MINISTERO DELLO SVILUPPO ECONOMICO
DIREZIONE GENERALE PER LA TUTELA DELLA PROPRIETA' INDUSTRIALE
UFFICIO ITALIANO BREVETTI E MARCHI

UIBM

DOMANDA NUMERO	**102000900886167**
Data Deposito	**03/11/2000**
Data Pubblicazione	**03/05/2002**

Sezione	Classe	Sottoclasse	Gruppo	Sottogruppo
B	01	D		

Titolo

PROCESSO DI PURIFICAZIONE PER CRISTALLIZZAZIONE DI TETRACLOROFTALONITRILI.

INTERNAZIONALE BREVETTI
Ing. Zini, Maronesi & C. s.r.l.

DESCRIZIONE dell'invenzione industriale dal titolo:

"PROCESSO DI PURIFICAZIONE PER CRISTALLIZZAZIONE DI TETRACLOROFTALONITRILI"

della CAFFARO S.p.A., con sede a Milano

MI 2000 A 002378

TESTO DELLA DESCRIZIONE

I tetracloroftalonitrili ed in particolare il tetracloroisoftalonitrile (chlorothalonil) sono importanti prodotti industriali ampiamente utilizzati in agricoltura come fitofarmaci.

I diversi processi industriali di produzione di questi composti, che sono basati su reazioni di clorurazione di dicianobenzeni, accanto a piccole quantità di sottoprodotti di scarsa importanza tossicologica, portano alla formazione di esaclorobenzene la cui presenza, anche in tracce, è dannosa per l'ambiente e per la salute.

L'esaclorobenzene è presente nei tetracloroftalonitrili in quantità legata alle condizioni operative della clorurazione quali temperatura, purezza delle materie prime, attività dei catalizzatori, ecc.

Scopo della presente invenzione è fornire un processo che porti alla sostanziale rimozione di esaclorobenzene dal chlorothalonil e che non incida troppo pesantemente sui costi di produzione.

Sorprendentemente abbiamo scoperto che tali obiettivi sono raggiunti con un processo di purificazione per cristallizzazione

C.C.I.A.A.
BREVETTI
03 NOV. 2000
MILANO

INTERNAZIONALE BREVETTI
Ing. Zini, Maronesi & C. s.r.l.

dove il contenuto di esaclorobenzene è minimizzato a valori di alcune ppm o al di sotto dei limiti di rivelabilità con rese di recupero molto elevate.

Il solvente usato è una paraffina, una isoparaffina o una cicloparaffina, con punto di ebollizione compreso tra 60°C e 380°C, o miscele di tali composti.
Di preferenza il solvente è una paraffina con un numero di atomi di carbonio tra 8 e 12.

Il processo consiste nella dissoluzione a caldo del prodotto da purificare nel solvente e nella successiva cristallizzazione per raffreddamento con recupero del prodotto cristallizzato.

Preferibilmente si opera a temperatura tra 170°C e 190°C con un rapporto CTN/solvente (g CTN/g solvente) tra 0,04 e 0,08.

Il recupero del prodotto avviene facilmente per filtrazione e la resa del processo è maggiore del 99%.

Il prodotto cristallizzato è sottoposto a ripetuti lavaggi con lo stesso solvente usato per la cristallizzazione, o con altri solventi, allo scopo di allontanare le acque madri.

Poiché le temperature a cui si opera sono elevate, si può avere formazione di sottoprodotti che, pur se presenti in quantità molto piccole, conferiscono al prodotto cristallizzato una colorazione più o meno intensa.

L'intensità della colorazione è legata al tempo di permanenza a caldo della soluzione, che deve essere inferiore preferibilmente a 60 minuti, più preferibilmente inferiore a 40

INTERNAZIONALE BREVETTI
Ing. Zini Maroscia

minuti, meglio ancora inferiore ai 30'.

L'invenzione verrà meglio compresa con riferimento ad una forma di realizzazione allegata a scopo illustrativo e non limitativo e illustrata nell'unito disegno in cui la fig. 1 rappresenta un disegno schematico dell'impianto usato per realizzare il procedimento secondo l'invenzione.

