

CASE 5398/E



NOV. 1964

306863

P A T E N T E  
D E  
I N V E N C I O N

por "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE NAFTOQUINONA", a favor de las firmas suizas CIBA SOCIETE ANONYME y SCHWEIZERISCHE TEBERINDUSTRIE A.G., domiciliadas en Basilea (Suiza) y Pratteln (Suiza) respectivamente.

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Sabido es que mediante la oxidación de la naftalina por medio de aire y con ayuda de catalizadores puede obtenerse naftoquinona. En el estado actual de la técnica no se logra realizar la oxidación de modo que se forme únicamente

5. naftoquinona. Siempre se origina también anhídrido de ácido ftálico, que cuando se emplean ciertos catalizadores puede incluso predominar. Al mismo tiempo queda siempre una gran



306863

- proporción de naftalina sin modificar. Por lo tanto es preciso apartar de la corriente gaseosa de oxidación los tres compuestos naftalina, naftoquinona y anhídrido de ácido ftálico y separarlos entre sí. Hasta ahora se ha recurrido a extraer
5. conjuntamente los tres productos de la corriente gaseosa y a separarlos luego entre sí, por medio de la distribución entre disolventes y extracción. Para ello se han separado siempre la naftoquinona y la naftalina juntas del anhídrido de ácido ftálico y a continuación se han separado entre sí la
  10. naftoquinona y la naftalina.

- Ahora se ha descubierto que puede obtenerse naftoquinona de manera ventajosa y sin empleo de disolventes orgánicos si se segrega con agua de la corriente gaseosa, en condiciones apropiadas, solamente la naftoquinona y el anhídrido
15. de ácido ftálico, con lo cual queda en la corriente gaseosa por lo menos la mayor parte de la naftalina y es segregada de ella por separado. Objeto del invento que aquí se expone es por lo tanto un procedimiento para separar naftoquinona de una corriente gaseosa caliente que contiene naftoquinona, anhídrido de ácido ftálico y naftalina y que es tal como se obtiene en la oxidación catalítica en fase gaseosa de naftalina a naftoquinona, el cual procedimiento se caracteriza por pulverizarse agua en una instalación pulverizadora de tal modo que la corriente gaseosa adquiera una temperatura de 30 a 70°
  20. C, y preferentemente de 50 a 60°C, con lo cual la naftoquinona y el anhídrido de ácido ftálico son retenidos por el me-



306863

dio acuoso caliente a 30-70°C, y preferentemente 50-60°C, mientras la mayor parte de la naftalina queda en la corriente gaseosa, y por separarse la naftoquinona del medio acuoso.

- Es conveniente emplear una cantidad tal de agua que se origine una solución muy concentrada de ácido ftálico. La separación de la naftoquinona y del anhídrido de ácido ftálico pueden conducirse de tal modo que quede en la corriente gaseosa prácticamente toda la naftalina.
- 5.

- Si la mezcla gaseosa presenta un contenido extremadamente alto de naftalina, puede segregarse por el medio acuoso una cantidad secundaria de naftalina, que luego se separa del medio acuoso junto con la naftoquinona segregada. La naftoquinona así impurificada con naftalina puede, siempre que esto se desee, elaborarse con medidas apropiadas para convertirla en naftoquinona pura, que contiene tan solo 1 a 2% de naftalina.
- 10.
- 15.

- Por motivos económicos es preciso aislar, además de la naftoquinona, también el ácido ftálico de la solución de ácido ftálico y la naftoquinona disuelta en ella y recuperar la naftalina no consumida, existente en la corriente de gases de desecho después de pasar la instalación de pulverización, así como la naftoquinona todavía presente. Otro objeto de este invento se refiere por lo tanto a la elaboración y recuperación de estos tres productos.
- 20.



