

405254



405254

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

por VEINTE años

Int. Cl.<sup>2</sup>: C07C

cuyo privilegio se solicita para todo el territorio nacional, a favor del Patronato de Investigación Científica y Técnica - "Juan de la Cierva" del Consejo Superior de Investigaciones Científicas, con domicilio en calle Serrano, 150.- Madrid.- (Inventores: D. Genaro Bermejo Mayoral y D. Sabino Rodríguez Moineo), por un "PROCEDIMIENTO DE CLORACION SELECTIVA DE XILOL O MEZCLAS DE CUALQUIERA DE SUS COMPONENTES", según la siguiente

MEMORIA DESCRIPTIVA

5      La separación de los isómeros del xilol es un problema que ofrece dificultades, especialmente en lo que se refiere a los isómeros meta y para. El interés de la separación de uno de estos dos isómeros de la mezcla, estriba en que una vez conseguida, pueden obtenerse los otros tres por destilación fraccionada. El procedimiento objeto de esta patente - transforma selectivamente el metaxileno en monoclorometaxilenos que se separan por destilación, de la mezcla no clora

405254



10 da. Es asimismo de interés evitar la formación de derivados  
diclorados que dificultarían una posterior recuperación del  
metaxileno o la transformación de los mencionados monocloros  
en productos de interés industrial como por ejemplo, xileno  
les.

15 Por cloración del xilol industrial se consigue normal-  
mente una mezcla de los cloroderivados de los cuatro isóme-  
ros, bien sean mono o policlorados. El método objeto de es-  
ta patentes, permite la cloración selectiva del metaxileno  
en el xilol industrial o en mezclas de cualquiera de sus -  
componentes.

20 Para evitar la formación de derivados policlorados se  
utiliza un catalizador, encontrándose que para minimizar -  
las policloraciones resultan catalizadores efectivos los de  
rivados mono o policlorados de ácidos alifáticos de cadena  
corta o haluros metálicos, o iodo, disueltos o no, en áci--  
25 dos alifáticos de cadena corta.

Lo esencial de una instalación que utilice el método -  
que se reivindica es:

- Un reactor dotado de los necesarios mecanismos de ali-  
mentación continua de xilol, catalizador y disolvente, con  
30 dosificación de cloro y agitación.

- Un lavador continuo para eliminar cloruro de hidróge-  
no y catalizador, de la mezcla de reacción.

- Un decantador continuo para la separación de las fa-  
ses acuosa e hidrocarbonada.

35 - Columnas de destilación para la separación de los hi-  
drocarburos de sus derivados clorados y de aquellos y estos  
entre sí.

En ocasiones puede ser necesario:

40 - Un emulsificador colocado en el seno del reactor para  
la homogeneización de las fases, en el caso de que el disol-  
vente del catalizador no sea miscible con el xilol.

- Un decantador continuo, colocado entre el reactor y -  
el lavador, para separar el disolvente.

45 En estas condiciones, en presencia del catalizador, la  
cloración, con cloro gaseoso introducido en el medio de reac

405254



50 ción en flujo continuo y a cualquier velocidad, procede directamente a temperaturas de hasta 60 grados centígrados, obteniéndose cantidades muy pequeñas de derivados policlorados de los xilenos y produciéndose la cloración selectiva del metaxileno a sus derivados monoclorados.

MODO DE OPERAR

55 En un reactor dotado de los medios necesarios para realizar la reacción en continuo, agitación y control de temperatura, y de la capacidad adecuada a la cantidad de producto que se desea clorar, se introducen simultánea y continuamente xilol, que lleva disuelto el catalizador en la concentración apropiada, disolvente (si se desea), y cloro que, bajo agitación, reaccionan en un tiempo determinado que depende del flujo de cloro.

60 Los productos que fluyen del reactor, se decantan, si es posible y si no se lavan con agua en un recipiente apropiado y pasan a un decantador donde se separa la fase hidrocarbonada que se pasa a una columna de destilación. En esta se separan los hidrocarburos de los cloroxilenos. Los hidrocarburos que destilan en cabeza, pasan a una nueva columna en la que se separan etilbenceno, p-xileno y ortoxileno.

EJEMPLO 1

70 100 Kg. de xilol de composición:  
 etilbenceno ..... 24%  
 p-xileno ..... 17%  
 m-xileno ..... 41%  
 o-xileno ..... 18%

75 se introducen en un reactor de forma continua o discontinua. Del mismo modo se hacen llegar 20 Kg. de derivado clorado de un ácido alifático de cadena corta, que actúa como catalizador, por ejemplo, ácido tricloroacético, disuelto en un disolvente, por ejemplo, ácido fórmico (130 Kg.). Si no se desea utilizar el disolvente, se introduce el catalizador disuelto en xilol. Se pasa cloro a un flujo de 25 Kg./h., -

80

405254



manteniendo la temperatura a unos 35 grados centígrados por refrigeración con agua. Se decanta, se lava y destila a presión reducida.