Con riferimento alla fig. 1 il procedimento secondo l'invenzione viene condotto in continuo. Il chlorothalonil da cristallizzare è alimentato tramite un dosatore per solidi posto in 10; il solvente è alimentato caldo, facendolo passare nello scambiatore di calore 11 in cui è stato fatto circolare dell'olio riscaldato.

Agendo sull'altezza del battente di solvente si regola il volume del dissolutore 12 con setto poroso 13 per ottenere un tempo di permanenza a caldo della soluzione inferiore ai 30'.

La soluzione, attraversato il setto poroso 13, passa nel cristallizzatore 14 attraverso il raccordo 15 e la guardia idraulica 16 entrambi incamiciati.

Nel cristallizzatore il tempo di permanenza è fra 30' e 60'.

Dal cristallizzatore attraverso lo scarico 17, con un sistema di troppo pieno, il prodotto cristallizzato si scarica nella beuta di raccolta, viene quindi filtrato, lavato ed essiccato.

Il processo di purificazione descritto in realzione al tetracloroisoftalonitrile può essere applicato anche ad altri

INTERNAZIONALE BREVETTI
Ing. Pi Maranesi & C. s.r.l.

nitrili policlorurati quali il pentaclorobenzonitrile, tetracloroftalonitrile, tetracloroterefталonitrile.

Le caratteristiche e i vantaggi del processo risulteranno evidenti dagli esempi descritti senza alcuna limitazione.

Esempi

Esempio 1

12 g di chlorothalonil tecnico contenente 116 ppm di esaclorobenzene sono stati disciolti in 165 g di decano in un reattore incamiciato alla temperatura di 170°C.

La temperatura è stata quindi portata lentamente a 25°C.

La cristallizzazione del chlorothalonil comincia spontaneamente alla temperatura di 165°C.

Il prodotto cristallizzato è stato recuperato per filtrazione e lavato con decano (2 lavaggi × 100g) e con cicloesano (lavaggio × 100g), quindi essiccato.

Il recupero è stato pari al 99.2% del prodotto caricato e il contenuto di esaclorobenzene nel chlorothalonil purificato era pari a 5 ppm.

Esempio 2

12 g di chlorothalonil tecnico contenente 327 ppm di esaclorobenzene sono stati sciolti in 165 g di decano in un reattore incamiciato come nell'esempio 1.

Il prodotto cristallizzato recuperato è stato lavato ed essiccato come nell'esempio 1.

Il contenuto di esaclorobenzene nel CTN purificato era pari

INTERNAZIONALE BREVETTI
Ing. Zini, Maronesi & C. s.r.l.

a 8 ppm.

Esempio 3

Nella descrizione del presente esempio si fa riferimento alla figura allegata.

1500 g di chlorothalonil tecnico contenente 162 ppm di esaclorobenzene sono stati alimentati in continuo tramite un dosatore per solidi posto in 10 con una portata di 40 g/ora.

Il decano è stato alimentato caldo, facendolo passare nel refrigerante 11, in cui è stato fatto circolare dell'olio riscaldato alla temperatura di 170°C, con una portata di 1200 cc/ora.

La concentrazione della soluzione di CTN in decano è stata di circa il 4.5%.

Agendo sull'altezza del battente di decano si è regolato il volume del dissolutore 12 con setto poroso 13 per ottenere un tempo di permanenza a caldo della soluzione inferiore ai 10 minuti.

La soluzione, attraversato il setto poroso, passa nel cristallizzatore 14, tenuto alla temperatura di 25°C, attraverso il raccordo 15 e la guardia idraulica 16 entrambi incamiciati.

Nel cristallizzatore il tempo di permanenza è stato di 30 minuti.

Dal cristallizzatore attraverso lo scarico 17, il prodotto cristallizzato si è scaricato nella beuta di raccolta, da cui è stato filtrato, quindi lavato ed essiccato.