306863

El nuevo procedimiento ofrece las ventajas capitales siguientes:

1. Separación económica de la naftoquinona de los otros productos del reactor, directamente de la corriente gaseosa.
5. 2. Obtención de una naftoquinona de pureza técnica, en condiciones suaves, de modo que no se produce ninguna descomposición del producto térmicamente lábil.
3. Segregación e hidrólisis del anhídrido de ácido ftálico inmediatamente en la instalación pulverizadora y obtención de una solución muy concentrada de ácido ftálico, que permite una elaboración sencilla.
10. 4. Obtención o respectivamente retorno de la naftoquinona todavía existente en la corriente de gas de escape de la instalación pulverizadora.
15. 5. Obtención o retorno de la naftoquinona existente en la solución de ácido ftálico, con exclusión simultánea de las sustancias impurificadoras presentes.
6. Obtención de un ácido ftálico que puede elaborarse por métodos conocidos, convirtiéndolo en anhídrido de
20. ácido ftálico de gran pureza.
7. Operación bien cerrada, que prácticamente no da aguas residuales, y cuyo aire de escape sale purificado de la instalación.

A continuación se describen sucesivamente las etapas del procedimiento, representadas en la figura 1, para la preparación de naftoquinona, en la cual 1, significa el



306863

evaporador, 2 el reactor, 3 la instalación pulverizadora, 4 el filtro, la flecha 5 indica la entrada de aire, la 6 la entrada de naftalina, la 7 la entrada de agua de lavado y de las aguas madres de ácido ftálico al evaporador 3, la 8 la 5. entrada de líquido de lavado al filtro, la 9 el escape a partir de la instalación pulverizadora 3, los cuales pasan a la recuperación de los productos contenidos en ellos, a la salida del filtro 4 se obtiene la naftoquinona 10 y la solución de ácido ftálico 11 que pasa a un proceso de 10. elaboración y recuperación de los productos contenidos en la misma.

a) Preparación de los gases del convertidor

Se evapora naftalina en una corriente de aire y se la envía sobre un contacto específico de naftoquinona. La 15. concentración de naftalina en la mezcla se halla entre 0,1 y 5 moles por % y preferentemente entre 0,5 y 2 moles por %. La temperatura en el convertidor, se halla entre 350 y 450°C. La oxidación puede efectuarse, según el contacto de que se disponga, en lecho sólido o en lecho turbulento. El tiempo ne- 20. cesario de contacto depende considerablemente de las propiedades del contacto empleado; con los catalizadores conocidos actualmente, es de 0,5 a 20 segundos.

En todos los contactos de naftoquinona descritos hasta hoy día, se origina de la naftalina, además de la nafto- 25. quinona descada, también anhídrido de ácido ftálico. Además, la naftoquinona formada sigue oxidándose despacio sobre el contacto convirtiéndose en anhídrido de ácido ftálico. Por ello debe actuarse con descomposición incompleta, si quieren



306865

- obtenerse rendimientos utilizables de naftoquinona. Los gases del convertidor contienen siempre también, además de la naftoquinona deseada, anhídrido ftálico y naftalina. En casos típicos, a la salida del convertidor 25 a 50% de la naftalina utilizada se ha convertido en naftoquinona y 20 a 40% en anhídrido de ácido ftálico, mientras que del 15 al 55% está sin modificar. Un contacto de lecho sólido sumamente apto para la preparación de naftoquinona es el que se describe en la patente belga nº 644.828.
- 5.
- 10.
- b) Segregación de naftoquinona y anhídrido ftálico y obtención de naftoquinona
- La condensación de la naftoquinona y el anhídrido ftálico se efectúa rociando agua o respectivamente solución de
15. ácido ftálico en la corriente gaseosa caliente del convertidor. La instalación que sirve para esta fase del proceso, a la que en adelante se llamará pulverizador, puede ser una boquilla convergente con aportación central del líquido o bien un dispositivo del tipo eyector (llamado "Fume Scrubber" en la lite-
20. ratura anglosajona).
- Este tipo de refrigeración tiene sobre otros métodos de enfriamiento la ventaja de que: 1) el enfriamiento se produce muy rápidamente, lo cual es esencial para la preservación de la sensible naftoquinona; 2) en la zona de enfria-
25. miento la densidad de los núcleos de condensación (gotitas de



