

236208

Expediente núm.

AÑO 1957.



REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL

236208

PATENTE DE INVENCIÓN

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se acompaña a la solicitud de

una **PATENTE DE INVENCIÓN** por veinte años, en España

a favor de

JOH. A. BENCKISER G.m.b.H. Chemische Fabrik, de nacionalidad
alemana, domiciliado en **LUDWIGSHAFFEN am Rhein**,
calle de **Frankenthaler Strasse**, (**Alemania**) núm. **3**.

por:

«**Procedimiento para preparar puros y enriquecer ácidos
orgánicos**».

Nº 1825

Agente Sr. **Fernández Pascual**.



2

236208

23 6 2 0 8

MEMORIA DESCRIPTIVA
 de una Patente de invención a nombre de:
 JOH. A. SCHLICKER G.m.b.H., Chemische Fabrik,
 de nacionalidad alemana, domiciliada en
 LUDWIGSHAFEN am Rhein, Frankenthaler
 Strasse, 3, (Alemania); por: "PROCEDIMIENTO
 PARA PREPARAR PUROS Y ENRIQUECER
 ÁCIDOS ORGÁNICOS".-

... ..

El presente procedimiento se refiere a la preparación de ácidos orgánicos puros y a su enriquecimiento de disoluciones acuosas partiendo de los correspondientes ácidos impuros.

5 Ya se ha publicado el que los ácidos orgánicos pueden separarse de sus disoluciones acuosas con auxilio de permutadores de aniones, (F. WILSON u. N. A. KLAUS; J. Am. Chem. Soc. 77, 329, y J. SCHUBERT, Analyt. Chem. 22, 1359), aunque
 10 aquí se trata de métodos analíticos. Procedimientos industriales, en los que los ácidos orgánicos que se han de purificar se fijan en un permutador de aniones y se eluyen de él no se han dado a conocer hasta el presente.



236208

además en los métodos analíticos hasta ahora publica-
dos se presentaban grandes dificultades en la elución del
15 ácido del permutador. Como en general se quiere obtener el
ácido orgánico libre y no sus sales, la elución debe reali-
zarse con agua. Sin embargo el ácido que está fijado en
forma salina por el permutador de aniones, se eluye del
agua mucho más lentamente que por los medios usuales elui-
20 dores y regeneradores que aquí no pueden emplearse para
permutadores de aniones, por ejemplo lejía de sosa cáusti-
ca. La consecuencia es que el ácido se obtiene en disolu-
ción acuosa muy diluida, por lo que se pone en tela de jui-
cio la economía del procedimiento.

25 Ahora bien, sorprendentemente se ha descubierto que
pueden suprimirse estos inconvenientes por el hecho de
que el ácido impuro puesto dado el caso, precedentemente
en disolución acuosa se conduzca sobre un permutador de
aniones en la forma OH y el ácido orgánico absorbido por
30 la resina permutadora se eluye por medio de un ácido volá-
til con vapor de agua o por medio de un ácido cuyo anhídri-
do sea gasiforme entre la temperatura del local y la de ebu-
llición del agua.

Como ácidos de esta clase señalaremos por ejemplo el
35 ácido carbónico, el ácido sulfuroso, el ácido fórmico entre
otros muchos.

Puede procederse bien eluyendo directamente con uno
de los ácidos caracterizados según el invento, bien produ-
ciendo éste ácido solo durante la elución en el ácido. Esto
40 puede realizarse eluyendo con H_2O e introduciendo al mismo
tiempo el anhídrido gasiforme por abajo en el ácido. Una forma
especial de ejecución es la elución bajo presión, por ejemplo
bajo presión de CO_2 .



236208

45 Una ventaja notable de éste procedimiento se halla en que el ácido orgánico no solo se purifica por el procedimiento sino que además puede al mismo tiempo enriquecerse cuando se puede trabajar una disolución diluída de partida.

50 Después de una elución casi completa del ácido orgánico el material permutador se encuentra en la forma de una sal del ácido empleado para la elución. La regeneración en la forma OH se realiza de modo sencillísimo tratando la resina con agua caliente o vapor. Mediante hidrolisis se origina por un lado la forma OH de la resina y por otro lado el anhídrido gasiforme del ácido que es poco soluble en agua
55 caliente y escapa. En la posibilidad de usar nuevamente este anhídrido ácido nada impurificado se encuentra una ventaja importante del invento.

60 Después de la regeneración la resina se encuentra en su mayor parte en forma OH. Si se quiere convertir totalmente la resina en la forma OH, entonces se regenera luego también con un poco de lejía, por ejemplo lejía de sosa cáustica, pudiendo obtenerse como sal sódica los residuos del ácido orgánico que todavía quedan en la columna.

65 Las disoluciones puras obtenidas por este procedimiento de ácidos orgánicos no volátiles contienen todavía el ácido empleado para la elución. Sin embargo este contenido no perturba la marcha de la ulterior elaboración. Concentrando la disolución como se requiere para la cristalización, escapa el anhídrido gasiforme del ácido empleado para la elución
70 en su mayor parte y se vuelve a emplear como arriba se ha indicado. Las trazas que todavía quedan en la disolución no perturbán la cristalización y quedan en las aguas madres en



75 el caso peor. Tampoco es posible que se enriquezcan estas trazas en las aguas madres que pueden emplearse repetidas veces, pues la concentración del anhídrido gasiforme se limita hacia arriba por su solubilidad en la disolución caliente concentrada del ácido orgánico.