Il contenuto di esaclorobenzene nel chlorothalonil

INTERNAZIONALE BREVETTI
Ing. Barzanò & C. s.r.l.

purificato era pari a 15 ppm.

INTERNAZIONALE BREVETTI
Ing. Zini, Maronati & C. s.r.l.

RIVENDICAZIONI

1. Procedimento per la purificazione di tetracloroftalonitrile, tetracloroisoftalonitrile o tetracloroterefталonitrile da esaclorobenzene per cristallizzazione, in cui il solvente usato è una paraffina, una isoparaffina o una cicloparaffina con punto di ebollizione compreso tra 60 e 380°C, o una miscela di tali composti.

2. Procedimento secondo la rivendicazione 1 in cui detto solvente ha una temperatura di ebollizione compresa tra 120°C e 250°C, preferibilmente tra 170 e 190°C.

3. Procedimento secondo almeno una delle rivendicazioni precedenti in cui detto solvente ha un numero di atomi di carbonio compreso tra 8 e 12.

4. Procedimento secondo almeno una delle rivendicazioni precedenti in cui un rapporto in peso tra detto prodotto da purificare e detto solvente è compreso tra 0,04 e 0,08.

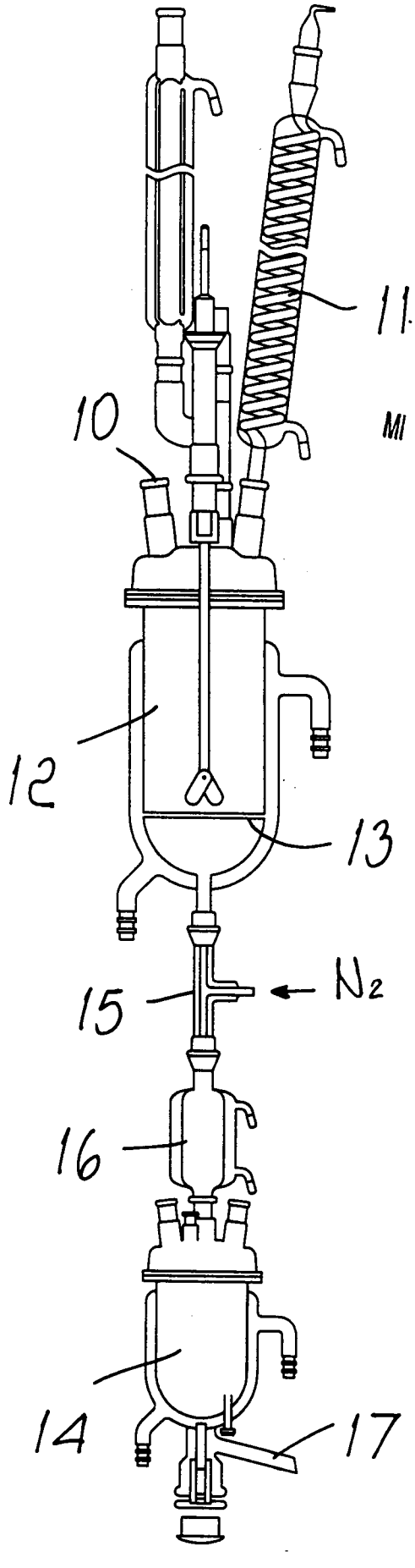
5. Procedimento secondo almeno una delle rivendicazioni precedenti in cui detta cristallizzazione viene condotta in continuo.

6. Procedimento secondo la rivendicazione 5 in cui il tempo di permanenza in un dissolutore è inferiore a 60 minuti, preferibilmente inferiore a 40 minuti, più preferibilmente inferiore a 30 minuti.

p. CAFFARO S.p.A.

Il Mandatario

INTERNAZIONALE BREVETTI
Ing. Zini, Maronati & C. s.r.l.



MI 2000A002378

Fig. 1

UNIVERSITAS MEDIOLANI · CAMERA DI COMMERCIO IND. ART. E AGRICOLTURA · MILANO

INTERNAZIONALE BREVETTI
Ing. [illegible] & C. s.r.l.