306863

- agua) es tan grande que no se forma ninguna niebla (los gases de convertidor son conocidos por su tendencia a formar, al enfriarse, nieblas que no pueden eliminarse sino es con extraordinaria dificultad); 3) a causa de la presencia de agua, el
5. anhídrido ftálico se hidroliza espontáneamente (mientras que es precisa una etapa especial de procedimiento para la hidrólisis imprescindible para la separación del anhídrido ftálico, cuando se refrigera con un disolvente orgánico; véase la patente norteamericana 2,938.913); y 4) en la condensación
  10. de la naftoquinona y el anhídrido ftálico, puede mantenerse la naftalina casi por completo en la fase gaseosa. Mediante los métodos convencionales de refrigeración, con la naftoquinona se segrega siempre también naftalina. Aún con el procedimiento aquí descrito, las condiciones de segregación deben ajustarse
  15. con mucho cuidado, si se quiere obtener naftoquinona exenta de naftalina: debe distribuirse el agua uniformemente en la corriente gaseosa y debe evitarse el enfriamiento excesivo del agua de inyección.

- Por lo general se actúa de modo que la temperatura del
20. agua afluyente coincida, dentro de un intervalo de pocos grados centígrados, con la temperatura de los gases que salen del pulverizador. Así, pues, la refrigeración se efectúa fundamentalmente por evaporación de agua. La figura 2 muestra las relaciones entre las variables de servicio del pulverizador. En las abs-
  25. cisas se ha registrado la temperatura de salida, mientras en las ordenadas 1 significa la concentración de saturación de



306863

la naftalina (o sea la concentración de naftalina a la temperatura de salida dada) en gramos por metro cúbico normal de aire seco que penetra en el pulverizador (por "metro cúbico normal" se entiende en adelante la cantidad de gas contenida en  $1 \text{ m}^3$  a  $0^\circ \text{ C}$  y 760 Torr); 2, la temperatura de los gases del convertidor necesaria para alcanzar la respectiva temperatura de salida (asumiendo que el agua afluya con temperatura de salida); y 3, la cantidad de agua que se evapora por metro cúbico normal de aire seco ( $\text{g de H}_2\text{O}/\text{m}^3$  normal).

- 5.
10. En la fase de procedimiento que se ha descrito, la corriente de los gases del convertidor se divide por lo tanto en una corriente gaseosa de escape, que contiene prácticamente toda la naftalina así como algo de naftoquinona (3 a 13 % de la cantidad total), y una suspensión acuosa,
15. que contiene prácticamente todo el anhídrido ftálico (en forma de ácido ftálico disuelto) así como la mayor parte de la naftoquinona. El tratamiento ulterior del aire de escape se describe en el apartado d).

20. La suspensión acuosa se divide, mediante filtración, en naftoquinona sólida y una solución acuosa que contiene prácticamente todo el ácido ftálico y un poco de naftoquinona (5 a 10% de la cantidad total). La elaboración final de la solución de ácido ftálico se describe en el apartado o).

- 25.



La naftoquinona satisface en general, después de lavado con agua caliente (u otras soluciones apropiadas que se presentan en el curso del proceso), las exigencias de pureza planteadas por su ulterior utilización, Si su contenido

5. de naftalina sobrepasa el límite admisible, se la trata ulteriormente de la manera que se explica en el apartado e). La solución de lavado puede combinarse con la solución de ácido ftálico, pero es mejor devolverla directamente al pulverizador.

10.

e) Elaboración final de la solución de ácido ftálico

La solución acuosa de ácido ftálico que se presenta en el pulverizador contiene naftoquinona a tenor de su concentración de saturación a la temperatura de segregación, así

15. como materias impurificadoras (productos secundarios, colorantes, de la reacción de oxidación).

La solución de ácido ftálico contiene, si la aportación de agua está bien ajustada, mucho más ácido ftálico del que corresponde a la concentración de saturación del ácido ftá-

20. lico a la temperatura de segregación. Este hecho sorprendente es importante en dos aspectos para el procedimiento que aquí se describe. En primer lugar, porque la solución para obtener el ácido ftálico debe enfriarse y volverse a calentar y porque por kilogramo de ácido ftálico debe transmitirse tanto menos

306265



calor cuando mayor es la concentración de la solución. En segundo lugar, porque la solución contiene también naftoquinona en proporción a su solubilidad y por kg de ácido ftálico se extrae tanto menos naftoquinona en esta solución cuanto mayor es la concentración de ácido ftálico. Para obtener el ácido ftálico y también para recuperar la naftoquinona) deben extraerse de la solución acuosa la naftoquinona y las materias impurificadoras. En el estado actual de la técnica esto se realiza mediante extracción con disolventes, pero más ventajosamente por una de las dos fases de procedimiento que se describen a continuación:

