

269250

PATENTE DE INVENCION

Your Case No. 473-Spain.



Memoria Descriptiva

sobre:

"Procedimiento para purificar anhídrido maleico
crudo".

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

Esta invención se relaciona con procesos para
refinar anhídrido maleico crudo y más particularmente
con tal proceso en el que el material crudo es fraccio-
nado para recuperar el producto crudo por arriba y
especialmente con un proceso de este tipo realizado bajo



condiciones críticas tales que el producto del contenido alcalino inicial (calculado como p.p.m. por peso de Na) multiplicado por el tiempo de permanencia a la temperatura de destilación en horas sea menos de 6000.

5. El anhídrido maleico, material comercialmente importante, puede prepararse mediante oxidación catalítica parcial de benceno o hidrocarburo análogo en presencia de un catalizador tal como vanadio o similar que puede estar contenido en un vehículo. La mezcla de
10. la reacción gaseosa caliente puede enfriarse para condensar parcialmente algo del anhídrido maleico, pudiéndose absorber el resto en agua para formar ácido maleico. Este último se convierte en anhídrido maleico por deshidratación, por ejemplo, mediante destilación en presencia
15. de un agente azeotrópico tal como xileno o similar. El anhídrido maleico crudo resultante puede refinarse por fraccionamiento para dar el deseado material puro por encima, por ejemplo. Sin embargo, es difícil obtener unas producciones consistentemente elevadas partiendo de
20. diversos materiales crudos, confrontándose el arte con el problema de proporcionar un método para purificar anhídrido maleico crudo que pueda llevarse a cabo de una manera conveniente y que al mismo tiempo proporcione unas producciones consistentemente elevadas del material puro.
25. Los descubrimientos asociados a la invención y relacionados con la solución de los anteriores problemas, así como los objetos conseguidos de acuerdo con la invención tal como aquí se expone, incluyen la siguiente provisión de:
30. (a) el proceso de purificación de anhídrido

269250



- 3 -

maleico crudo que comprende el fraccionamiento de éste para recuperar por encima anhídrido maleico puro, siendo inferior a 6000 el producto del contenido alcalino inicial (calculado como p.p.m. por peso de Na) multiplicado por el tiempo de permanencia a la temperatura de destilación en horas.

5.

(b) tales procesos en los que el material crudo se obtiene de un licor depurador acuoso.

10.

(c) tales procesos en los que el producto del contenido alcalino por el tiempo sea inferior a 4000.

(d) tales procesos en los que el anhídrido maleico se recupera de una mezcla de un producto de reacción caliente obtenida por oxidación de un hidrocarburo con un exceso estequiométrico de aire que comprende la parcial condensación de una parte principal del anhídrido

15.

maleico contenido en aquella para formar un condensado y absorber el anhídrido maleico residual en agua para formar ácido maleico, la conversión de éste último en anhídrido maleico y la adición del mismo al condensado de anhídrido maleico, y el fraccionamiento a presión reducida de la resultante mezcla consistente predominantemente en

20.

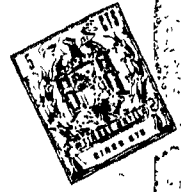
anhídrido maleico para recuperar por encima anhídrido maleico puro, siendo inferior a 6000 el producto del contenido alcalino inicial (calculado como p.p.m. por peso de Na) multiplicado por el tiempo de permanencia a la temperatura de destilación en horas.

25.

(e) tales procesos en los que la mezcla de anhídrido maleico se halla sustancialmente libre de todo ion alcalino.

30.

(f) y otros objetos que resultarán evidentes al



exponerse más adelante determinados detalles o versiones de la invención.

A fin de indicar de una manera más completo aún la naturaleza de la presente invención, se ofrecen los siguientes ejemplos de procedimientos típicos en los que las partes y porcentajes son por pesos, respectivamente, salvo indicación en contrario, entendiéndose que estos ejemplos se presentan solamente a título ilustrativo y no se pretende con ellos limitar el ámbito de la invención.

5.

10.

EJEMPLO 1.

Se introduce descendientemente a través de un reactor tubular una mezcla de benceno y aire que contiene un 1,21% gramomolecular de benceno, a una velocidad volumétrico-espacial de 2500/hora (volumen de gas introducido por volumen de catalizador por hora), a una temperatura de reacción de 365°C (usando un catalizador de vanadio modificado como se describe en la patente de Robert B. Egbert y Mitchell Becker No. 2.777.860, publicada el 15 de enero de 1957).

