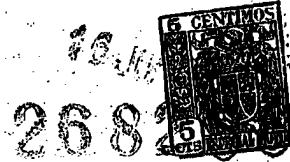


PATENTE DE INVENCION

Your Case No. 482.



Memoria Descriptiva

sobre:

"Procedimiento de decoloración de soluciones
acuosas brutas y oscuras de ácido maleico".

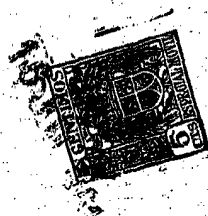
268288

=====

Solicitante: SCIENTIFIC DESIGN COMPANY INC., entidad
norteamericana, residente en 2 Park Avenue,
Nueva York 16, N.Y., EE. UU. de A.

=====

Este invento se refiere a un procedimiento para
decolorar líquidos acuosos teñidos, de ácido maleico, para
proporcionar soluciones relativamente puras de ácido ma-
leico y, mas especialmente, a un procedimiento en el que el
5. líquido forma contacto con carbón activado y a la vez con



268288

resina de cambio de cationes, en relación crítica.

El ácido maleico es un material comercialmente interesante, que puede obtenerse de los líquidos de lavado que se producen en una instalación convencional de oxidación del benceno con aire. Los líquidos pueden tener un color oscuro y, para muchos fines, se desea disponer de líquidos incoloros, por ejemplo en el caso de tratarse de la conversión del ácido en ácido fumárico de calidad elevada. La técnica se enfrenta con el problema de proporcionar un método para obtener ácido maleico de baja coloración, de modo económico, partiendo de soluciones comerciales de ácido maleico, especialmente de los líquidos de lavado coloreados en oscuro.

5.

10.

15.

20.

La norma o patrón utilizados para indicar la cantidad o intensidad de color de los productos en forma de solución, se conoce con la denominación de Norma APHA de ensayo de colores. Este ensayo es el desarrollado por la Asociación Americana de Sanidad Pública y se conoce con el nombre de Escala Hazen de Platino-Cobalto y su descripción se encuentra en la pag. 2048 de la quinta edición del "Standard Methods of Chemical Analysis" de Wilford W. Scott.

25.

30.

Para los materiales de partida que pueden ser demasiado oscuros para aceptar la escala citada, la norma utilizada para indicar la cantidad o intensidad de color contenida en los líquidos, es la denominada Norma Gardner de Color (1.933). Este es el sistema oficial cromático de la industria de pinturas y barnices, y una de sus descripciones se encuentra en la pag. 69 del "Examen Físico y Químico de Pinturas, Barnices, Lacas y Colores", 9ª



268288

edición, 1.939, Instituto de Investigación de Pinturas y Barnices, de Washington, D.C. por Henry A. Gardner.

- Los descubrimientos asociados con este invento y relativos a la solución de los problemas anteriores y a los objetos conseguidos de acuerdo con este invento tal como luego se indican, comprenden el suministro de: un procedimiento para decolorar las soluciones acuosas de ácido maleico, primitivas y oscuras, que comprende el hacerlas a través de una primera zona que contenga carbón activado; una segunda zona que contenga resina (en forma ácida) de cambio de cationes y, con preferencia, luego una tercera zona que contenga carbón activado, cada una de ellas a una temperatura del orden de 10 a 110°C.; los procedimientos en los que el efluente o producto de salida se hace atravesar una zona que contenga carbón activado, y la cantidad o proporción de solución por cada 0,5 parte de carbón activado, en peso, de cada zona, y por cada 0,12 parte de resina, es del orden de 10 a 450 partes; los procedimientos en los que la proporción de circulación o corriente es del orden de 0,011 a 5,5 partes por segundo; los procedimientos en los que la alimentación es de 350 partes en peso de solución que contenga el 38% de ácido maleico, y cada zona de carbón activado contiene 15 partes, y la zona de resina contiene 20 partes de ácido poliestireno-sulfónico de resina de cambio de cationes, siendo de 0,11 parte por segundo la proporción de circulación; los procedimientos en los que el material de partida es un líquido de alrededor de la coloración 15 de Gardner 1.933, y el efluente es de un color APHA de 60 aproximadamente; los procedimientos en los que el carbón y la resina están
- 5.
 - 10.
 - 15.
 - 20.
 - 25.
 - 30.



208238

5. intimamente mezclados; los procedimientos en los que el material de partida es de un color Gardner de 8 aproximadamente, y el efluente es de un color APHA de alrededor de 35; y otros objetos que resultarán evidentes de la descripción detallada de tipos de este invento, que figuran a continuación.