1) Es posible hacer cristalizar por enfriamiento naftoquinona de soluciones de ácido ftálico muy sobresaturadas, sin que cristalice el ácido ftálico:

De una solución que, por ejemplo, está saturada de ácido ftálico a 60°C, contiene 1,2 g de naftoquinona por litro y se halla impurificada por un poco de materias extrañas, se eliminan estas materias extrañas, antes de la cristalización de la naftoquinona, pasando la solución caliente por una columna de carbón activo saturada con naftoquinona. Al enfriar hasta 30°C esta solución purificada, cristalizan entonces 0,6 g de naftoquinona por litro de solución, con una pureza del 90%, de modo que este cristalizado puede combinarse con



306863

- la cantidad principal de naftoquinona. Si la solución está impurificada por muchas substancias extrañas, existe el peligro de que la columna de carbón activo se agote demasiado rápidamente. En ese caso, al enfriarse la solución cristaliza la mayor parte de las substancias extrañas junto con la naftoquinona. Tal cristalizado no suele ser ya entonces apto para combinarlo con la cantidad principal de naftoquinona, sino que se envía al evaporador eventualmente después de disolverlo en la naftalina destinada a la alimentación del reactor. Así, alrededor
5. del 85% de la naftoquinona alimentada no se descompone al pasar por el catalizador, mientras que las materias extrañas volátiles se queman específicamente sobre el catalizador y las no volátiles quedan en el evaporador. En esta cristalización de la naftoquinona, queda siempre en solución una parte de ella,
10. por razón de su solubilidad a temperatura más baja. La eliminación también de esta parte residual se efectúa preferentemente mediante adsorción en carbón activo. Para evitar la precipitación del ácido ftálico al pasar por el carbón, debe calentarse la solución por encima de la temperatura de saturación
15. del ácido ftálico.

- De la solución ya casi exenta de naftoquinona cristaliza el ácido ftálico, después de enfriamiento, espontáneamente, con pureza y en muy buena forma. La regeneración del carbón puede efectuarse en parte por medio de las aguas madres
20. calentadas de la cristalización del ácido ftálico, que luego



306253

se devuelven a la instalación pulverizadora. La regeneración final puede realizarse con un disolvente apropiado o, de preferencia con una solución acuosa de álcali.

5. 2) La solución de ácido ftálico provista de naftoquinona se extrae con la naftalina destinada a la alimentación del reactor. La mezcla de naftalina y naftoquinona que así se obtiene se devuelve otra vez al reactor. Cerca del 85% de la naftoquinona así extraída pasa por el reactor sin descomponerse,
10. mientras que los productos secundarios alquitranados que se extraen al mismo tiempo, siempre que sean volátiles y que no se queden en el evaporador de naftalina del reactor, se queman específicamente sobre el contacto.

- La dificultad de esta extracción consiste en que
15. la naftalina cargada de naftoquinona y la solución acuosa de ácido ftálico presentan casi la misma densidad. Puede obviarse esta dificultad añadiendo a la naftalina un disolvente volátil que sea específicamente mucho más ligero o más pesado que la solución de ácido ftálico y sacándolo antes de suministrar al reactor la mezcla de naftalina y naftoquinona.
- 20.

- La solución de ácido ftálico, caliente y extraída, siempre que contenga todavía materias impurificadoras que dificulten la cristalización ulterior del ácido ftálico o imposibilicen la elaboración final de éste para formar un anhídrido ftálico de gran pureza, se hace pasar, para depuración final, por una columna de carbón activo. Seguidamente se efectúa la cristalización del ácido ftálico mediante enfriamiento de la solución.
- 25.