15.

20.

El tubo del reactor puede ser de un diámetro interno de 7/8 de pulgada y la altura de la capa de catalizador puede ser de 10 pies. El tubo puede estar rodeado por un medio regulador de la temperatura tal como sal fundida, metal fundido o una camisa de cobre.

25.

La mezcla gaseosa de la reacción se pasa a través de un condensador parcial que contiene uno o más tubos verticales de un diámetro interno aproximado de una pulgada y unos 8 pies de longitud. Los tubos están rodeados por un medio regulador de la temperatura mantenido a 55°C, por ejemplo agua en circulación. Aproximadamente dos

30.



tercios del contenido de anhídrido maleico del gas se condensa y se desagua en forma líquida. El resto del gas se pasa a una columna o torre depuradora de agua en la que se pone en contacto a contracorriente con agua o ácido maleico acuoso, a fin de proporcionar un 40% por peso de solución acuosa de ácido maleico.

5. Esta solución se deshidrata en una columna en presencia de xileno o material equivalente como agente azeotrópico (retirándose el agua destilada y volviéndose a poner en circulación el xileno como reflujo en la columna). Como fondos se retira un material de anhídrido maleico crudo que contiene xileno.

10. El material crudo que contiene xileno se mezcla con el material de anhídrido maleico líquido obtenido del condensador parcial y se refina en una columna de fraccionamiento en la que se retira una fracción inicial consistente predominantemente en xileno, que puede volverse a poner en circulación en la columna deshidratadora. Por encima se retira una fracción principal que tiene un punto de solidificación del orden de 52,5 a 52,8°C y permanece como fondos una fracción residual del 3 al 6% por peso de la carga, que se desecha.

15. El contenido iónico alcalino de la carga de la columna de refinamiento se somete a análisis y en este ejemplo es de 50 p.p.m. (partes por millón por peso calculado como Na). Se refina la carga completa en 16 horas con una temperatura del recipiente del orden de 175 a 185°C y resulta por lo menos una recuperación del 95% del anhídrido maleico cargado como producto puro.

20. En una prueba comparativa con el mismo contenido



- alcalino, en la que se mantiene el material contenido en el recipiente alambicador a estas temperaturas durante unas 80 horas, se forma un sólido amorfo, teniendo que desecharse el material contenido en el recipiente. Si se calienta más, se endurece en un sólido de naturaleza semejante a la del vidrio y quebradizo, dificultando su retirada. Una vez que se ha iniciado este cambio a material amorfo o sólido, puede recuperarse algún anhídrido maleico, si es que lo hay, del material contenido en el recipiente.
5. En otras palabras, se produce una pérdida de producción correspondiente al anhídrido maleico que se convierte en este material sólido.
- 10.

EJEMPLO 2.

- Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 con la excepción de que la carga introducida en las columna de refinado contiene 200 p.p.m. de ion metálico alcalino expresado como Na, y se obtiene una producción similar de material puro en 16 horas.
- 15.

- En una prueba comparativa en la que el alambique se mantiene a la temperatura expresada durante unas 32 horas, se produce un sólido quebradizo de naturaleza análoga a la del vidrio, indicado una pérdida de producción de anhídrido maleico que se convierte en este sólido.
- 20.

EJEMPLO 3.

- Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 con la excepción de que la carga introducida en la columna de refinado contiene 400 p.p.m. de ion metálico alcalino y se obtiene una producción del 95% de material puro en 8 horas.
- 25.

- En una prueba comparativa en la que el material
- 30.



contenido en el alambique se mantiene a la temperatura expresada durante unas 19 a 20 horas, resulta un sólido quebradizo de naturaleza análoga a la del vidrio.

EJEMPLO 4.

5. Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 con la excepción de que la carga introducida en la columna de refinado contiene solamente un vestigio, mejor dicho prácticamente ningún álcali, y se obtiene una producción del 95% de material puro en 16 horas. No se observa ninguna formación de sólidos aun cuando el alambique se mantenga a la temperatura expresada durante unas 90 a 100 horas.

EJEMPLO 5.

15. Se repite el procedimiento del Ejemplo 3 con la excepción de que el ion metálico alcalino es potasio, obteniéndose resultados similares, aunque se emplea un tiempo algo mayor para el endurecimiento.