Los siguientes ejemplos aclararán más el invento sin limitarlo.

80 Ejemplo 1.

85 Sobre una columna que está llena con un litro de resina permutadora de aniones por ejemplo: Lewatita MN - un producto de condensación que contiene libres grupos amino o imino - en la forma OH se introducen 5 litros de disolución de ácido cítrico impuro al 15 %, obtenida de citrato cálcico por reacción con ácido sulfúrico y eliminación del sulfúrico en exceso mediante carbonato de bario, con un contenido de cenizas de 2,9 %. Después de atravesar la disolución la resina queda cargada en próximamente el 80 % de su capacidad. Para eliminar la disolución de ácido cítrico impuro que todavía queda en el lecho de resina, se lava 90 nuevamente esta disolución con 200 cm³ de agua y se recoge separadamente. Esta disolución de expulsión se vuelve luego a emplear.

95 Inmediatamente se lava el cambiador con 2,5 litros de ácido sulfuroso con un contenido de 7 g de SO₂/100 cm³ de agua, preparada mediante una corriente de anhídrido sulfuroso en agua. Esta cantidad de ácido sulfuroso es suficiente para eluir el 95 - 98% del ácido cítrico absorbido por 100 la resina (en total unos 400 g). La disolución así obtenida de ácido cítrico puro tiene una concentración de unos 18 % y



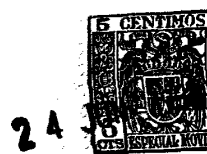
105 contiene todavía anhídrido sulfuroso el cual sin embargo escapa al hervir al vacío hasta quedar unas trazas y se recoge en agua para la operación inmediata. El contenido de ceniza de la disolución de ácido puro ha descendido a 0,09 %. Mediante cristalización se obtiene ácido cítrico purísimo.

110 Para la regeneración de la resina se introducen por encima de la columna unos 3 litros de agua caliente de los que los 200 cm³ que primero salen, se emplean para lavar el ácido impuro existente en la columna en el ciclo inmediato. Este agua de lavado puede utilizarse al mismo tiempo como lavado previo para recoger nuevamente el SO₂ que escapa al concentrar el ácido cítrico purificado. Luego sirve de ácido eluidor para el proceso inmediato.

115 Ejemplo 2.

Sobre una columna llena de 1 litro Dowex 2 - un producto de condensación que contiene el grupo amino o imino libre - en la forma de OH, se vierten 8 litros de una lejía impura de cristalización con un contenido de 11 % de ácido tártrico que se ha decolorado de antemano mediante carbón activo.

125 Después de lavar el ácido con 200 ccm de agua se agregan a la elución sobre la columna unos 3 litros de agua fría, mientras que al mismo tiempo se introduce anhídrido carbónico por una tobera situada por debajo en la columna. La corriente de anhídrido carbónico se ajusta tan enérgica que la resina en la columna se revuelva también notablemente. La disolución eluída pura de ácido tartárico tiene una concentración de unos 18 % y un contenido de cenizas de 0,14 % frente a 3,4% antes de la purificación.



236208

230 Ejemplo 3.

135 Sobre una columna llena de 25 ccm de Dowex 2 - un produc-
to de condensación que contiene grupos amino o imino libres -
en forma de OH, se agregan 300 ccm de una disolución al 6 %
próximamente de ácido glutamínico que contiene impurezas
180 orgánicas no disociadoras. Después la disolución que queda
en la columna se lava con unos 10 ccm de agua. El aminoácido
se eluye ahora con 50 ccm de agua saturada de CO₂. El eluato
saliente contiene unos 16,2 % de ácido glutamínico. Concen-
trando esta disolución por evaporación al vacío, escapa el
180 CO₂.

. - . N O T A . - .

Se reivindica como nuevo y de propia invención:

145 1.- Procedimiento para preparar puros y enriquecer ácidos
orgánicos partiendo de los correspondientes ácidos impuros, ca-
racterizado porque el ácido impuro dado el caso puesto de an-
temano en disolución acuosa se conduce sobre un permutador de
aniones en la forma OH y el ácido orgánico absorbido por la
resina permutadora se eluye mediante un 'ácido volátil con
vapor de agua cuyo anhídrido es gasiforme entre la tempera-
150 tura del local y la temperatura de ebullición del agua.

155 2.- Procedimiento según lo reivindicado en el punto 1,
caracterizado porque el ácido empleado para la elución se
incorpora como tal sobre el permutador de aniones o se forma
en él durante la elución de un anhídrido gasiforme y agua
dado el caso empleando presión.



23 6 2 0 8

3.- Procedimiento según lo reivindicado en los puntos 1 o 2, caracterizado porque la regeneración del permutador se realiza lavando con agua caliente.

160

4.- PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR PUROS Y ENRIQUECER ACIDOS ORGANICOS.-

Tal como se describe y reivindica en la presente Memoria Descriptiva que consta de siete hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 24 de Junio de 1.957.

ANTONIO FERNANDEZ PASQUAN
P.