

AÑO 1959.

Expediente núm.



249065!

# 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

MONTECATINI, Società Generale per l'Industria Mineraria e Chimica, de nacionalidad

italiana domiciliado en MILANO (Italia)

calle de Via F. Turati núm. 18

por:

«PROCEDIMIENTO PARA RECUPERAR PENTAERITRITOL Y FORMIATO ALCALINO DEL AGUA MADRE OBTENIDA EN EL PROCESO DE PRODUCCION DEL PENTAERITRITOL».

Nº 13745

Agente Sr. JAIME ISERN MIRALLES.



249065

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

por "PROCEDIMIENTO PARA RECUPERAR PENTAERITRITOL Y FORMIATO AL-  
CALINO DEL AGUA MADRE OBTENIDA EN EL PROCESO DE PRODUCCION DEL  
PENTAERITRITOL", a favor de la firma italiana MONTECATINI, SO-  
CIETA GENERALE PER L'INDUSTRIA MINERARIA E CHIMICA, domiciliada  
en MILANO (Italia) Via F. Turati, 18.

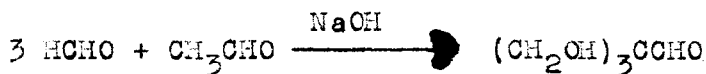
= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Este invento se refiere a un procedimiento para recu-  
perar pentaeritritol y formiato alcalino del agua madre obte-  
nida en la producción de pentaeritritol.

Normalmente, el pentaeritritol se produce condensando  
5. formaldehido con acetaldehido en un medio alcalino.

La reacción principal que conduce a su formación puede  
esquematzarse así:



249065

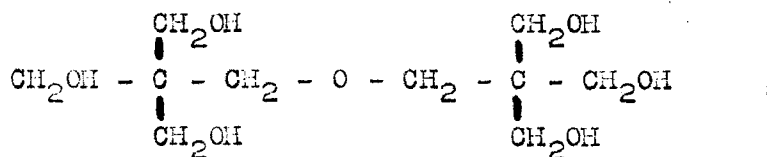
29 A



En calidad de agente alcalino puede emplearse una amplia serie de compuestos, tales como hidróxidos o carbonatos alcalinos o alcalinotérreos.

5. Los compuestos que más suelen usarse son el hidróxido sódico y el hidróxido cálcico.

Además del pentaeritritol se forman otros productos, como el dipentaeritritol, al cual se atribuye la fórmula



10. y homólogos superiores, tales como el tripentaeritritol, el tetrapentaeritritol, etc. Los compuestos de este tipo se llaman genéricamente "poli-pentaeritritoles".

También se forman cantidades muy limitadas de productos siruposos, derivados de reacciones secundarias de condensación. Estos productos suelen llamarse "poliosas".

15. Las condiciones en que es posible obtener en la reacción grandes cantidades de pentaeritritol junto con cantidades insignificantes de productos secundarios se conocen ya y, por lo tanto, éste no es el objeto del invento que aquí se expone.

20. También se sabe que no siempre es posible en la reacción reducir la cantidad de formiato sódico muy por debajo de las cantidades que en relación molar corresponden al pentaeritritol producido.

25. En la producción industrial normal, la mayor parte del pentaeritritol y de los polipentaeritritoles que se producen se separan por concentración y cristalización de la solución obtenida por medio de la reacción.

Sin embargo, después de separar los cristales, queda

249065 29



en el agua madre una porción de pentaeritritol y polipentaeritritoles junto con pequeñas cantidades de poliosas y casi la totalidad del formiato alcalino.

5. Varios son los procedimientos que se han adoptado para recobrar de las aguas madres el pentaeritritol y el formiato.

10. Algunos de ellos establecen la concentración y subsiguientemente la cristalización fraccionada del agua madre a fin de separar el formiato y el pentaeritritol. Estos procedimientos son complejos y proporcionan una recuperación escasa de pentaeritritol y formiato en forma de productos de pureza insuficiente para la utilización directa. Otros procedimientos implican la separación del formiato con ayuda de alcoholes que

15. contienen dos o más átomos de carbono y consecutivamente la cristalización del pentaeritritol de la solución alcohólica obtenida después de extraer el agua por destilación azeotrópica.