20. Este se observa que en estos ejemplos el producto obtenido por la multiplicación del contenido alcalino (como p.p.m. de Na) por el tiempo en horas que ha de mantenerse el material contenido en el alambique a la temperatura expresada es de 4000 aproximadamente para el Ejemplo 1, más de 6000 para el Ejemplo 2 y bastante más de 7000 para los Ejemplos 3 y 5. En otras palabras,
25. si se mantienen las condiciones de manera que este producto sea inferior a 6000, se produce una pérdida de rendimiento relativamente pequeña debida a la conversión de anhídrido maleico en sólido, y para asegurar una pérdida mínima de producción este producto debe ser inferior a 4000 aproximadamente y preferiblemente inferior a
- 30.



269250

2000.

5. Se obtienen unos resultados comparables a los precedentes si el material de alimentación contiene del 1,20 al 1,48% gromolecular de benceno o hidrocarburo equivalente convertible en anhídrido maleico y si la temperatura de reacción es del orden de 350 a 450°C. La conversión de benceno por paso ha de ser por lo menos del 95%, deseablemente del 97% por lo menos y preferiblemente del 98 al 99%, y si la velocidad volumétrico-espacial es del orden de 2000 a 3000 por hora, preferiblemente 2500.

10. Cuando el contenido alcalino del crudo es demasiado elevado para permitir un adecuado refinado, puede disminuirse por dilución con otro material crudo que tenga un contenido alcalino relativamente pequeño. Como variante, puede destilarse o borbollarse rápidamente para proporcionar un material crudo algo más puro que tenga un contenido relativamente bajo de álcali o esté prácticamente exento de él, pudiéndose refinar este material para dar el deseado producto más puro.

15. Es de hecho sorprendente que se pueda producir anhídrido maleico puro con tales elevadas eficiencias de producción de acuerdo con la invención, especialmente cuando se tiene en cuenta los muchos efectos indeseables o reacciones parásitas que se producen durante la operación de refinado o simultáneamente con ella.

20. A la vista de las explicaciones precedentes, resultarán evidentes para un especialista en la materia variaciones y modificaciones de las mismas, todas las cuales deberán incluirse en la invención, salvo cuando no entren en el ámbito de las adjuntas reivindicaciones.

25. 30.



- 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 corresponde a una solicitud de patente presentada en Norteamérica con fecha 21 de julio de 1960 nº Ser. 44282, acogiendo 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 para purificar anhídrido maleico crudo"; caracterizándose por lo siguiente:
5. 1.º.- Procedimiento para purificar anhídrido maleico crudo, caracterizado porque comprende el fraccionamiento del mismo para recuperar por encima anhídrido maleico puro, siendo inferior a 6000 el producto del contenido alcalino inicial (calculado como p.p.m. por peso Na) multiplicado por el tiempo de permanencia a la temperatura de destilación en horas.
10. 2.º.- Procedimiento, según la reivindicación 1.ª, caracterizado porque el material crudo está sustancialmente exento de todo ion alcalino.
15. 3.º.- Procedimiento, según la reivindicación 1.ª, caracterizado porque el material crudo se obtiene a partir de licor depurador acuoso.
20. 4.º.- Procedimiento, según la reivindicación 3.ª, caracterizado porque el producto del contenido alcalino por
- 25.
- 30.

269250



el tiempo es inferior a 4000.

5.
10.
15.

5º.- Procedimiento según reivindicaciones anteriores, caracterizado porque comprende la condensación parcial de una parte principal del anhídrido maleico contenido en aquélla para formar un condensado y la absorción del anhídrido maleico residual en agua para formar ácido maleico, la conversión de este último en anhídrido maleico y la adición del mismo al condensado de anhídrido maleico, y el fraccionamiento a presión reducida de la resultante mezcla consistente predominantemente en anhídrido maleico para recuperar por encima anhídrido maleico puro, siendo inferior a 6000 el producto del contenido alcalino inicial (calculado como p.p.m. por peso de Na) multiplicado por el tiempo de permanencia a la temperatura de destilación en horas.

6º.- Procedimiento, según la reivindicación 5ª, caracterizado porque la mezcla de anhídrido maleico está sustancialmente exenta de todo ion alcalino.

20.

7º.- Procedimiento para purificar anhídrido maleico crudo; tal y como queda sustancialmente descrito en la presente memoria.

Esta memoria consta de diez hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

SCIENTIFIC DESIGN COMPANY, INC.