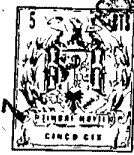


271153



271153

Memoria Descriptiva

para

una Patente de Invención
por veinte años en España

a favor de

la r.s. INVENTA A.G. für Forschung und Patentverwertung

(sociedad suiza)

residente en

Zürich 22 (Suiza)

Tiefenhöfe 10

por:

"PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE
ACIDO P-OXIBENZOICO "

=====

I N V E N T O R E S

Dr. chem, Johann Giesen (alemán), y Dr. chem. Clau Berther (suizo)

=====

P R I O R I D A D

Solicitud patente suiza Nr. 12.133/60, del 31 de Octubre de 1960

=====



271153

El ácido p-oxibenzóico se utiliza como medio conservador y como producto intermedio para la fabricación de materias artificiales.

Se le obtiene por ejemplo, según los comunicados FIAT No. 744 y BIOS No. 986, haciendo reaccionar bióxido de carbono a presión, a temperaturas entre 180 - 220°C sobre la sal potásica deshidratada del fenol. La reacción según estas

5

propuestas se ejecuta discontinuamente en un autoclave a presión, comprimiéndose encima el ácido carbónico gradualmente. Después de cada fase de carbonización se descomprime y el fenol formado se destila separándose en el vacío.

10

La respectiva compresión del bióxido de carbono ocasiona una tonalidad térmica fuertemente exotérmica. Como el paso del calor en la fundición es muy malo, es difícil evacuar el calor liberado en un plazo útil. La adición de ácido carbónico por esto sólo puede efectuarse muy lentamente, de modo que la reacción en un producto inicial de 4200 kg de fenolato potásico dura más de 60 horas. Además existe el peligro de que en una compresión de bióxido de carbono demasiado rápida, se sobrepase en mucho la requerida temperatura de reacción de 210°C, de modo que se producen productos secundarios.

15

Se ha intentado frecuentemente evitar estos inconvenientes del procedimiento, así por ejemplo, realizando la reacción en un disolvente adecuado. En la patente alemana 955.598 se proponen diferentes fenoles como disolventes, mientras que según la patente alemana 960.206 se efectúa la reacción por el procedimiento de capa de turbulencia, empleando óxido de aluminio o caolín como medio de dilución. De esta manera se trata de

20



271153

someter a control la tonalidad de calor exotérmica.

Se ha encontrado ahora un procedimiento para la obtención de p-oxibenzoé-ácido, que no muestra las mencionadas dificultades, es muy sencillo en lo que respecta a la instalación de aparatos y muestra resultados muy buenos tanto en el volumen de producción como en el rendimiento.

El objeto del presente invento es un procedimiento para la obtención de ácido p-oxibenzóico por reacción de la sal potásica del fenol con bióxido de carbono a presión aumentada y temperatura aumentada, caracterizado porque se ejecuta el procedimiento en atmósfera inerte, estrayendo el gas inerte continuamente desde el recipiente de reacción y después de ser enfriado se vuelve a conducir a través de la mezcla de reacción en el recipiente de reacción.

El procedimiento puede realizarse por ejemplo como sigue: En un autoclave se introduce fenolato potásico y por compresión agregada de ácido carbónico y nitrógeno se mantiene la presión a temperatura aumentada hasta el comienzo de la reacción a 1 - 2 atmósferas de sobrepresión. En un sistema de circulación de gas, que lleva desde el autoclave a un refrigerador y volviendo al autoclave, se introduce al lado de un gas inerte, bióxido de carbono, aumentándose la presión total en el autoclave lentamente a 5 - 6 atmósferas de sobrepresión. Por variación de la velocidad de circulación del gas y del grado de rendimiento del refrigerador, no obstante al curso exotérmico de la carbonización, puede mantenerse constante la temperatura en el autoclave. El fenol que se forma en la reacción, se expulsa con el gas de circulación fuera del recipiente de reacción y se separa en el refrigerador. El ácido carbónico, que se consume durante la reacción, tiene que sustituirse continuamente. La cantidad del gas de circulación tiene que mantenerse tan grande que, por una parte, el fenol existente



271153

5 en el autoclave se evacúe con la mayor rapidez posible fuera de la mezcla de reacción y, por otra parte, se evacúe el calor producido. En circunstancias el efecto refrigerante del gas al volver a penetrar en el recipiente de reacción es demasiado grande, de modo que la mezcla de ácido carbónico-gas inerte después de la separación del fenol, tiene que recalentarse por medio de un precalentador regulable.

10 De esta manera se ha terminado la carbonización ya después de 5 a 10 horas. El fenol formado se ha separado cuantitativamente y, sin embargo, sin que tenga que calentarse posteriormente todavía en vacío como según los procedimientos conocidos. El progreso de la reacción puede seguirse cuantitativamente por la cantidad del ácido carbónico separado. El volumen de producción según el procedimiento del invento importa de 65 a 70% y el rendimiento está situado por encima de 85%. Si se emplea el así llamado ácido carbónico técnico, se purifica éste antes de la entrada en el autoclave pasando sobre ácido sulfúrico concentrado.