20. Sin embargo, sólo permiten obtener un pentaeritritol que contiene gran cantidad de formiato y que por consiguiente no es adecuado para muchas aplicaciones. Algunos otros procedimientos implican la extracción de pentaeritritol con ayuda de alcoholes que poseen de 4 a 6 átomos de carbono, después de concentrar el agua madre hasta que se haya eliminado el agua casi por completo. Luego se separa el pentaeritritol por concentración y cristalización de la solución alcohólica.

25. En este caso se emplean cantidades muy elevadas de alcohol, que corresponden a 5 - 10 veces el peso del residuo seco obtenible del agua madre, al paso que se obtiene un pentaeritritol de escasa pureza, no apto para utilizarlo directamente.

30. El procedimiento basado en el invento que aquí se expo-

29 AB

249065



ne, por el contrario, consiste en obtener pentaeritritol y formiato sódico que pueden utilizarse directamente, con el empleo de cantidades limitadas de alcohol y según un método muy sencillo.

5. Este resultado se logra separando el formiato del agua madre por insolubilización con un líquido orgánico adecuado, de preferencia metanol, y cristalización del pentaeritritol de la solución acuosa obtenida después de haber recuperado el líquido orgánico precipitante.

10. Según el invento que aquí se presenta, se elimina el formiato sódico para obtener una agua madre que tenga poco contenido de formiato, de la cual agua madre puede separarse el pentaeritritol ya sea directamente o después de reciclar.

15. Por separación directa entendemos la separación, del agua madre exenta de formiato, de pentaeritritol por cristalización a una temperatura adecuada.

20. Por separación después de reciclar entendemos la separación, por cristalización a una temperatura adecuada, del pentaeritritol contenido en el agua madre junto con un nuevo pentaeritritol producido por reciclización de toda el agua madre, o parte de ella, privada de formiato, en una operación subsiguiente para separar el pentaeritritol de la solución procedente de la reacción.

Según el esquema 1 que sigue, se agrega al agua madre metanol para precipitar el formiato alcalino.

25. Luego se separa el formiato y se recupera el metanol del líquido remanente por medio de la destilación.

30. Se vuelve a ciclar la solución acuosa así obtenida, si se desea después de purificarla, en una nueva operación para preparar el pentaeritritol. El pentaeritritol reciclizado se extrae junto con el nuevo pentaeritritol producido por síntesis.



- 249065

5. El ciclo de las operaciones antes mencionadas puede variarse, ya que, después de separar el formiato y recuperar el metanol, se concentra la solución acuosa a fin de eliminar una parte del agua que contiene, por cristalización a temperatura adecuada se precipita y separa el pentaeritritol. El filtrado obtenido, si se desea después de secado parcial, puede reciclizarse por una preparación subsiguiente de pentaeritritol.
10. El pentaeritritol contenido en el agua madre reciclizada se separa junto con el nuevo pentaeritritol producido.
15. Según el esquema 2, en el cual se representa una puesta en práctica preferida del procedimiento a que se refiere este invento, el agua madre se concentra a fin de eliminar del 50% al 80% del agua que contiene, en condiciones de temperatura tales que no permiten que el pentaeritritol se precipite en forma substancial.
- El formiato sódico se precipita por adición de metanol y se separa por filtración o métodos similares.
20. El formiato así obtenido presenta alto grado de pureza (97 a 100%) y puede emplearse en diversas aplicaciones.
- El filtrado se calienta para eliminar el metanol, que se recupera.
25. El pentaeritritol cristaliza por enfriamiento y se recupera por filtración o métodos similares.
- El pentaeritritol obtenido posee también pureza elevada (85 a 95%) y contiene pequeñas cantidades de formiato; por consiguiente puede emplearse en la mayoría de las aplicaciones.
30. El filtrado obtenido, que contiene pequeñas cantidades de pentaeritritol y formiato, puede reciclizarse - si se

29 ABR.



249065

desea después de secado parcial - en una operación sucesiva, a fin de separar el pentaeritritol de la solución de reacción.