306863

d) Segregación y recuperación de los productos contenidos en la corriente gaseosa de escape de la instalación pulverizadora

- La corriente gaseosa de escape de la instalación pulverizadora (véase la figura 1) contiene prácticamente toda la naftalina contenida en la corriente gaseosa del reactor, vapor de agua en la concentración de saturación y asimismo, según la perfección del ajuste del equilibrio en la instalación pulverizadora, hasta 3 veces más naftoquinona de la que cabría esperar por la tensión de vapor. Se hallan además en ella, en pequeñas cantidades, productos secundarios que causan sobre la piel y la mucosa intensa acción irritante. Para segregar y recuperar estos productos contenidos en la corriente gaseosa de escape, puede recurrirse a diversos procedimientos, como lavado con aceite, enfriamiento y/o adsorción en carbón activo.
- 5.
- 10.
- 15.

- 1) Si en la instalación pulverizadora se condensa en condiciones que proporcionen una naftoquinona cargada de naftalina (que debe purificarse de la manera que se ha descrito en el apartado "e"), se elegirá una segregación final que proporcione el aire caliente necesario para ello. En ese caso la corriente gaseosa de escape se lava primeramente dejándola exenta de naftoquinona, para lo cual, si es perfecto el ajuste del equilibrio en el pulverizador, basta la cantidad de agua fresca destinada para el pulverizador. Luego se adsorbe la nafta-
- 20.



306863

lina en carbón y el aire de escape, caliente y húmedo, se utiliza, por lo menos en parte, para la depuración de la naftoquinona.

5. La regeneración del carbón se efectúa intermitentemente, ya sea mediante soplado con vapor o mediante el aire fresco precalentado que se destina al proceso de oxidación.

2) Si en cambio se eligen las condiciones de segregación de tal modo que se obtenga naftoquinona exenta de naftalina y por lo tanto no se necesita aire caliente saturado de vapor de agua, la naftalina y la naftoquinona se segregan mediante refrigeración de los gases de escape hasta 30°C, por ejemplo. Entonces se precipita una mezcla de naftalina y naftoquinona, que es ventajoso devolver al evaporador y de ahí al reactor. (De la misma manera que se ha descrito en el apartado "e").

20. Un gas de escape así enfriado ha cedido prácticamente toda la naftoquinona y la mayor parte de la naftalina correspondientes a las tensiones de vapor de ambas materias a 30°C, así como una parte de los citados productos secundarios. La segregación final y la depuración esmerada de los gases se efectúan otra vez en una columna de carbón activo, la cual se regenera intermitentemente con vapor de agua.

25. e) Elaboración final de una naftoquinona que contiene naftalina



306863

- Si en el pulverizador, con alta concentración de naftalina en los gases del convertidor, se obtiene una naftoquinona cargada de naftalina, puede elaborarse este producto convirtiéndolo en naftoquinona técnicamente pura, que contenga solamente 0,5 a 1% de naftalina. Para ello se suspende la mezcla de naftoquinona y naftalina (del filtro 4 de la figura 1) en agua o en las aguas madres de la cristalización del ácido ftálico y se la hace pasar en contracorriente con una parte del aire de escape purificado, caliente y saturado con vapor de agua (véase apartado "d", variante 1) por un aparato de columnas o escalones. Al mismo tiempo, se mide el aire de tal modo que salga del aparato saturado de naftalina. Este gas de escape se combina con la corriente gaseosa de escape del pulverizador y se elabora con ella de la manera que se ha descrito en el apartado d).
- 5.
  - 10.
  - 15.

En los ejemplos que siguen, lo mismo que en la descripción que ha precedido, las temperaturas están indicadas en grados centígrados.

20. EJEMPLO 1.

Una corriente de gases de convertidor ( $3 \text{ m}^3$  normales por hora) se pone en contacto con agua (1,9 litros por hora) en una boquilla.

- Antes de entrar en la boquilla, los gases del convertidor están calentados a  $400^\circ$  y contienen por metro cúbico
- 25.



306863

- co normal 21,5 g de naftoquinona, 16 g de anhídrido ftálico y 12 g de naftalina. El agua aportada está calentada a 55° y contiene 5 g de ácido ftálico por litro. A la salida de la boquilla se ajusta una temperatura de 57°. El anhídrido ftálico se hidroliza de modo prácticamente instantáneo y forma con el agua aportada una solución fuertemente sobresaturada por lo que atañe al ácido ftálico. La naftoquinona se precipita en su mayor parte como suspensión bien filtrable, mientras que la naftalina queda prácticamente por completo en la
5. fase gaseosa.
- 10.

