

AÑO 1958

Expediente núm.



245855

REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL

PATENTE DE INVENCIÓN

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se acompaña a la solicitud de

una **PATENTE DE** Invención por 20 años, en España

a favor de

Union Chimique Belge S.A., de nacionalidad

Belga domiciliado en Bruselas (Belgica)

calle de núm.

por:

PROCEDIMIENTO CONTINUO DE PREPARACION DE ANHIDRIDO MALEICO INCOLORO
MUY PURO, POR DESHIDRATACION

Nº 11278

Agente Sr. D. Francisco Javier Plaza.

245855



245855

M E M O R I A D E S C R I P T I V A

DE UNA PATENTE DE INVENCION POR VEINTE AÑOS EN ESPAÑA A FAVOR DE UNION CHIMIQUE BELGE S.A., DE NACIONALIDAD BELGA, RESIDENTE EN BRUSELAS (BELGICA).

s o b r e :

"PROCEDIMIENTO CONTINUO DE PREPARACION DE ANHIDRIDO MALEICO INCOLORO MUY PURO, POR DESHIDRATAACION DEL ACIDO MALEICO".



2 45 855

Este invento se refiere a un procedimiento continuo de preparación de anhídrido maleico incoloro muy puro, por deshidratación del ácido maleico.

5.- Según el invento se introduce una solución acuosa de ácido maleico en una columna de destilación y se mezcla con los vapores de un disolvente orgánico halogenado que hierva a más de 145°C. La deshidratación del ácido maleico para formar anhídrido maleico se produce con separación de agua. La mezcla binaria-agua-disolvente se extrae en la parte superior de la columna.

10.- Según una característica del invento, el disolvente halogenado se separa de la mezcla binaria y repite el ciclo en la columna de destilación.

La solución acuosa de ácido maleico introducida en la columna contiene del 40 al 60% de ácido y, preferentemente el 50%.

15.- Esta solución se prepara **disolviendo** en agua ácido maleico obtenido por la oxidación catalítica del benceno en la fase de vapor. La solución de ácido maleico contiene ventajosamente un catalizador de deshidratación, como el ácido sulfúrico o el ácido p-tolueno-sulfónico.

20.- El disolvente orgánico halogenado que tiene un punto de ebullición superior a 145 °C es, por ejemplo un tetracloreto, y más especialmente el 1.1.2.2-tetracloreto, que hierva a 146°C.

25.- Al anhídrido maleico preparado según el presente invento es prácticamente incoloro, después de la destilación tiene una coloración APHA que no excede de 20. Este producto tiene un alto grado de pureza, funde a 52,4°C y tiene un contenido de más del 99% de anhídrido maleico.

Con los procedimientos conocidos de preparación del anhídrido maleico no es posible obtener un producto más puro e incoloro.

30.- Además el procedimiento del invento tiene la ventaja de ser más económico que el procedimiento conocido en que se emplea xile-



no como disolvente. El calor de vaporización del 1.12.2-tetracloreano (54,9 cal. /g.) es inferior al del xileno (82,0 cal./g.).

El procedimiento del presente invento puede realizarse ventajosamente en un aparato como el que se esquematiza, y a título de ejemplo, en el plano que se acompaña.

5.-

En el plano 1^a, es una columna de cobre llena de anillos Raschig de porcelana (que no están representados).

La columna de destilación está provista de una cámara colectora de vapor (2).

10.-

En la parte inferior de la columna se halla una cámara colectora (3) para la mezcla disolvente-anhídrido maleico.

El aparato va equipado con las siguientes conexiones tubulares:

15.-

Un tubo (4) para introducir la solución acuosa del ácido maleico; un tubo (5) para extraer los vapores de la mezcla binaria; tubos (8 y 9) para introducir el disolvente, y un tubo de descarga (10) del anhídrido maleico. Los tubos (8 y 9) están provistos de válvulas (11 y 12) para controlar la circulación del disolvente.

20.-

Las diferentes partes de la columna están aisladas y dotadas de dispositivos de calentamiento graduables.

Los vapores de la mezcla binaria que salen por el tubo (5) pasan a través de un condensador (6) y el producto condensado afluye a un separador (7), yendo dispuesto un tubo (13) para extraer el agua.

25.-

El procedimiento puede ponerse en práctica como se describe en el siguiente ejemplo.