5. Por este método es posible extraer, en forma de cristales adecuados para los usos normales, 96 a 99% del pentaeritritol y de los polipentaeritritoles producidos y 90 a 95% del formiato obtenido como producto secundario de la reacción.

10. En calidad de líquido orgánico para precipitar el formiato es preferible el metanol, que se ha revelado particularmente apto, pero pueden lograrse resultados semejantes empleando también otros líquidos orgánicos.

Los ejemplos que se dan a continuación ilustran el tratamiento del agua madre en presencia de formiato sódico, pero es evidente que el método puede aplicarse también a otros formiatos alcalinos.

15. E J E M P L O 1.

20. Se condensan en presencia de NaOH formaldehído y acetaldehído en solución acuosa; al final de la condensación, se concentra y cristaliza la solución, que contiene pentaeritritol, polipentaeritritoles, formiato sódico y pequeñas cantidades de productos secundarios.

25. Se separan la mayor parte del pentaeritritol y los polipentaeritritoles y se somete el agua madre así obtenida al tratamiento siguiente: Se concentran al vacío, hasta eliminar 350 g de agua, 1000 partes de agua madre que contiene (en peso): 500 partes de agua, 400 partes de formiato sódico, 70 partes de pentaeritritol y 30 partes de polipentaeritritoles y productos secundarios.

30. Se agregan 400 g de metanol para precipitar el formiato de sodio. Se separa el formiato por filtración. De esta manera se obtienen 280 g de formiato que posee una pureza de 99%.

249065



Se calienta el filtrado y se recupera el metanol por destilación.

Se enfría a 15°C la solución acuosa residual, con lo que el pentaeritritol cristaliza y se separa. Se obtiene así 5. 50 g de cristales con un contenido de 90% de pentaeritritol.

El pentarritritol obtenido es apto para una serie de aplicaciones.

EJEMPLO 2.

Se tratan conforme a lo descrito en el Ejemplo 1 1000 10. g de agua madre.

