

16 OCT. 1959

P.-10.742

VG 1015 Sp



252168

252168

MEMORIA DESCRIPTIVA
para solicitar
PATENTE DE INVENCION
en
ESPAÑA
por VEINTE años

a nombre de VERBUNDIGTE GLANZSTOFF-FABRIKEN A.G. entidad alemana, establecida en Glanzstoff-Haus, Wuppertal-Elberfeld, Alemania, por:

"UN PROCEDIMIENTO PARA LA PURIFICACION DE DICHLORURO P-XILILENICO".

El dicloruro p-xililénico obtenido en instalaciones técnicas en gran escala, se halla, en la mayoría de los casos, impurificado por ejemplo con dicloruro m- y o-xililénico, cloruro de bencilo, difenilmetano, aparte de los componentes inorgánicos (por ejemplo cloruro de cinc) y material de partida sin reaccionar.

Para su tratamiento ulterior, por ejemplo para su transformación en ácido tereftálico, se precisa, empero, un producto muy puro.

Es conocido el purificar el dicloruro p-xililénico, mediante res cristalización desde alcoholes. Ahora bien, este

252168



procedimiento es muy complicado y requiere mucho tiempo, ya que la recristalización ha de ser repetida siempre varias veces. Además de esto, se pierden en este procedimiento cantidades considerables del dicloruro p-xililénico del rendimiento, de modo que no puede aplicarse dicho procedimiento por motivos de economía. La purificación por destilación del dicloruro p-xililénico resulta asimismo imposible, debido a que el compuesto se descompone a la temperatura de ebullición. Incluso adoptando medidas especiales de precaución, por ejemplo trabajando en el vacío e introduciendo un gas inerte, es imposible el evitar la descomposición o alternativamente una disgregación de HCl.

Se ha descubierto ahora, que puede realizarse de manera sencilla la purificación del dicloruro p-xililénico, sin pérdidas considerables en el rendimiento, si a través de una fusión del producto de partida, calentada a 105-150° y que contenga el dicloruro p-xililénico, se hacen pasar vapores de glicol etilénico calientes, y recogiendo en un colector refrigerado la mezcla que destila a 105 - 110° (10 - 15 mm de Hg). En este colector precipita inmediatamente el dicloruro p-xililénico en forma sólida, y puede ser aspirado. Después de un lavado repetido con agua destilada y secado inmediato, se obtiene en forma pura. El glicol etilénico puede volver a ser empleado, después de una sencilla destilación.

Ejemplo:

500 g de un producto de reacción obtenido en la reacción de 78 g (1 mol) de benzol, 120 g de paraformaldehído, 100 g de cloruro de cinc, 250 g de tetracloruro de carbono, mientras se hace pasar una corriente de gas de HCl, y que además del disolvente (tetracloruro de carbono), contiene alrededor de

252168



90 g de dicloruro p-xililénico, 6% de dicloruro m- y o-xililénico, 16% de cloruro de bencilo, 20% de benzol, 8% de difenilmetano y compuestos inorgánicos, se aspiran, y la papilla de cristales obtenida, se recibe en metanol frío. Se vuelve entonces a aspirar, se lava con agua y se seca. La purificación propiamente dicha se lleva a cabo en una instalación consistente en un vaporizador de glicol, un matraz de fusión y un colector.

La papilla de cristales preparada, se funde en el matraz a 135°, después de lo cual se establece en toda la instalación un vacío de 12 mm de Hg. Se hacen pasar entonces desde el vaporizador vapores de glicol etilénico calentados a 105° en la fusión, y se destila el azotropo a 105° y 12 mm de Hg, recogiéndose en el colector, refrigerado a temperatura normal. Se obtiene en él el dicloruro p-xililénico en forma sólida, separándosele del glicol etilénico mediante aspiración. Después de lavarse con agua destilada, a efectos de extraer los últimos restos de glicol, y de secarse, se obtienen 37,5 g de dicloruro p-xililénico puro, con un punto de fusión preciso de 100°.

Ejemplo de control:

La papilla de cristales separada desde 500 g de aguas madres, se purifica previamente con metanol frío, tal como se ha descrito más arriba. Se carga entonces en un manguito de extracción y se extrae de la manera usual con 1000 ml de metanol, en una instalación Soxhlet. Una vez enfriado el material extraído a alrededor de 20°, se decanta la papilla de cristales y se seca. Este procedimiento tiene que repetirse todavía de 3 a 4 veces. Se obtienen 68 g de dicloruro p-xililénico de un punto de fusión impreciso (98-100°).

252168



Esta solicitud que corresponde a la presentada en Alemania el 3 de Diciembre de 1958, bajo el N^o V 15.524 IVb/120 se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

5

NOTA

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta Patente de Invención en España, por VEINTI años, son los siguientes:

10 1^a.- Un procedimiento para la purificación de dicloruro p-xililénico, caracterizado por que en una fusión calentada a 105 - 150^o y que contiene dicloruro p-xililénico, se introducen vapores calientes de glicol etilénico, y por que la
15 mezcla azeotropa resultante a 105 - 110^o y 10 - 15 mm de Hg, es recibida en un colector refrigerado, obteniéndose a partir de ella el dicloruro p-xililénico sólido de la manera conocida, por aspiración.

20 2^a.- Un procedimiento para la purificación de dicloruro p-xililénico.

Tal y como se ha representado en la Memoria que antecede, y con los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de cuatro hojas escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, 16 OCT. 1959

P. A.
Alberto de Elizaburu
[Handwritten signature]

1111/.