

274685

PATENTE DE INVENCION

---

---

Case No. 544-Spain

---

---



## *Memoria Descriptiva*

*sobre:*

"Procedimiento para la purificación de un ácido dicarboxílico sólido".

=====

*Solicitante:*

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

=====

Esta solicitud se relaciona con un procedimiento para la obtención de ácido adípico puro partiendo de ácido adípico o análogo, en forma de cristales que contengan adherido ácido acético o un ácido disolvente análogo, y más especialmente, se

5.

274665



relaciona con el tratamiento de los mismos con agua (o alcohol, ketona o eter) para eliminar el ácido adherido y separar el agua, para obtener cristales purificados.

5. Es sabido que la ciclohexanona puede oxidarse catalíticamente por oxígeno molecular, para llegar al estado de ácido adípico, y este, bruto, puede refinarse por cristalización en ácido acético, Sin embargo es extremadamente difícil eliminar por completo el ácido acético. La técnica se enfrenta con el problema de proporcionar un procedimiento para obtener buenos rendimientos de ácido adípico de pureza elevada, mediante productos de oxidación de la ciclohexanone, de modo económicamente aplicable.
- 10.
15. Los descubrimientos asociados con este invento y relativos a la solución de los problemas mencionados, y los objetos realizados de acuerdo con este invento, como se indica, a continuación, comprenden el facilitar:
  20. Un procedimiento para la purificación de un ácido dicarboxílico sólido que contenga adherido ácido monocarboxílico, y que comprende el poner en contacto el sólido citado con un material no carboxilado, oxigenado, de punto de ebullición comprendido entre la temperatura ambiente y una temperatura solo ligeramente superior a la del ácido carboxílico, cuya eliminación ha de llevarse a cabo, y la separación del ácido adherido y del material de contacto;  
Un procedimiento en el que el material
  30. de contacto se elige del grupo constituido por agua,



metanol, etanol, acetona, metil-etil-ketona y éteres que contengan hasta 6 átomos de carbono;

5. Un procedimiento en el que el sólido es ácido adípico que contenga adherido ácido acético, y se pone en contacto con agua;

Un procedimiento en el que la cantidad de agua es de 0,05 a 1,0 veces el peso del sólido.

10. Un procedimiento en el que el sólido a que el agua se aplica se presenta en forma de torta.

15. Con objeto de indicar más completamente aún la naturaleza de este invento, se facilitan los ejemplos siguientes de procedimientos típicos, en los que las partes y porcentajes son ponderales, debiendo entenderse que estos ejemplos figuran como ilustrativos solamente, y no se trata de que limiten el alcance de este invento.

EJEMPLO 1 -

20. Se añaden ciclohexano y catalizador (tal como naftenato de manganeso y/o cobalto) a una primera zona de oxidación mantenida a 150° C y a una presión adecuada para conservar el ciclohexano en una fase líquida. Se hace barbotar aire a través del ciclohexano, durante una hora, en la proporción de  
25. 0,7 a 1 s.c.f.m. Aproximadamente el 15 % del ciclohexano se convierte en aceite que contiene 34,2 % de ciclohexanona, 27 % de ciclohexanol y el resto, otros compuestos oxigenados. Todo el ciclohexano sin reaccionar se separa de la mezcla de reacción, por destilación, y se hace retornar a la primera zona de  
30.



274635

- oxidación para la ulterior conversión. Del aceite así obtenido, se mezclan 25 partes con 75 partes de ácido acético, 0,15 partes de acetato de manganeso y 0,2 parte de acetato de cobre, y la mezcla se introduce en una segunda zona de reacción mantenida de 85° a 90° C. Se hace pasar oxígeno a su través, en la proporción de 1 a 2 s.c.f.m. durante un período de 6 horas aproximadamente, La mezcla de reacción se enfría luego a 25° C. y se cristaliza ácido adípico que se separa. El rendimiento es de 14,1 partes de ácido adípico bruto.
- 5.
- 10.

- Los datos siguientes muestran el efecto en la pureza del ácido adípico, del lavado con ácido acético y agua, con respecto al lavado con ácido acético solamente, El lavado en ambos casos, se realiza vertiendo el disolvente de lavado en el ácido adípico contenido en un embudo de Buchner, y obligando el disolvente de lavado a circular a través de la torta, por aplicación de vacío. En cada uno de los casos, los datos indicados se obtienen solamente después de haberse secado el sólido, lo más completamente posible, por tratamiento en una corriente de aire caliente (110° C) en una estufa, todo el tiempo necesario para hacer que se consiga el peso constante.
- 15.
- 20.
- 25.