10. Con objeto de indicar mas completamente aún la naturaleza de este invento, figuran los ejemplos siguientes de procedimientos típicos, en los que las partes y porcentajes son ponderales, de no indicarse lo contrario, debiendo tenerse presente que estos ejemplos no tienen mas valor que el aclaratorio, y no se destinan a limitar el alcance del invento.

15. EJEMPLO 1 - El aparato empleado consiste en una serie de tres columnas rellenas, dos de ellas de carbón activado y una de resina de cambio de cationes, dispuestas como se indica. Todas las columnas o torres tiene 61 cm. de longitud y un diámetro interno de 15,9 mm. Cada una de las operaciones se realiza a temperatura ambiente, utilizando absorbentes nuevos. Se hace pasar a través del sistema una solución acuosa de ácido maleico al 38%, de un color Gardner de 8, a razón de 0,11 g. por segundo y en cada operación se emplean 350 g. de solución.

25. primera columna = 15 g. de carbón activado
segunda " = 20 g. de resina de cambio de cationes (forma ácida de polímero de estireno ácido sulfónico)
tercera " = 15 g. de carbón activado

Color APHA del efluente que sale de la 3ª columna = 35

30. EXAMEN COMPARATIVO A



Se repite el procedimiento del ejemplo 1, excepto que se utiliza el sistema siguiente:

- 1ª columna = 15 g. de carbón activado
 - 2ª " = omitida
 - 5. 3ª - " = 15 g. de carbón activado
- Color APHA del efluente que sale de la 3ª columna = 70

Es evidente, de estos resultados, que el acoplamiento de la resina de acuerdo con el ejemplo 1, proporciona una mejora casi doble, con respecto a este ejemplo

EXAMEN COMPARATIVO B

Se repite el procedimiento del ejemplo 1, excepto que se emplea el sistema siguiente:

- 15. 1ª columna = resina de cambio de cationes
 - 2ª " = 20 g. de carbón activado
 - 3ª " = 15 g. de carbón activado
- Color APHA del efluente que sale de la 3ª columna = 65

20. Es evidente, de los resultados anteriores, que el procedimiento del ejemplo 1 proporciona una mejora casi doble con respecto al ejemplo comparativo, en el que la resina precede al carbón

EJEMPLO 2 - Se repite el procedimiento del ejemplo 1, excepto que el carbón y la resina se disponen en una columna en capas alternadas, y se obtienen resultados análogos.

EJEMPLO 3 - Se repite el procedimiento del ejemplo 2, excepto que el carbón y la resina se mezclan íntimamente, obteniéndose resultados comparables. Esto puede

30.



268288

considerarse como una sucesión de primero el carbón y luego la resina; lo importante es que algo de la resina siga al carbón.

EJEMPLO 4 - Se repite el procedimiento del ejemplo 1, ex-

5. cepto que el material de partida es un líquido de un color Gardner 15, y el color APHA del efluente que sale de la tercera columna, es 60.

Pueden obtenerse resultados comparables con los anteriores, con algunas modificaciones entre ellas la siguiente. La proporción de circulación puede ser del orden de 10 á 450 partes por 0,1 parte de carbón y por 0,12 parte de resina, con preferencia de 0,01 a 2 y más aun de 0,11 parte. La temperatura puede ser del orden de 10 a 110°C, convenientemente de 20 a 50°C y con preferencia alrededor de 25°C. La proporción de resina a carbón, puede ser del orden de 0,01 a 5 partes por parte de carbón, convenientemente de 0,05 a 2, y con preferencia, de 0,1 a 1.

10. El color del material de partida puede ser del orden de 1 á 18 en la escala Gardner, convenientemente de 1 á 8 y, con preferencia, de 1 á 4.

En la práctica de este invento pueden utilizarse varias resinas de cambio de cationes, bien conocidas. Son ejemplo representativos de las mismas, los compuestos orgánicos que contienen grupos sulfónico, fosfórico, carboxílico o fenólico. Además pueden usarse también compuestos inorgánicos tales como los silicatos de sodio aluminio.

15. Las resinas de cambio de cationes del tipo ácido sulfónico, que constituyen una clase preferida, pueden

20. 25. 30.



33288

5. prepararse por distintos métodos. Por ejemplo, pueden obtenerse copolimerizando una porción elevada de estireno y una porción reducida de divinil-benceno, y sulfonando luego los productos de polimerización, por reacción con ácido sulfúrico. Un material corriente en el comercio es el Dow EX 50W-8X, suministrado por Dow Chemical Co.

