaturas en las que el agua se encuentra todavía en estado de vapor, pero el anhídrido ftálico se condensa al estado sólido, interrumpiendo en alto grado la circulación de materiales y constituyendo un peligro operativo.

110.

115.

EJEMPLO 2.

Se sigue el procedimiento del ejemplo 1, excepto que el ácido alifático es el ácido isovalérico. Se obtienen rendimientos análogos. Sin embargo, existe una ventaja adicional en el trabajo, dado que el ácido valérico puede condensarse junto con el agua en la parte superior, formando el ácido líquido una fase separada en contacto con el agua líquida. Esta fase de ácido valérico se separa y vuelve a tratarse en la columna fraccionadora.

120.

Se obtienen resultados comparables a los anteriores, con varias modificaciones introducidas tales como las siguientes. El ácido monocarboxílico alifático inferior, puede ser el acético, el propiónico normal, el isobutírico o butírico secundario, el pentanóico, el hexanóico, el heptanoico o el octanoico, estables en el sistema, y pueden usarse mezclas de los mismos. La mezcla tratada

125.

130.



- puede contener de 10 a 100% de ácido ftálico. El anhídrido ftálico bruto puede retirarse como residuos de la columna de deshidratación, y separarlo de los mismos; por ejemplo,
135. por filtración para separar las impurezas sólidas, o por extracción selectiva con disolventes para extraer el anhídrido ftálico; los disolventes adecuados para este objeto son, en entre otros, la acetona, la metil-etil-cetona y el benceno, etc. La columna fraccionadora se
140. construye de material resistente a la corrosión, tal como acero inoxidable. La calefacción y destilación puede realizarse a una temperatura del orden de 120 a 300°C. en el fondo, con preferencia de 120 a 180°C. La temperatura en la parte superior es del orden de 40 a 120°C.
145. con preferencia de 90 a 118°C. y la presión en esa zona es de 50 a 800 mm. de mercurio con preferencia de 500 a 760 mm. de mercurio. La proporción de ácido alifático inferior a ácido ftálico, puede ser del orden de 0,1 a 2,0 mols de ácido alifático por mol. del ácido ftálico,
150. con preferencia, de 0,5 a 1,5 mols.

- En vista de la descripción anterior, los peritos en la materia comprenderán la posibilidad de introducir modificaciones y variaciones en el procedimiento; se trata de que todas ellas queden comprendidas en el campo
155. de este invento, excepto en el caso de no quedar cubiertas por las reivindicaciones siguientes.

N O T A

- Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica,
160. debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente,



indicadas, son susceptibles de modificaciones de detalle, en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una Patente presentada en Norteamérica con fecha 25 de octubre de

165. 1954, nº 464,648, acogiendo por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España: "Procedimiento para la obtención de anhídrido

170. ftálico partiendo de ácido ftálico"; caracterizándose por lo siguiente:

1ª.- Procedimiento para la obtención de anhídrido ftálico partiendo de ácido ftálico, caracterizado por tratarse este último térmicamente para eliminar el agua que

175. contiene y por aplicar el tratamiento térmico en presencia de un ácido carboxílico alifático con 2 a 8 átomos de carbono en la molécula, en una cantidad del orden de 0,1 a 2,0 mols. de ácido alifático por mol. de ácido ftálico.

2ª.- Procedimiento, según lo especificado en la

180. reivindicación 1ª, caracterizado porque el ácido alifático es el ácido acético.

3ª.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 1ª, caracterizado porque el ácido alifático es el ácido propiónico.

185. 4ª.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 1ª, caracterizado porque el ácido alifático es el ácido butírico normal.

5ª.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 1ª, caracterizado porque el ácido alifático

190. es el ácido isovalérico.