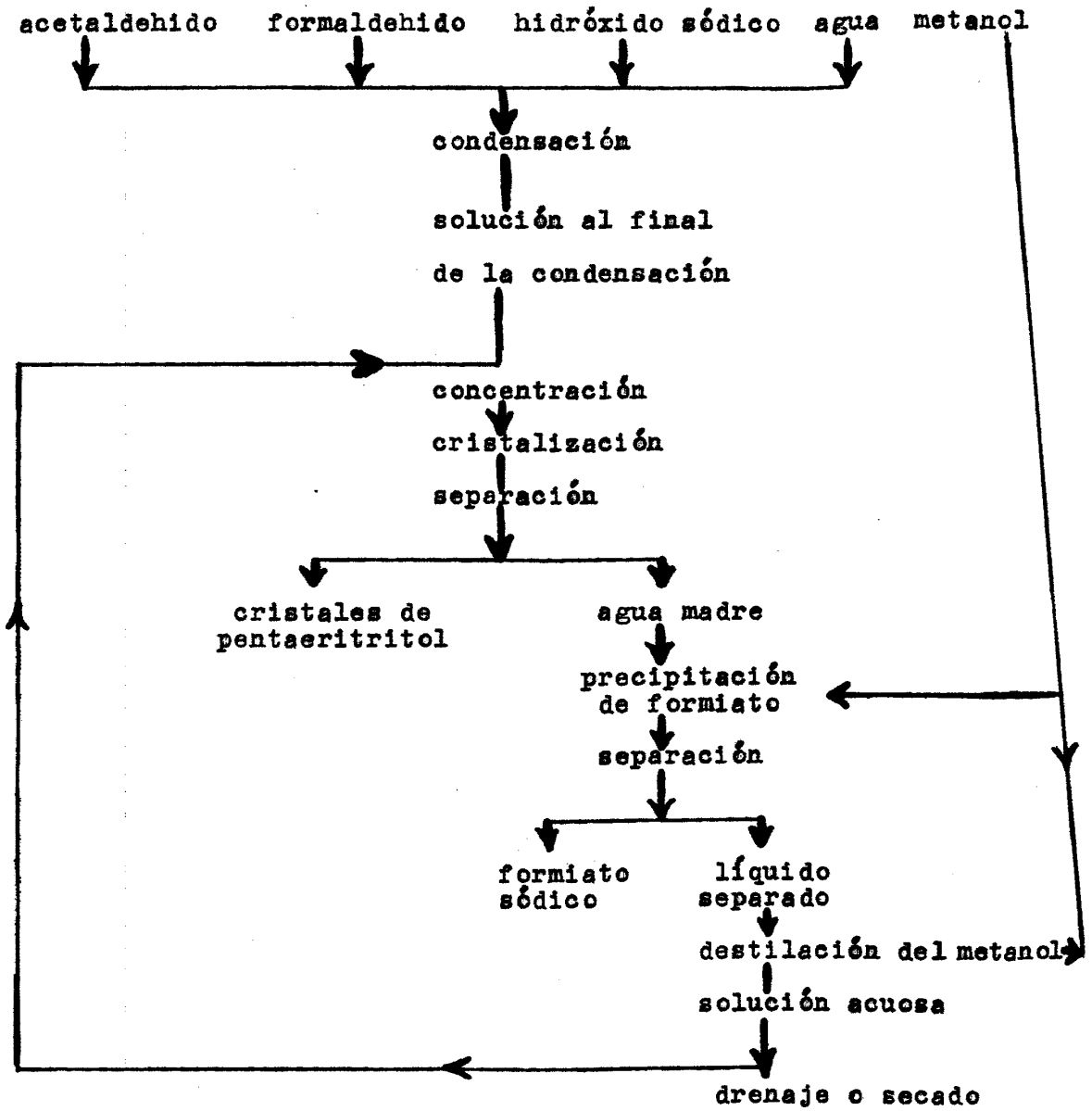
Después de separar el formiato, recuperar el metanol y separar el pentaeritritol, se recicla el filtrado obtenido, que contiene 25 partes de pentaeritritol, 120 partes de formiato sódico y cantidades limitadas de productos secundarios, 15. después de secar o agotar una cantidad correspondiente al 25% de su peso total, para una preparación subsiguiente de pentaeritritol en una fase que procede a la separación de los cristales de pentaeritritol. El pentaeritritol contenido en el producto 20. reciclizado se separa junto con el nuevo pentaeritritol producido según el procedimiento operatorio normal. El agua madre así obtenida se trata tal como se ha descrito antes y se prosigue así sucesivamente.

El esquema 2 siguiente ilustra el ciclo de operaciones descrito en los Ejemplos 1 y 2, que puede utilizarse tanto para el trabajo continuo como en partidas. 25.

Adoptando este ciclo de trabajo es posible extraer, en forma de cristales de gran pureza, 96 a 99% del pentaeritritol producido por la reacción de condensación entre el acetaldehído y el formaldehído y 90 a 95% del formiato producido.