EJEMPLO:

30.-

A través del tubo (4) se introduce en la columna (1) una solución acuosa que contiene el 50% de ácido maleico y el



45855

0,70% de ácido sulfúrico, y se introduce un volumen esencialmente igual de tetraclorotano a través de los tubos (8 y 9).

5.- La deshidratación de un mol de ácido maleico se produce con liberación de un mol de agua. El agua de la solución acuosa se evapora rápidamente y el ácido maleico se descompone y se forma una mezcla binaria con los vapores de tetraclorotano. Esta mezcla recogida en la cámara (2) en la parte superior de la columna, pasa a través del condensador (6). El líquido obtenido afluye al separador (7), en el que la capa superior, que consiste en agua pura, se extrae por el tubo (13), y estando constituida la capa inferior por el tetraclorotano, puede volver a repetir el ciclo mediante los tubos (8 y 9).

10.- A través del tubo (10) se descarga la mezcla de anhídrido maleico bruto y tetraclorotano recogida en la cámara (3). Dicha mezcla se purifica mediante destilación fraccionada y se repite el ciclo con el tetraclorotano recuperado.

15.- Se recoge anhídrido maleico con un rendimiento del 95% de la cantidad de ácido maleico introducido en la columna.

20.- Para la economía y eficacia de la operación son importantes los puntos siguientes:

25.- La introducción del disolvente en la columna debe realizarse simultáneamente por los tubos (8 y 9). Regulando las proporciones del líquido que fluye por cada uno de los tubos (8 y 9), es posible evitar el calentamiento superfluo y limpiar la columna continuamente.

La relación de los volúmenes introducidos de disolvente y solución acuosa del ácido maleico, puede variar entre 0,85 y 1,15.

30.- La temperatura de la cámara colectora (3) puede hallarse entre 175 y 190°C, la de la parte inferior de la columna (1),



2 45855

entre 160 y 185°C, y la de la zona en que se introduce la solución acuosa de ácido maleico, entre 115 y 125°C.

La temperatura de la parte superior de la columna y de la cámara (2) deberá ser de unos 100 a 120°C. De este modo, se reduce al mínimo la cantidad de ácido maleico sin transformar.

5.-

NOTA

En resumen, la presente solicitud recaerá sobre las siguientes reivindicaciones:

- 10.- 1ª.- Procedimiento continuo de preparación de anhídrido maleico incoloro y sumamente puro por deshidratación del ácido maleico, caracterizado en que se introduce continuamente una solución acuosa de ácido maleico, en los vapores de un disolvente halogenado que tiene un punto de ebullición superior a 145°C, en una columna de destilación, y en que se elimina la mezcla binaria agua-disolvente, en la misma proporción que se forma, por destilación, separándose el disolvente halogenado de la mezcla binaria y reintegrándose a la columna.
- 15.- 2ª.- Procedimiento, según la reivindicación 1ª., caracterizado porque se emplea tetracloreto como disolvente.
- 20.- 3ª.- Procedimiento, según las reivindicaciones 1ª y 2ª., caracterizado porque dentro de un periodo dado, la relación de los volúmenes de disolvente y de solución acuosa de ácido maleico introducidos en la columna, está comprendida entre 0,85 y 1,15.
- 25.- 4ª.- Procedimiento, según las reivindicaciones 1ª y 3ª., caracterizado porque el disolvente se introduce simultáneamente por la parte superior e inferior de la columna.
- 30.- 5ª.- Procedimiento, según las reivindicaciones 1ª a 4ª., caracterizado porque se mantienen temperaturas del orden de 175-190°C en la parte inferior del aparato; 160-185°C en la parte inferior de la columna; 115-125°C en la zona en que se introduce



la solución de ácido maleico, y 100-120°C en la parte superior de la columna y en una cámara colectora para la mezcla binaria.

5.- 6ª.- Procedimiento, según las reivindicaciones 1ª a 5ª, caracterizada porque se introduce en la columna una solución acuosa de ácido maleico que tiene una concentración comprendida entre el 40 y el 60%, preferiblemente el 50%.

10.- 7ª.- Procedimiento, según las reivindicaciones 1ª a 6ª caracterizado porque se introduce en la columna una solución acuosa de ácido maleico que contiene un catalizador de deshidratación.