Para la formación de balance, se enfrían a 20° los gases de escape para condensar la naftalina y la naftoquinona no segregada. Al cabo de 200 minutos, o sea después de haber pasado por la boquilla 10 m<sup>3</sup> normales de gases de

15. convertidor, se interrumpe el ensayo y se separa por filtración la naftoquinona de la solución. La naftoquinona bruta y húmeda se lava en el filtro con 300 cc de agua, a 60°C. Se obtiene así naftoquinona húmeda, técnicamente pura, con un contenido de agua del 50% aproximadamente y que contiene:

20. 190 g de naftoquinona = (98,5% del peso de materia seca)  
0,9 g de naftalina = ( 0,5 g de materia seca)  
1,4 g de ácido ftálico = (0,8 % del peso de materia seca)

4,5 litros de solución acuosa que contienen:

25. 204 g de ácido ftálico (de los que 32 g provienen del agua aportada a la boquilla)



306863

8 g de naftoquinona  
0,3 litros de solución de lavado, que contiene:  
4 g de ácido ftálico  
0,5 g de naftoquinona

5.

Condensado en las superficies de refrigeración del refrigerador final, que contiene:

112 g de naftalina  
13 g de naftoquinona

10.

Por lo tanto, en esta etapa del procedimiento, 88% de la naftoquinona contenida en los gases del convertidor se obtiene en forma de producto técnicamente puro y directamente utilizable.

15.

EJEMPLO 2.

En el curso de 200 minutos, se ponen en contacto en una boquilla 10 m<sup>3</sup> normales de gases de convertidor, que contienen 270 g de naftoquinona, 230 g de anhídrido ftálico y 180 g de naftalina, con 8 litros de agua.

20.

La temperatura de ingreso de los gases es de 440°C y la del agua de 61°C. La temperatura de salida de la boquilla se ajusta a 62°. Después de filtrar y lavar, se obtienen 237 g (o sea el 88%) de la naftoquinona aportada, en forma de

25.



306863

producto húmedo técnicamente puro, en mezcla con 0,8% de su peso en seco de naftalina y 1,0% de su peso en seco de ácido ftálico.

5. En la solución de ácido ftálico se hallan 16 g de naftoquinona, mientras que 15 g no se condensan.

EJEMPLO 3.

10. En el curso de 200 minutos se ponen en contacto con 4,5 litros de agua, en una boquilla, 10 m<sup>3</sup> normales de gases de convertidor, que contienen 130 g de naftoquinona, 100 g de anhídrido ftálico y 155 g de naftalina,

15. La temperatura de ingreso de los gases es de 400° C y la del agua de 60°C. La temperatura de salida de la boquilla se ajusta a 60°. Después de filtrar y lavar, se obtienen 107 g (o sea el 82%) de la naftoquinona aportada, en forma de producto húmedo y técnicamente puro, en mezcla con 0,9 % de su peso en seco de naftalina y 0,6% de su peso en seco de ácido ftálico. En la solución de ácido ftálico se hallan 8 g de naftoquinona, mientras que 14 g no se condensan.

20.

EJEMPLO 4.

25. En el transcurso de 200 minutos se ponen en contacto en una boquilla 10 m<sup>3</sup> normales de gases de convertidor, que contienen 145 g de naftoquinona, 180 g de anhídrido ftálico y 70 g de naftalina, con 7 litros de agua.



306863

- La temperatura de ingreso de los gases es de 250°C y la del agua de 50°C. La temperatura de salida de la boquilla se ajusta a 50°. Después de filtrar y lavar se obtienen 125 g (o sea el 86%) de la naftoquinona aportada, en forma de
5. producto húmedo, técnicamente puro, en mezcla con 0,4% de su peso en seco de naftalina y 1,1 % de su peso en seco de ácido ftálico. En la solución de ácido ftálico se hallan 10 g de naftoquinona, mientras que 9 g no se condensa.
10. EJEMPLO 5.
- 1 parte de naftoquinona que contiene alrededor del 20% de naftalina y que se ha obtenido de una corriente gaseosa del reactor en la instalación de pulverización, se suspende en 10 partes de agua y se reparte uniformemente en 4 recipientes.
15. A 50°C, se envía entonces de un recipiente a otro una corriente de aire saturada de vapor de agua a 50°C. La corriente de aire arrastra al principio alrededor de 5,5 g de naftalina por metro cúbico normal, o sea que casi alcanza el valor que corresponde a la presión de vapor de la naftalina a 50°C.
20. Cuando se han expulsado alrededor de las dos terceras partes de la naftalina existente en todos los recipientes, se examina la naftoquinona del primer recipiente para comprobar su contenido de naftalina. Contiene menos del 1% y presenta un contenido de naftoquinona del 96% aproximadamente.