15 El ejemplo siguiente explica con ayuda del dibujo el modo de trabajo del procedimiento.

Ejemplo:

20 En el autoclave 1, que está provisto de un fuerte agitador apoyado por ambos lados y de una envuelta calentadora 2, que al mismo tiempo puede utilizarse como envuelta refrigerante, se introduce a través de la válvula 3, 6325 partes de peso de fenolato potásico totalmente seco, fundido de 120°C. Agitando bien se hace un lavado con nitrógeno, se calienta a 200°C y todo el conjunto de aparatos se somete a 2 atmósferas de sobre presión de nitrógeno. Con ayuda de la bomba 4 de circulación de gas se hace circular al gas, y se mete a presión a través de la válvula 5 ácido carbónico, de modo que la presión total en el sistema se eleve a 5 atmósferas

25



271153

de sobrepresión. La calefacción del autoclave se desconecta y la mezcla de gas se vuelve a conducir de tal modo por el refrigerador 6 y el precalentador 7 previamente desconectado, al recipiente de reacción, que la temperatura en el autoclave se mantenga constante a 200 hasta 210°C. El ácido carbónico reacciona con el fenolato potásico. Entonces se produce fenol, que se expulsa con el gas de circulación fuera del recinto de reacción y se separa en el refrigerador 6. El calor liberado en la reacción se evacúa por el gas pasante. La presión parcial del ácido carbónico en el sistema desciende en la medida en que el mismo es consumido. Se comprime ahora continuamente CO₂ hasta una presión de 5 atmósferas de sobrepresión y se mantiene constante la temperatura en el autoclave por regulación de la cantidad de gas en circulación y del precalentamiento. Eventualmente puede conectarse de nuevo el calentamiento del autoclave. El final de la reacción puede reconocerse en que ya no se absorbe ningún ácido carbónico más y ya no se separa ningún fenol más. Este punto se ha alcanzado aproximadamente después de 6 horas. Ahora se descomprime y se suelta el fenol separado en el refrigerador 6. Esto alcanza 1575 partes de peso, de modo que el volumen de producción se sitúa en 65% referido al fenol empleado. Se desconecta la calefacción del autoclave y el contenido se enfría haciendo pasar nitrógeno con ayuda del sistema de circulación de gas. Como refrigeración adicional se hace pasar a través de la envuelta calentadora 2 aceite enfriado. A 110°C se extrae con agua la mezcla de reacción y el ácido p-oxibenzóico se libera del modo usual, por ejemplo, con acidulación con ácido sulfúrico. De esta manera se obtienen 3650 partes de peso de oxi-ácido, lo que corresponde a un rendimiento de 85%.

=====

=====



N O T A

271153

La presente patente de invención comprende las siguientes reivindicaciones:

5 1.- Procedimiento para la obtención de ácido p-oxiben-
zónico por reacción de la sal potásica del fenol con bióxido de carbono a
presión aumentada y temperatura aumentada, caracterizado porque se realiza
el procedimiento en atmósfera inerte, extrayendo el gas inerte continua-
mente del recipiente de reacción y volviéndole a introducir después de su en-
friamiento de nuevo, por la mezcla de reacción, en el recipiente de reacción.

10 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracteri-
zado porque se agrega el bióxido de carbono a la sal potásica del fenol con-
tinuamente junto con el gas inerte.

15 3.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, ca-
racterizado porque se evacúa el fenol producido continuamente por el gas
inerte fuera de los recipientes de reacción.

4.- Procedimiento para la obtención de ácido p-oxiben-
zónico.