8ª.- PROCEDIMIENTO CONTINUO DE PREPARACION DE ANHIDRIDO MALEICO INCOLORO MUY PURO, POR DESHIDRATAACION DEL ACIDO MALEICO.

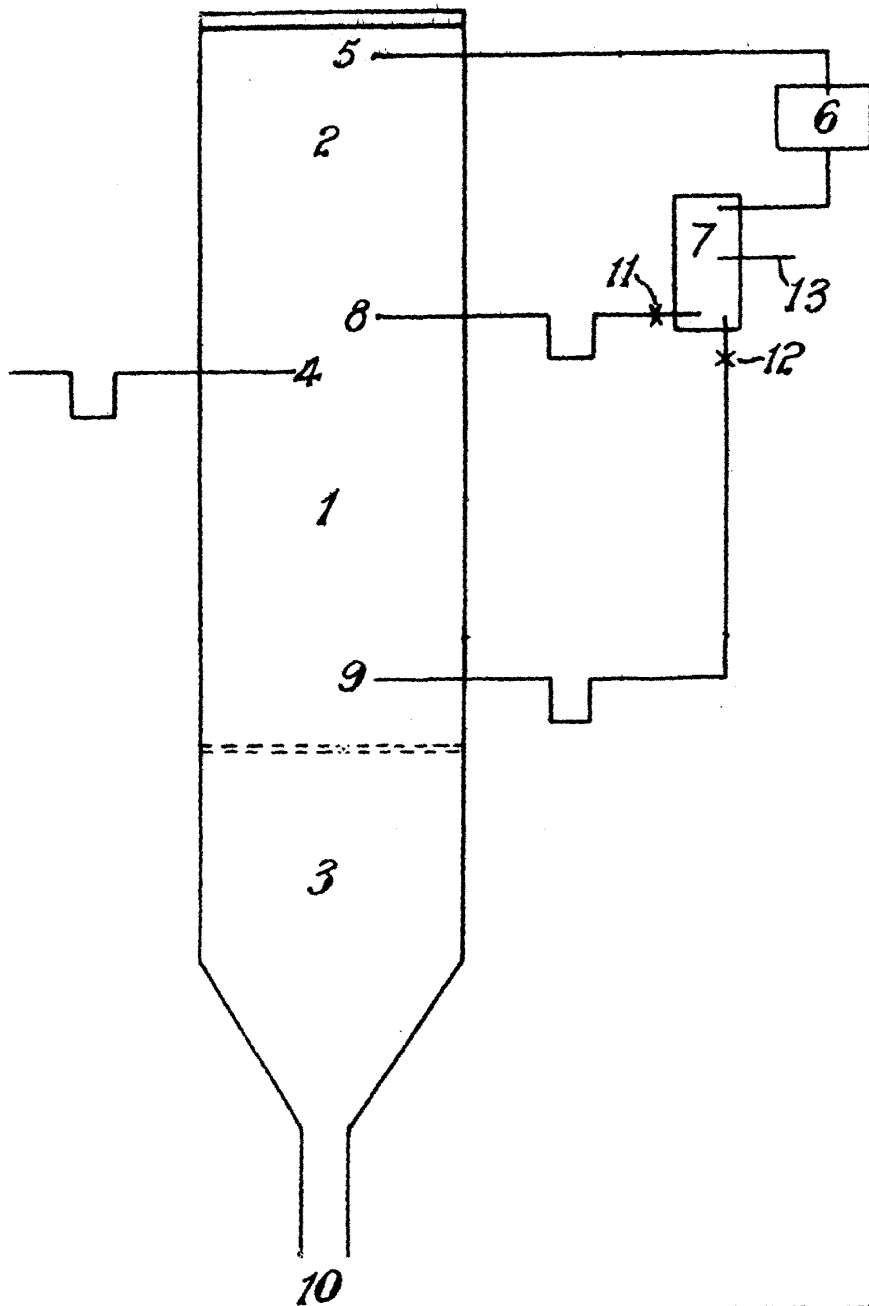
15.- Según se describe en la presente memoria que consta de seis hojas escritas a máquina por una sola cara y dibujos.

Madrid a

DIC 1958



2 45855



ESCALA VARIABLE
9-12-1958

Handwritten signature or initials