306963

EJEMPLO 6.

5. Una solución de ácido ftálico a 55°C, que contiene 22 g de ácido ftálico por litro y 1,15 g de naftoquinona por litro, se pasa, para purificarla, sobre un lecho de carbón activo, ya recubierto con naftoquinona, y a continuación se enfría hasta 27°C. Al llegar a los 30°C, se precipitan cristales afeiltrados. Durante 15 minutos se enfría a 27°C, despacio y con agitación ligera, y a continuación se filtra para separar los cristales. Se obtienen por litro de solución 0,604 g de cristalizado que presenta un contenido de naftoquinona del 90%.

10. El filtrado que queda se vuelve a calentar a 55°C y se pasa sobre un lecho de carbón activo fresco. La solución caliente está exenta de naftoquinona y cristaliza de inmediato con el enfriamiento. Después de separar por filtración el ácido ftálico, se vuelven a calentar las aguas madres a 55°C y se las hace pasar en contracorriente sobre el carbón activo recubierto con naftoquinona. Se obtiene así una solución que contiene por término medio 0,25 g de naftoquinona por litro y que puede devolverse a la instalación pulverizadora.

EJEMPLO 7.

25. Se enfría a 25°C una solución de ácido ftálico a 60°C que contiene 21 g de ácido ftálico por litro y 1,7 g de



306863

- naftoquinona por litro, así como materias impurificadoras en relativa abundancia. Cristaliza entonces en el curso de 24 horas un cristalizado de color obscuro. Se obtienen así por litro de solución 1,48 g de cristalizado que presenta un contenido de naftoquinona del 67%. Con las aguas madres, que presentan todavía un contenido de naftoquinona de 0,7 g por litro, se procede luego tal como se ha descrito en el ejemplo 5, párrafo 2.
- 5.
10. EJEMPLO 8.
- En una corriente de aire de  $40 \text{ m}^3$  normales por hora se introducen 1,4 kg de naftalina por hora, de modo que en un metro cúbico normal de aire estén contenidos 35 g de naftalina, y se hace pasar la corriente sobre un catalizador de naftoquinona. En los gases de la reacción se hallan 17,3 g de naftoquinona por metro cúbico normal. Con las mismas condiciones de ensayo, se introduce entonces en la corriente de aire de  $40 \text{ m}^3$  normales por hora una mezcla de 1,4 kg de naftalina y 0,16 kg de naftoquinona por hora. Esta mezcla de naftalina y naftoquinona apareció al recuperar mediante enfriamiento los productos contenidos en la corriente gaseosa de escape de la instalación pulverizadora. En los gases de la reacción se hallan ahora 20,7 g de naftoquinona por metro cúbico normal. Por consiguiente, 85% de la naftoquinona suministrada no se ha modificado al pasar sobre el catalizador.
- 15.
- 20.
- 25.



306863

EJEMPLO 9.

- En una corriente de aire de  $40 \text{ m}^3$  normales por hora se introducen 1,4 kg de naftalina por hora, de modo que cada metro cúbico normal de aire contenga 35 g de naftalina,
5. y se hace pasar la corriente sobre un catalizador de naftoquinona. En los gases de la reacción se hallan 17,3 g de naftoquinona por metro cúbico normal. Con las mismas condiciones de ensayo, se suministra entonces a la corriente de aire de  $40 \text{ m}^3$  normales por hora una mezcla de 1,4 kg de naftalina y
  10. 0,1 kg de naftoquinona por hora. Esta mezcla de naftalina y naftoquinona, que todavía contiene las materias impuras extraídas conjuntamente, proviene de la extracción de la solución de ácido ftálico que se presenta en la instalación pulverizadora, con la naftalina destinada a la alimentación del
  15. reactor. En los gases de la reacción se hallan ahora 19,45 g de naftoquinona por metro cúbico normal. En consecuencia, el 86% de la naftoquinona suministrada no se ha modificado al pasar sobre el catalizador.



