

mc/

197071

10 MA



197071

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

a favor de

D. José ANDREU MIRALLES y D. Juan ANDREU MIRALLES - de nacionalidad españoles - domiciliados en Rambla Cataluña, 66,
BARCELONA,

por:

" Procedimiento para la preparación de o.oxibenzoato sódico "

-----:000:-----

M e m o r i a D e s c r i p t i v a

La preparación del o.oxibenzoato sódico por los procedimientos clásicos presenta el inconveniente de que el producto se mancha con mucha facilidad si no se emplean

10 MAR



197071

5 materias primas de rigurosa pureza. A pesar de que se tenga la precaución de dejar la mezcla salina con reacción ligeramente ácida se presentan los inconvenientes señalados, inconvenientes que se aumentan de manera extraordinaria si la reacción es neutra o alcalina, ya que en tal caso el producto oscurece notablemente durante la desecación.

10 En síntesis, el proceso industrial de fabricación del o.oxibenzoato sódico por el método clásico se basa en la trituración con poca agua y en recipiente recubierto de esmalte inatacable, y exento de hierro, de 16,5 partes de ácido o.oxibenzoico con 10 partes de bicarbonato sódico seguida de desecación en la estufa a 50-60°. Para la obtención de o.oxibenzoato sódico puro se precisa completar el proceso mediante una purificación conveniente.

15 Para ello se recurre de ordinario a la cristalización en alcohol etílico, del producto resultante de la neutralización del ácido o.oxibenzoico con el bicarbonato sódico. Así se obtiene el o.oxibenzoato sódico en forma de pequeños cristales escamosos, blancos y brillantes.

20

La presente patente tiene por objeto un procedimiento para la preparación del o.oxibenzoato sódico, con el que se eliminan los inconvenientes de los procedimientos conocidos, y se consigue además una mayor economía de obtención por suprimirse las operaciones de la trituración previa

25 y la ulterior cristalización para purificar el o.oxibenzoato sódico obtenido, y por recuperarse varios de los productos empleados, que pueden así ser nuevamente utilizados en el proceso de obtención.

30 Este procedimiento consiste esencialmente en disolver el ácido o.oxibenzoico en alcohol y neutralizarlo



197071

con bicarbonato sódico, obteniéndose una solución de o.oxibenzoato sódico que, al enfriar, cristaliza en estado puro.

Esta neutralización del ácido o.oxibenzoico se efectúa, según el presente procedimiento, en caliente, añadiendo lentamente bicarbonato sódico puro a una solución al 10-15% de ácido o.oxibenzoico en alcohol de 80%. La solución de o.oxibenzoato sódico así obtenida, se filtra y se deja enfriar con lo que se separa el producto en forma de hojuelas blancas, muy brillantes. El disolvente que se separa de estos cristales es de ordinario útil para realizar con él una nueva obtención de o.oxibenzoato, mediante la oportuna adición de ácido o.oxibenzoico y de bicarbonato sódico. Su empleo continuado en este sentido viene limitado por la coloración oscura que va adquiriendo debido a las impurezas de las materias primas y a los productos de oxidación que se forman en la calefacción.

Cuando el grado de este oscurecimiento hace imposible continuar aprovechando el disolvente, puede recuperarse el alcohol contenido en el mismo, por destilación en un alambique apropiado, y del residuo oscuro de o.oxibenzoato sódico resultante de esta destilación, puede obtenerse de nuevo el ácido o.oxibenzoico. Para ello basta disolverlo en agua, decolorar con carbón, filtrar y precipitar por acidificación con ácido clorhídrico. El ácido o.oxibenzoico así obtenido es útil para usarlo de nuevo en el proceso de fabricación objeto de esta patente.

Para la obtención del o.oxibenzoato sódico por el procedimiento descrito pueden utilizarse indistintamente el bicarbonato sódico puro o el carbonato sódico seco puro. No es utilizable el carbonato sódico cristalizado por cuanto su contenido en agua de cristalización perturba la buena mar-



197071

cha de la cristalización. Tampoco se puede utilizar el hidróxido sódico puro por cuanto éste reacciona no sólo con el oxhidrilo carboxílico del ácido o.oxobenzoico sino también con su oxhidrilo fenólico.

5 La preparación del o.oxibenzoato por el procedimiento objeto de esta patente queda sucintamente expuesta en el ejemplo siguiente:

10 En un alambique de aluminio o de fundición esmaltada de capacidad apropiada, provisto de refrigerante de reflujo del propio material, se disuelven 16,5 partes de ácido o.oxibenzoico en 50 partes de alcohol de 80° en caliente y se adicionan luego lentamente, para dar lugar al desprendimiento de anhídrido carbónico, 10 partes de bicarbonato sódico puro. Se mantiene unos minutos en ebullición, se filtra,
15 y se deja enfriar. A las 24 horas puede recogerse el o.oxibenzoato formado en la proporción de unas 16 partes. Para la filtración debe utilizarse material de vidrio, aluminio, o fundición esmaltada. Es requisito indispensable, en el caso de utilizar este último material, el que su estado sea irreprochable ya que una pequeña grieta es suficiente para
20 que quede manchado el producto obtenido.

-----: N O T A :-----

25 Se reivindica como objeto de esta patente:

1.- Procedimiento para la preparación de o.oxibenzoato sódico, caracterizado por tratar en caliente una solución de ácido o.oxibenzoico en alcohol, con bicarbonato sódico puro o con carbonato sódico seco puro, filtrar la solución resultante y dejarla enfriar para que cristalice el o.oxibenzoato sódico puro.
30

10 MAR
197071



2.- Procedimiento según la reivindicación anterior, caracterizado por disolver en caliente 16,5 partes de ácido o.oxibenzoico en 50 partes de alcohol de 80%, adicionar luego lentamente 10 partes de bicarbonato sódico puro y, después de mantener la solución en ebullición durante unos minutos, filtrar esta solución y dejarla enfriar durante 24 horas.

3.- Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la reacción se lleva a cabo en un alambique de aluminio, fundición esmaltada, o de otro material inatacable, provisto de refrigerante de reflujo del mismo material, y porque para la filtración se emplean también estos mismos materiales.

4.- Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque de las aguas madres resultantes de la cristalización del o.oxibenzoato sódico, se recupera el alcohol empleado como disolvente por destilación en un alambique apropiado, y del residuo oscuro de esta destilación se recupera el ácido o.oxibenzoico, disolviéndolo en agua, decolorándolo con carbón, filtrándolo y precipitando por acidificación con ácido clorhídrico.

5.- Procedimiento para la preparación de o.oxibenzoato sódico.

Esta memoria consta de cinco páginas, escritas por una sola cara.

BARCELONA, 10 MAR. 1951

P.A.
NOTA ESPECIAL
P.C.