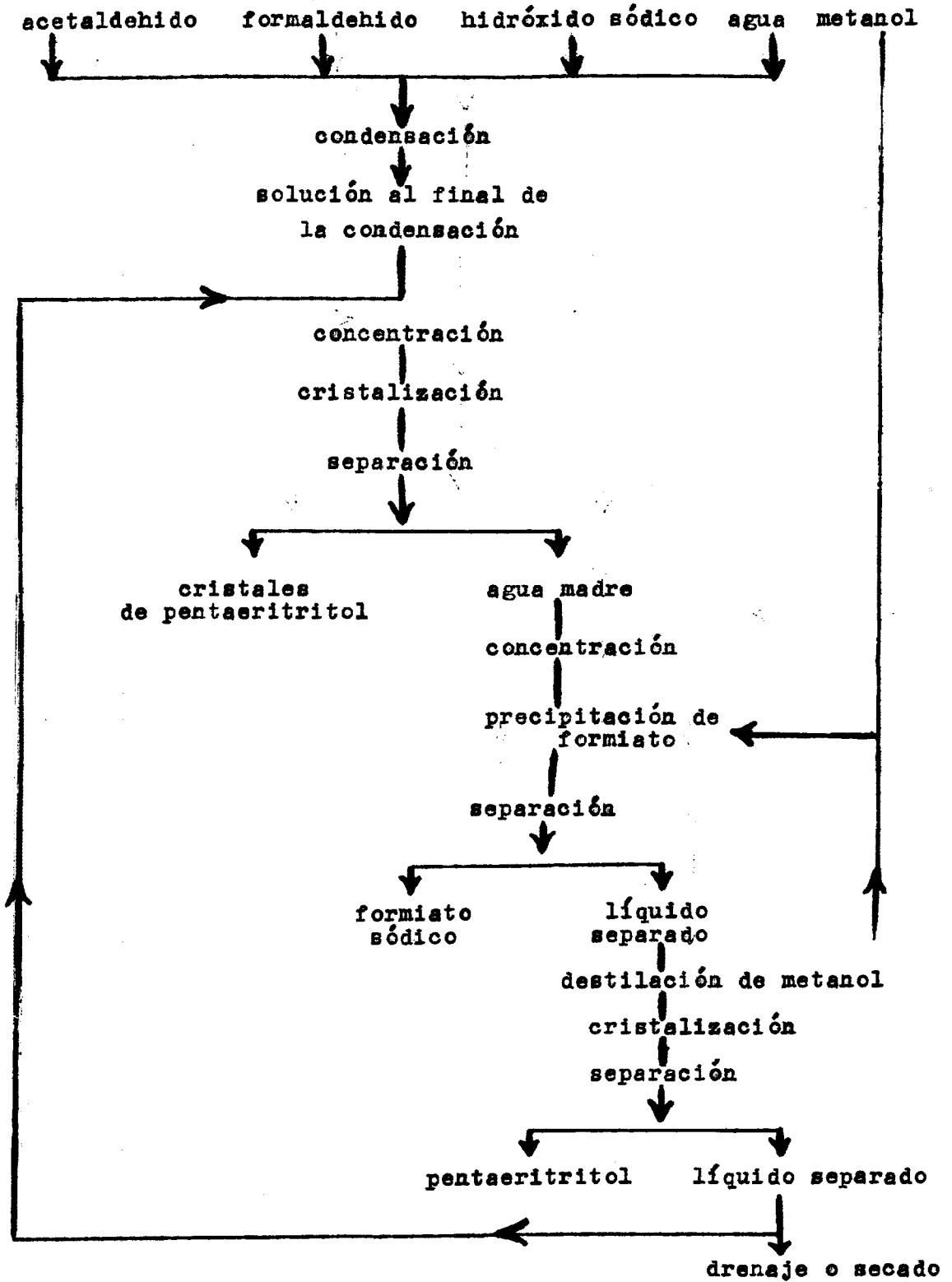
ESQUEMA 1 249065



29 AB



ESQUEMA 2 249065



249.65 29



5. La invención, dentro de su esencialidad, puede ser desarrollada en otras formas de realización que difieran en detalle de la indicada a título de ejemplo, a las cuales alcanzará igualmente la protección que se recaba. Podrá, pues, realizarse con los medios y aparatos más adecuados, por quedar todo ello comprendido dentro del espíritu de las reivindicaciones.

