



199501

199501

PATENTE DE INVENCION

por 20 años

por "UN PROCEDIMIENTO PARA PURIFICAR COMPUESTOS ORGANICOS", a favor de Aktiebolaget Bofors, de nacionalidad sueca, domiciliada en Bofors (Suecia). Con prioridad de la patente sueca nº 7.646/1950, presentada el 7 de septiembre de 1950.

=====

MEMORIA DESCRIPTIVA

La recurrente ha ideado y puesto en ejecución práctica un nuevo procedimiento para purificación de compuestos orgánicos, por lo que, dentro del plazo previsto en los convenios internacionales, solicita se le garantice en su propiedad y exclusiva explotación en España, mediante la concesión de la patente de invención a que se refiere la presente memoria descriptiva.

Los productos brutos que se obtienen, por ejemplo, por oxidación catalítica o por oxidación con ácido nítrico, contienen siempre cantidades mayores o menores de productos secundarios, los cuales en el caso de oxidación, por nítrico principalmente, se presentan en forma de nitro-compuestos. La purificación del producto bruto para separar estos productos secundarios, ofrece a menudo dificultades conside-



15. rables. Un método corriente de purificación es la utilización de agentes reductores con objeto de convertir los productos secundarios en compuestos solubles en agua. Se conoce la reducción de compuestos difícilmente solubles en agua mediante una mezcla de bisulfito sódico y ácido fórmico en solución ácida, y con bisulfito sódico solo o sulfito cálcico en solución ácida.

25. El invento aquí descrito, se refiere a un método para purificar compuestos orgánicos, en especial aquéllos que son difícilmente solubles en agua pura o en medio ácido, pero solubles en medio alcalino mediante reducción de los nitro-compuestos y otros compuestos reducibles que aparecen como impurezas de aquéllos, quedando transformados en sustancias fácilmente solubles en agua por tratamiento del producto bruto en solución alcalina con anhídrido sulfuroso o un compuesto orgánico sulfonado, por ejemplo ácido benzosulfónico o toluolsulfónico. El SO_2 gaseoso se introduce a presión atmosférica en la solución alcalina a temperatura elevada. También puede añadirse el SO_2 en estado líquido o disuelto en un disolvente adecuado o mediante un compuesto que fácilmente desprenda SO_2 bajo las condiciones vigentes durante la purificación. Tiene, pues, lugar, una reducción de los subproductos reducibles al mismo que se inicia una decoloración de la solución. En ciertos casos, puede ser conveniente continuar el tratamiento con SO_2 hasta que se forme una solución ácida, con lo que el producto principal, purificado, se obtiene directamente en forma cristalizada. En otros casos, es más ventajoso interrumpir el tratamiento con SO_2 en el momento en que el producto principal muestre tendencia a precipitar. La solución se acidifica con ácido mineral o ácido orgánico más fuerte después de la reducción y el producto principal precipitado se somete a tratamiento ya conocido. Es general-
- 30.
- 35.
- 40.
- 45.



mente necesario un cierto exceso de alcali, y se regula éste según el contenido de impurezas en el producto bruto, de tal manera que la reducción sea completa.

De acuerdo con el invento arriba descrito, el procedimiento ofrece muchas ventajas. El SO_2 es un producto barato, fácilmente dosificable y que puede recuperarse después de la purificación para volverlo a utilizar. Además, se alcanza una purificación y decoloración perfecta del producto principal.

A continuación se indican ejemplos del procedimiento. No obstante, el invento no queda limitado a los compuestos citados en los ejemplos, sino que encierra procedimientos de purificación de productos brutos de naturaleza varia difícilmente solubles en disoluciones acuosas neutras o ácidas y que contengan productos secundarios reducibles mediante SO_2 .