10. Las resinas de cambio de cationes del tipo de resina fenólica, pueden prepararse de acuerdo con prácticas conocidas. Por ejemplo, un fenol polihídrico puede hacerse reaccionar con formaldehído, para dar una resina fenólica.

15. Las resinas de cambio de cationes de tipo ácido carboxílico, pueden obtenerse por procedimiento conocidos. Por ejemplo, pueden obtenerse haciendo reaccionar entre sí ácido resorcílico, formaldehído e hidróxido sódico.

20. Las resinas que contienen más de uno de los radicales indicados, son también útiles. Por ejemplo, puede prepararse una resina que contenga radicales sulfónicos y fenólicos, condensando formaldehído y ácido fenol-sulfónico entre sí. Si se desea, pueden utilizarse mezclas.

25. Los agentes decolorantes representativos, son el carbón vegetal activado, y el carbón de huesos activado; aquel constituye un material preferido susceptible de prepararse calentando carbón vegetal ordinario en ausencia de oxígeno. Un material corriente en el comercio es el carbón grado OL, suministrado por la Pittsburgh Coke & Chemical Co.

30. Es desde luego sorprendente que el procedimiento a que este invento se refiere proporcione ácido maleico blanco con buenos rendimientos aun partiendo de soluciones



450288

de lavado, con ácido maleico, obtenidas comercialmente y de color primitivamente castaño, especialmente si se tiene en cuenta el gran número de materiales que se han ensayado para este objeto y han proporcionado resultados negativos.

5.

Teniendo en cuenta la descripción anterior, los peritos en la materia comprenderán la posibilidad de introducir en este invento distintas modificaciones y variaciones que se trata de que queden comprendidas en esta patente excepto aquellas que no queden cubiertas por el alcance de las reivindicaciones siguientes.

10.

N O T A

Descrita suficientemente la naturaleza del invento así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento se refiere a una solicitud de Patente presentada en Norteamérica con fecha 17 de Junio de 1.960 nº Ser. 36743; acogiéndose, por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor y siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España: "PROCEDIMIENTO DE DECOLORACION DE SOLUCIONES ACUOSAS BRUTAS Y OSCURAS DE ACIDO MALEICO"; caracterizándose por lo siguiente:

15.

20.

25.

1ª.- Procedimiento de decoloración de soluciones acuosas brutas y oscuras de ácido maleico, caracterizado por comprender el poner aquellas en contacto con carbón activado y resina de cambio de cationes (en forma ácida)

30.



268288

cada una a una temperatura del orden de 10° a 110°C., en condiciones tales que el contacto con parte de la resina se realice después del contacto con el carbón.

5. 2ª.- Procedimiento, según reivindicación 1ª, caracterizado porque la solución se hace pasar a través de una primera zona que contiene carbón activado; luego a través de una zona que contiene resina, y posteriormente a través de una zona que contiene carbón activado, y la cantidad de solución por cada 0,5 parte en peso de carbón activado en cada zona, y por cada 0,12 parte de resina, es del orden de 10 á 450 partes.

3ª.- Procedimiento, según reivindicación 2ª, caracterizado porque la proporción de circulación es del orden de 0,011 a 5,5 partes por segundo.

15. 4ª.- Procedimiento, según reivindicación 3ª, caracterizado porque la alimentación es de 350 partes en peso de solución que contenga 38% de ácido maleico y cada zona de carbón activado contiene 15 partes, y la zona de resina contiene 20 partes de resina poliestireno-ácido sulfónico, de cambio de cationes, siendo de 0,11 parte por segundo la proporción de circulación.

20. 5ª.- Procedimiento, según reivindicación 3ª, caracterizado porque el material de partida es un líquido de color Gardner de 15 aproximadamente, y el efluente es de un color APHA de alrededor de 60.

25. 6ª.- Procedimiento, según reivindicación 1ª, caracterizado porque el carbón y la resina se halla íntimamente mezclados.

30. 7ª.- Procedimiento, según reivindicación 3ª, caracterizado porque el material de partida es un líquido de



268288

color Gardner alrededor de 8, y el efluente es de un color APHA de 35 aproximadamente.

5. 8a.- Procedimiento de decoloración de soluciones acuosas brutas y oscuras de ácido maleico; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria que consta de diez hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 16 JUN 1961

SCIENTIFIC DESIGN COMPANY INC.
COMEZ/ACEBO Y MODE