Se obtienen:

85

a) 55 Kg. de mezcla de hidrocarburos de la siguiente composición:

etilbenceno ..... 43,3%

p-xileno ..... 26,7%

m-xileno ..... 1,5%

90

o-xileno ..... 28,5%

b) 50 kg. de monocloroxilenos de la siguiente composición:

4 cloro-m-xileno ..... 64,3%

2 cloro-m-xileno ..... 26,8%

95

2 cloro-p-xileno ..... 5,3%

4 cloro-o-xileno ..... 2,2 %

3 cloro-o-xileno ..... 1,4%

c) 3,5 Kg. de diclorometaxilenos.

EJEMPLO 2

100

100 Kg. de xilol de la misma composición a los que se ha añadido 1 Kg. de tricloruro de hierro se tratan en las mismas condiciones del ejemplo 1 obteniéndose:

a) Una mezcla de hidrocarburos de igual cuantía y composición que la a) del ejemplo 1.

105

b) 51,3 Kg. de monocloroxilenos de composición:

4 cloro-m-xileno ..... 68,2%

2 cloro-m-xileno ..... 22,8%

2 cloro-p-xileno ..... 5,1%

4 cloro-o-xileno ..... 2,3%

110

3 cloro-o-xileno ..... 1,6%

c) 2,3 Kg. de diclorometaxilenos.

EJEMPLO 3

60 Kg. de una mezcla de etilbenceno y m-xileno en la proporción 20:40, operando en las condiciones del ejemplo 2

405254



- 115 dan:
- a) 20 Kg. de etilbenceno de pureza superior al 99%
  - b) 51 Kg. de monocloro-m-xileno con una proporción del derivado 4 cloro-m-xileno al 2 cloro-m-xileno igual a 8.
  - 120 c) 2,5 Kg. de diclorometaxilenos.

REIVINDICACIONES

Se reivindica como de la nueva y propia invención la propiedad y explotación exclusiva de:

- 125 1) "Procedimiento de cloración selectiva de xilol o mezclas de cualquiera de sus componentes", caracterizado porque a un reactor dotado de los necesarios mecanismos de alimentación continua para los reactivos y catalizador, agitación y control de temperatura, y de capacidad adecuada a la cantidad de xilol que se desee tratar, se hanen llegar los reactivos en las proporciones -  
130 adecuadas manteniéndoles en él el tiempo necesario, a la temperatura precisa, para conseguir la cloración selectiva de todo el metaxileno presente a monoclorometaxilenos.
- 135 2) "Procedimiento de cloración selectiva de xilol o mezclas de cualquiera de sus componentes", según reivindicación 1 y caracterizado además porque conseguida - la cloración que se desea, los productos de la reacción fluyen continuamente a un decantador (si fuera necesario) en el que se separa el disolvente y catalizador.
- 140 3) "Procedimiento de cloración selectiva de xilol o mezclas de cualquiera de sus componentes", según reivindicaciones 1 y 2 y caracterizado además porque los -  
145 productos de reacción, separados en el decantador o no, se lavan con agua para eliminar el ácido clorhídrico y el catalizador disuelto en ellos.

*B*

405254



150 4) "Procedimiento de cloración selectiva de xilol o mezclas de cualquiera de sus componentes", según rei vindicaciones 1, 2 y 3, y caracterizado además porque los productos clorados se separan de los no clorados - por destilación fraccionada.

155 5) "Procedimiento de cloración selectiva de xilol o mezclas de cualquiera de sus componentes", según rei vindicaciones 1, 2, 3 y 4, y caracterizado además porque utiliza como agente de cloración cloro gaseoso, - que se introduce en el reactor sin límite de flujo, y como catalizador, derivados clorados de ácidos alifáti- cos o haluros metálicos o iodo, disueltos o no en áci- dos alifáticos de cadena corta.

160 6) "Procedimiento de cloración selectiva de xilol o mezclas de cualquiera de sus componentes", según rei vindicaciones 1, 2, 3, 4 y 5, y caracterizado además - porque la proporción de los derivados clorados de los ácidos alifáticos varía del 2 al 30%, la de los halu- ros metálicos y iodo del 0,1 al 2% y la de los ácidos alifáticos de cadena corta, si se utilizan, del 15 al 60%.

170 7) "Procedimiento de cloración selectiva de xilol o mezclas de cualquiera de sus componentes", según rei vindicaciones 1, 2, 3, 4, 5, 6 y caracterizado además porque el tiempo de reacción varía con la velocidad de entrada del cloro en el reactor, y la temperatura de - reacción varía de 0 a 60 grados centígrados.

175 8) "Procedimiento de cloración selectiva de xilol o mezclas de cualquiera de sus componentes", tal y co- mo se describe en el cuerpo de esta Memoria, que cons-

Be

405254



ta de siete páginas, escritas por una sola cara.

Madrid, 26 de Julio de 1.972.

*José Trullas Ferrer*

*pey*