Primer ejemplo. Acido benzoico bruto con 16% de nitrocompuestos se extrae cuidadosamente con agua, a fin de separar los productos solubles. El producto húmedo se disuelve luego en amoníaco diluido hasta obtener una solución al 10% con respecto al ácido benzoico y con un exceso de amoníaco de alrededor de 40%. Se inyecta SO_2 lentamente a presión atmosférica elevando la temperatura a unos 60-70°C hasta que el color rojo obscuro haya cambiado a un tono más claro y el anhídrido sulfuroso haya hecho precipitar el ácido benzoico. Al ácido benzoico puro se trata de manera ya conocida y contiene menos de 0,01% de nitrocompuestos, presenta color blanco y un peso equivalente que coincide con el valor teórico.

Segundo ejemplo. Acido tereftálico bruto con alrededor de 7% de nitrocompuestos, se disuelve en amoníaco como en el ejemplo anterior, aunque aquí con sólo 10% de exceso de amoníaco, inyectando luego SO_2 lentamente a presión



atmosférica y elevando la temperatura a 70°C. Se inyecta sólo la cantidad de SO₂ necesaria para la reducción de los nitrocompuestos. Se interrumpe, por tanto, la entrada de SO₂ en el momento en que el ácido tereftálico muestra tendencia a precipitar. La disolución se deja reposar a la temperatura elevada durante aproximadamente una hora a fin de que la reducción sea completa.

El ácido tereftálico se separa luego por precipitación con ácido mineral y se continúa su tratamiento de manera conocida. El contenido de nitrocompuestos en el ácido tereftálico se halla por debajo de 0,07%. El ácido tereftálico es blanco o ligeramente verdoso.

Tercer ejemplo. El ácido tereftálico bruto, con alrededor de 7% de nitrocompuestos y aún conteniendo ácido toluílico como impureza, se lava primeramente con agua caliente y se lleva a ebullición bajo agitación, con dos veces su peso de alcohol etílico, durante una hora. El alcohol etílico se separa luego por filtración en caliente. El ácido tereftálico se vuelve a lavar con agua y se trata luego como en el ejemplo segundo. Se obtiene un producto blanco, cuyo peso equivalente coincide aproximadamente con el valor teórico, y que contiene menos de 0,07% de nitrocompuestos.

A los efectos legales de la patente que se solicita, serán variables todos cuantos detalles no afecten, alteren, cambien o modifiquen la esencia del procedimiento descrito.

N O T A.

Se reivindica como objeto de esta patente de invención:

1. Un procedimiento para purificar compuestos orgánicos, separando las impurezas reducibles y difícilmente solubles en agua, mediante solubilización de dichas impurezas por reducción, pudiendo la reducción ir precedida de un lavado o extracción con agua u otros disolventes, que está caracteriza-



115. do porque la reducción se efectúa en medio alcalino, utilizando como agente reductor, anhídrido sulfuroso, derivados orgánicos del anhídrido sulfuroso, o también compuestos que, en las condiciones imperantes durante el ensayo, desprendan fácilmente SO_2 .

120. 2. El propio procedimiento de la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que el SO_2 se suministra a la disolución alcalina en forma gaseosa.

3. El propio procedimiento de la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que el SO_2 se suministra a la disolución alcalina en forma líquida.

125. 4. El propio procedimiento de la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que el SO_2 se suministra a la disolución alcalina embebido en un agente absorbente.

130. 5. El propio procedimiento de la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que el SO_2 se suministra a la disolución alcalina disuelto en un disolvente.

6. El propio procedimiento de la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que el producto bruto se someta antes de la reducción a un lavado con agua, alcohol u otro disolvente.

135. Sean cuales fueren las circunstancias que concurren en la esencialidad de la patente de invención definida en las anteriores reivindicaciones, cual objeto, es:

7. UN PROCEDIMIENTO PARA PURIFICAR COMPUESTOS ORGANICOS.

140. Consta la presente memoria de cinco hojas foliadas y mecanografiadas por una sola cara.

Barcelona a tres de septiembre de mil novecientos cincuenta y uno.

p.a. de Aktiefbolaget Bofors,

L. DURÁN