= . =

N O T A

Descrito el objeto de la invención se declara nuevas las siguientes reivindicaciones, con prioridad italiana núm. 6728 del 30 de Abril de 1958:

10. 1. Procedimiento para recuperar pentaeritritol y formiato alcalino del agua madre obtenida en el proceso de producción del pentaeritritol, caracterizado por el hecho de que se precipita del agua madre el formiato alcalino por medio de un disolvente orgánico adecuado, de preferencia el metanol, el cual se recupera por destilación después de separar el formiato,
15. mientras que la solución acuosa resultante se recicla para una operación sucesiva de preparación de pentaeritritol, en la cual el pentaeritritol contenido en la solución acuosa reciclizada se extrae junto con el pentaeritritol producido por
20. la condensación del formaldehído y el acetaldehído.
25. 2. Procedimiento en conformidad con la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que, después de separar el formiato y recuperar el metanol, se concentra la solución acuosa así obtenida y se separa por cristalización el pentaeritritol que contiene.



24 JUN 65

29 APR 1959

3. Procedimiento en conformidad con la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que, después de separar el formiato, recuperar el metanol y separar el pentaeritritol, se recicla el filtrado obtenido a la solución de una operación sucesiva para preparar pentaeritritol y el pentaeritritol contenido en el filtrado reciclado se separa junto con el nuevo pentaeritritol producido.
5. Procedimiento para recuperar pentaeritritol y el formiato alcalino del agua madre obtenida en la preparación de pentaeritritol, caracterizado por el hecho de que se concentra el agua madre por eliminación de una porción del agua que contiene, se precipita luego el formiato alcalino por medio de metanol y se recupera éste por destilación después de separar el formiato, mientras que se separa por cristalización a una temperatura de 15°C aproximadamente el pentaeritritol contenido en el filtrado resultante.
10. Procedimiento en conformidad con la reivindicación 4, caracterizado por el hecho de que, después de separar el pentaeritritol, se recicla el filtrado obtenido a la solución de una operación subsiguiente para preparar pentaeritritol y se separa el pentaeritritol contenido en el filtrado reciclado junto con el nuevo pentaeritritol producido.
15. Procedimiento en conformidad con la reivindicación 4, caracterizado por el hecho de que, después de separar el formiato y recuperar el metanol, se recicla el filtrado resultante a la solución de reacción de una operación subsiguiente para preparar pentaeritritol y se separa el pentaeritritol contenido en el filtrado reciclado junto con el nuevo pentaeritritol producido.
20. Procedimiento para recuperar pentaeritritol y el formiato y recuperar el metanol, se recicla el filtrado resultante a la solución de reacción de una operación subsiguiente para preparar pentaeritritol y se separa el pentaeritritol contenido en el filtrado reciclado junto con el nuevo pentaeritritol producido.
25. Procedimiento para recuperar pentaeritritol y el formiato y recuperar el metanol, se recicla el filtrado resultante a la solución de reacción de una operación subsiguiente para preparar pentaeritritol y se separa el pentaeritritol contenido en el filtrado reciclado junto con el nuevo pentaeritritol producido.
30. Procedimiento para recuperar pentaeritritol y el formiato y recuperar el metanol, se recicla el filtrado resultante a la solución de reacción de una operación subsiguiente para preparar pentaeritritol y se separa el pentaeritritol contenido en el filtrado reciclado junto con el nuevo pentaeritritol producido.

24.0065

29 AB



formiato alcalino del agua madre obtenida en el proceso de producción del pentaeritritol.

Según se describe y reivindica en la presente memoria que consta de doce hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

5.

Madrid, a 29 de Abril de 1959.

MONTECATINI, SOCIETA GENERALE PER L'INDUSTRIA MINERARIA  
E CHIMICA.

P. a.

JANNE ISEAN MIRALLES

tr:SB

rm.