

342123



PATENTE DE INVENCION

Your Case No. 865 Spain.

342123

*Memoria Descriptiva*

*sobre:*

"PROCEDIMIENTO PARA PURIFICAR TEREFALONITRILLO".

*Solicitante:* HALCON INTERNATIONAL INC; entidad norteamericana,  
residente en 2 Park Avenue, New York, New York  
10016, EE.UU. de A.

El presente invento se refiere a un pro  
cedimiento de purificación del tereftalonitrilo.

El tereftalonitrilo, comercialmente ob-  
tenido por la amoxidación (reacción simultanea con  
5.  $\text{NH}_3$  y  $\text{O}$ ) de para-xileno, tiene una pureza de al-

342123



5. rededor del 80 % y está contaminado con para-metilbenzonitrilo, y materiales de punto de ebullición más elevado. Este tereftalonitrilo se purifica por destilación rápida a la presión atmosférica, seguida por una destilación fraccionada, también a dicha presión. Este proceso es largo y molesto ya que el tereftalonitrilo hierve a 285°C.

10. Constituye un objeto de este invento, el proporcionar un método perfeccionado para purificar el tereftalonitrilo. Otro Objeto es proporcionar un procedimiento para purificar el tereftalonitrilo a temperaturas inferiores, Otro objeto es proporcionar un proceso más rápido para purificar el tereftalonitrilo. Estos y otros objetos de este invento, resultarán evidentes en la descripción siguiente.

15. Se ha comprobado que el tereftalonitrilo forma una mezcla azeotrópica con el etilén glicol, y que puede prepararse tereftalonitrilo altamente purificado, de modo muy sencillo, por destilación de la mezcla azeotrópica. Esta mezcla azeotrópica de tereftalonitrilo y etilén glicol hierve a unos 190°C. El tereftalonitrilo puro, puede obtenerse preparando una solución que contenga desde 1 a 20 partes en peso, aproximadamente, con preferencia desde 3 a 6 partes en peso, aproximadamente, de etilén glicol para 1 parte en peso de tereftalonitrilo bruto. Estas mezclas pueden destilarse a tempe

20.

25.

30.

- 3 -  
342123



5. raturas considerablemente inferiores al punto de ebullición del tereftalonitrilo. Al enfriar el destilado azeotrópico, el tereftalonitrilo se solidifica y es fácilmente separable del etilén glicol líquido.
- La destilación puede realizarse en vacío a presiones desde 0,01 mm. hasta la presión atmosférica aproximadamente, con preferencia, desde 300 mm. hasta unos 760 mm. aproximadamente. La temperatura depende de la presión.
10. A la presión atmosférica, la temperatura de destilación será de unos 190°C. a unos 205°C. A presiones inferiores a la atmosférica, la temperatura será correspondientemente inferior. Con preferencia, la destilación se realiza en una atmósfera inerte, tal como, por ejemplo, de nitrógeno o dióxido de carbono.
15. El ejemplo siguiente aclara este invento, sin limitarlo desde luego.
- EJEMPLO.- Una mezcla formada por 100 g de tereftalonitrilo bruto-obtenido por amoxidación de para-xileno y de una pureza de alrededor de 80 %- y 300 g de etilén glicol, se calienta, en atmósfera de nitrógeno, a la presión atmosférica, en un matraz de 3 bocas, de 500 cc,
25. provisto de cabezal destilador, condensador refrigerado por aire, y matraz receptor. Al reflujo, la temperatura del cabezal destilador asciende a 190°C y empieza a destilar una mezcla azeotrópica de etilén glicol y tereftalo-
- 30.



1967

- nitrito. El material se retira de la cabeza hasta que la temperatura asciende a 205°C, en cuyo momento, la destilación se interrumpe. El destilado pesa 270 g. y al enfriarlo a la temperatura ambiente, se forman cristales blancos de tereftalonitrilo. Los cristales se filtran y se lavan con agua para liberarlos de etilén glicol residual, y se secan. La cantidad de tereftalonitrilo obtenida, es de 70 g. indicando un rendimiento de alrededor del 88% con respecto al tereftalonitrilo total de la mezcla de partida. El punto de ebullición no corregido del tereftalonitrilo, es de 224,5 - 225°C. Al mezclar una muestra de este tereftalonitrilo con una cantidad igual de tereftalonitrilo purificado por destilación convencional, no se reduce el punto de fusión.
- 5.
  - 10.
  - 15.

N O T A

- Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, 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 solicitud de patente presentada en Norteamérica con fecha 21 de junio de 1966, bajo el número Ser 559.103, acogiéndose por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que
- 20.
  - 25.
  - 30.

342123

21



constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención, por 20 años, en España:" PROCEDIMIENTO PARA PURIFICAR TEREFALONITRILLO"; caracterizándose por lo siguiente:

5.

1ª.-Procedimiento para purificar tereftalonitrilo, caracterizado porque, en una primera etapa, se destila una mezcla que contiene una parte en peso de tereftalonitrilo y de 1 a 20, preferentemente de 3 a 6 partes en peso de etilén glicol, a presiones comprendidas entre 0,01 mm. a la atmosférica, preferentemente desde 300 mm. a la atmosférica, y mejor aún a la presión atmosférica y en presencia de una atmósfera inerte, tal como nitrógeno, y en una segunda y última etapa se separa el tereftalonitrilo mediante enfriamiento y filtración del destilado.

10.

15.

20.

2ª.-Procedimiento para purificar tereftalonitrilo, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 5 hojas escritas a máquina por una sola cara.

21 JAN. 1967

Madrid,

HALCON INTERNATIONAL INC.  
J. GOMEZ ACEBO Y CAÑA  
P. P. Firmados F. Hernández Retz