306863

REIVINDICACIONES

Descrito el invento se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones, con prioridad de las demandas de patentes suizas N° 15050/63 del 9 de diciembre de 1963 y N° del 3 de noviembre de 1.964, existiendo

5. en ambas unidad de invención.

1. Procedimiento para la obtención de naftoquinona, al separar naftoquinona de una corriente gaseosa caliente que contiene naftoquinona, anhídrido de ácido ftálico y naftalina,

10. tal como la que se obtiene en la oxidación catalítica en fase gaseosa de naftalina a naftoquinona, el cual procedimiento se caracteriza por pulverizarse agua en una instalación pulverizadora, de tal modo que la corriente gaseosa asuma una temperatura de 30 a 70°C, y preferentemente de 50 a 60°C, con lo cual la

15. naftoquinona y el anhídrido de ácido ftálico son retenidos por el medio acuoso, caliente a temperatura de 30 a 70°C, y preferentemente de 50 a 60°C, mientras que la mayor parte, por lo menos, de la naftalina queda en la corriente gaseosa, y por separarse la naftoquinona del medio acuoso.

20.

2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, que se caracteriza por emplearse tal cantidad de agua que se origine una solución de ácido ftálico sobresaturada.



306863

3. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, que se caracteriza por purificarse la naftoquinona segregada eximiéndola de la naftalina mezclada con ella, procediendo a suspender en agua la naftoquinona que contiene naftalina,
5. a eliminar la naftalina por insuflación de aire saturado con vapor de agua y a separar seguidamente la naftoquinona por filtración.
4. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 3,
10. que se caracteriza por emplearse, en concepto de aire saturado con vapor de agua, la corriente gaseosa de escape de la catálisis.
5. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1,
15. que se caracteriza por purificarse la solución obtenida de ácido ftálico de la naftoquinona disuelta en ella y de las materias impurificadoras, procediendo, o bien a hacer pasar la solución caliente sobre carbón activo que está saturado con naftoquinona y a enfriar la solución, o bien a enfriar directamente la solución, con lo cual una parte de la naftoquinona
20. cristaliza y es separada, y la solución así obtenida se vuelve a calentar, se hace pasar sobre carbón activo fresco y se enfría otra vez, con lo cual el ácido ftálico cristaliza y es separado.
- 25.



306863

6. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, que se caracteriza por segregarse la naftalina contenida en la corriente gaseosa procediendo primeramente a lavar con agua la corriente gaseosa a la temperatura que reina en la
5. instalación pulverizadora y a segregar luego la naftalina mediante lavado con aceite, refrigeración o, de preferencia, adsorción en carbón activo, o bien a enfriar directamente la corriente gaseosa del escape, separar conjuntamente la naftalina y la naftoquinona y hacer pasar, para depuración final,
10. la corriente gaseosa por una columna de carbón activo.

7. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, que se caracteriza por emplearse, para extraer de la solución de ácido ftálico la naftoquinona y las materias impurificadas,
15. la naftalina destinada a la alimentación del reactor.

8. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, que se caracteriza por volverse a evaporar en la corriente de aire de oxidación la mezcla de naftalina y naftoquinona que
20. se presenta en la extracción de la solución de ácido ftálico con naftalina, así como la mezcla de naftalina y naftoquinona que se presenta al recuperar los productos de la corriente gaseosa de escape, con lo cual los productos secundarios no volátiles se segregan en el evaporador, los volátiles se
25. quemán específicamente sobre el catalizador y la mayor parte de la naftoquinona pasa sin descomponerse por el reactor.

306863



9. Procedimiento para la obtención de naftoqui-  
nona.

Según se describe y reivindica en la presente  
memoria descriptiva que consta de 26 páginas foliadas y  
5. escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 7 de diciembre de 1964.

p. a.

JAIME ISERN

D. P.