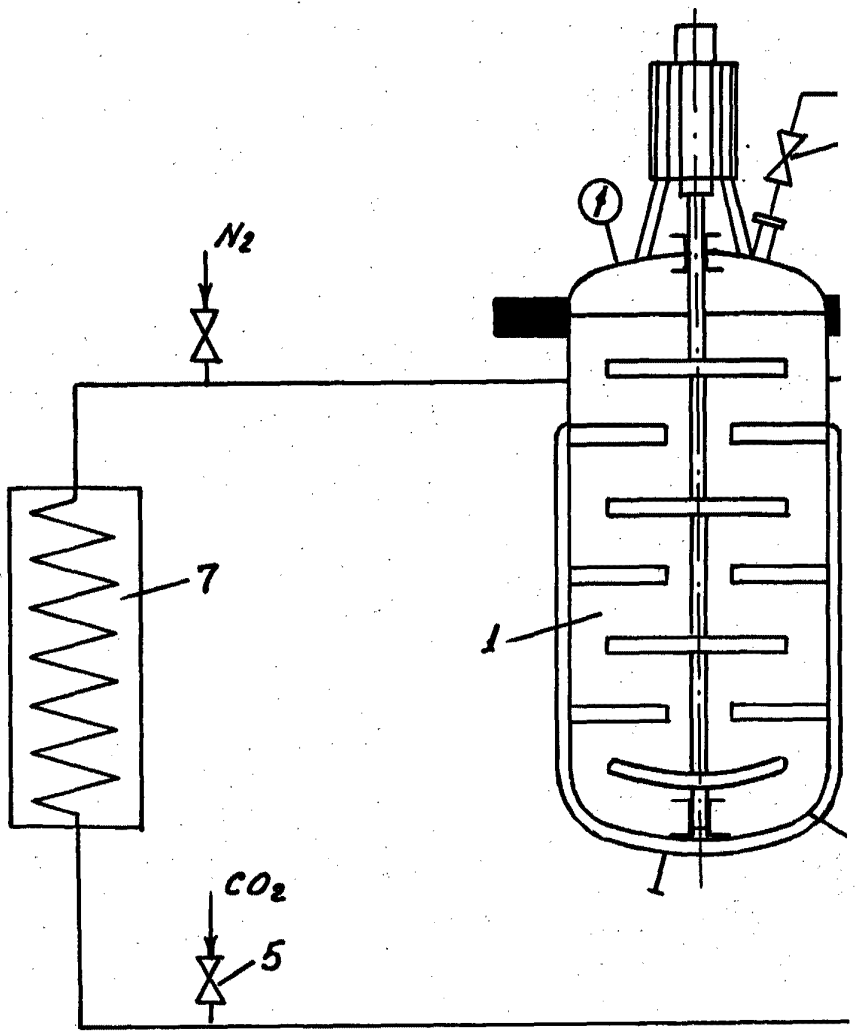
20 Según se describe y reivindica en la presente memoria
descriptiva y se ilustra con los planos reglamentarios que a la misma se
acompañan.

Consta esta memoria de seis hojas foliadas y escritas
a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a

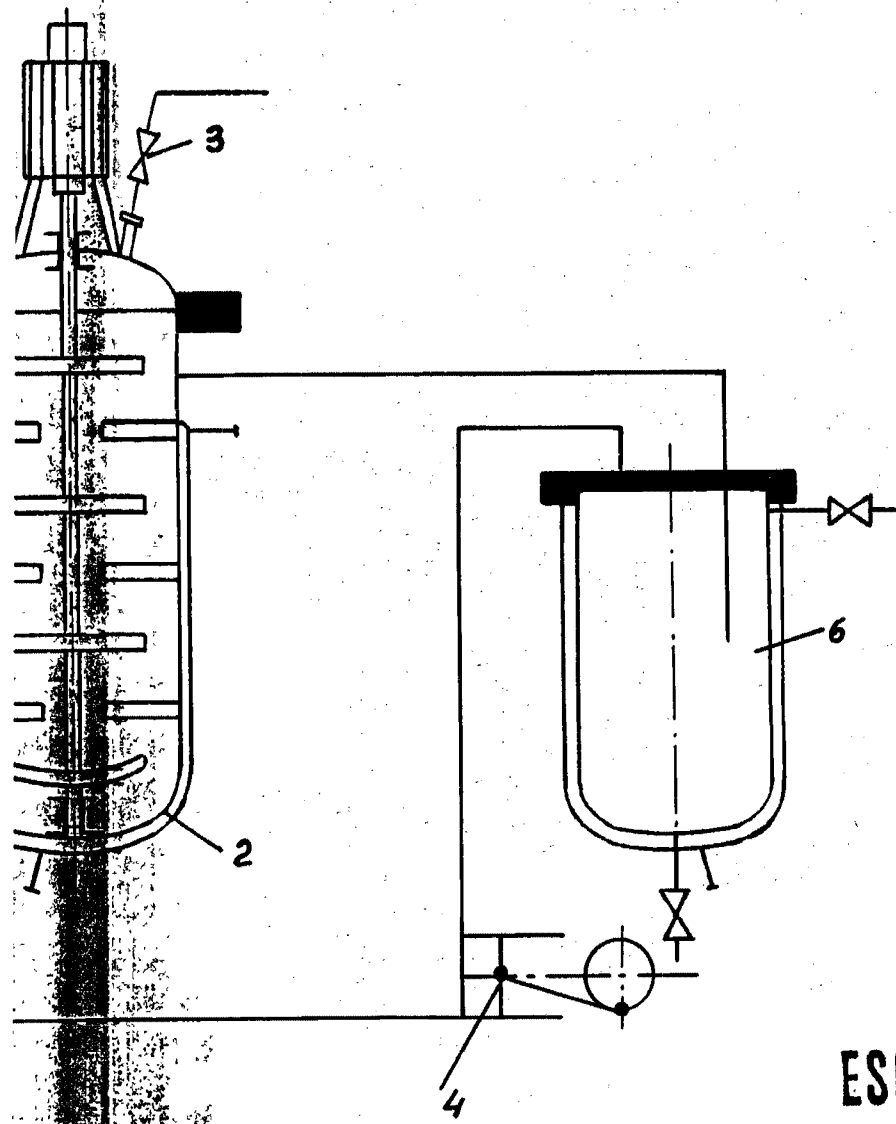
17 OCT. 1961

GUILLERMO ROEB
p. p.





271153



ESCALA VARIABLE

GUILLERMO ROEB
P. P.

Guillermo Roeb