274665

	<u>Acido adípico co- mercial</u>	<u>Acido adípico bru- to lavado con 2 li- bras de ácido acé- tico/libra de áci- do adípico</u>	<u>Acido adípico bruto, lavado con una libra de ácido acético y luego con una libra de agua/libra de áci- do adípico</u>
Punto de fusión (°C)	151.0-152.7	149.5-152.0	151.5 - 152.8
Color solución 20 g/ metanol, APHA máximo	6	50	30
Color térmico (4,5 ho- ras a 200°C) escala cromática de Barnices Hellige	3	7	5

Se utiliza una norma para indicar la cantidad o intensidad de color de los productos en solución o en estado líquido, conocida con el nombre de Ensayo Cromático Normal APHA. Este ensayo es el desarrollado por la Asociación Americana de Sanidad Pública, que se encuentra en la pag. 2048 de la 5ª Edición de "Método normal de Análisis Químico" de Wilfred W. Scott, o en la Asociación Americana de Ensayo de Materiales, método D-1209-54.

- 5.
10. Para los líquidos coloreados que pueden ser demasiado oscuros para ajustarse a la escala antes citada, la norma utilizada para indicar la cantidad o intensidad de color de los mismos es la conocida con la denominación de comparador de colores de barnices Hellige (1.930). El método de medida y los aparatos, se describen en la circular nº 605-40 del fabricante: Hellige Incorporated, 877 Stewart Avenue, Garden City, New York.
- 15.

20. Los datos anteriores demuestran la mejora en la pureza del ácido adípico, conseguida lavando



74355

con agua.

EJEMPLO 2 -

5. Una muestra de ácido adípico que se había cristalizado en ácido acético, se seca a 120° C durante 24 horas. Después del enfriamiento, el ácido adípico tiene todavía un enérgico olor a ácido acético, en las condiciones de temperatura ambiente.

10. Otra muestra de ácido adípico que se había cristalizado en ácido acético, se moja sencillamente con agua y se seca a 100° C. durante una hora. Después de enfriarse, no despidе olor a ácido acético.

15. De estos resultados es evidente que el contacto con agua es muy eficaz para eliminar todas las trazas de ácido acético.

Este invento es aplicable a la purificación de cualquier ácido dibásico que pueda producirse por cristalización en ácido acético u otra solución de ácido monocarboxílico inferior.

20. En lugar de ácido acético, pueden utilizarse como disolventes, cualquiera ácidos monocarboxílicos saturados que contengan de 2 á 6 átomos de carbono por molécula; En general, un material oxigenado de punto de ebullición inferior, químicamente inerte en el sistema, actuará como material de desplazamiento; entre ellos figuran agua, metanol, acetona, eter metílico o etílico, y similares. El contacto con el material de desplazamiento puede ser preparando una pasta o lechada de ácido adípico u otro ácido sólido con aquél, aplicando el disolven-

25.

30.



274055

te de lavado a una torta de ácido adípico en cualquier filtro o una centrífuga por vertido o rociado, o recristalización del ácido adípico en el disolvente de desplazamiento.

5. El límite inferior de temperatura para el contacto con el disolvente de lavado, es el punto de congelación del mismo. No existe cantidad máxima, y un peso de disolvente de lavado igual a 0,05 a 1,0 veces el peso de ácido adípico, es suficiente para realizar la purificación prácticamente máxima.
- 10.

La temperatura superior de tratamiento es el punto de reblandecimiento del sólido.

15. Por medio de este invento es posible realizar la purificación de ácido adípico tal como en otros casos podía lograrse solamente por recristalizaciones costosas, y eliminar las trazas de ácido acético que de otro modo no podían eliminarse.

20. En vista de la descripción anterior, los peritos en la materia comprenderán una serie de modificaciones y variaciones susceptibles de introducirse; se trata de que este invento abarque todas estas variaciones y modificaciones, excepto si no están comprendidas dentro del alcance de las reivindicaciones siguientes.
- 25.

N O T A

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 modi-

274665



- ficaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que este invento se refiere a una solicitud de patente presentada en Norteamérica con fecha 16 de febrero de
5. 1.961, número SER. 89.643, acogéndose, 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 LA PURIFICACION DE UN ACIDO DICARBOXILICO SOLIDO ", caracterizándose por lo siguiente:
10. 1ª.- Procedimiento para la purificación de un ácido dicarboxílico sólido que contenga adherido ácido monocarboxílico, caracterizado por comprender el poner en contacto el sólido con un material no carboxilado, oxigenado, que hierva entre la
15. temperatura ambiente y una temperatura solo ligeramente superior a la del ácido carboxílico, cuya eliminación ha de realizarse, y el separar el ácido
20. adherido y el material de contacto.
- 2ª.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 1ª, caracterizado porque el material de contacto se elige del grupo formado por
25. agua, metanol, etanol, acetona, metil-etil-ketona, y éteres que contengan hasta 6 átomos de carbono.
- 3ª.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 2ª, caracterizado porque el sólido es ácido adípico que contiene ácido acético adherido y se pone en contacto con agua.
30. 4ª.- Procedimiento, según lo especifica-

274865



do en la reivindicación 3ª, caracterizado porque la cantidad de agua es de 0,05 a 1,0 veces el peso del sólido.

5. 5ª.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 4ª, caracterizado porque el sólido a que se aplica el agua se encuentra en forma de torta.

10. 6ª.- Procedimiento para la purificación de un ácido dicarboxílico sólido, tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria.

Este Memoria consta de nueve hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

SCIENTIFIC DESIGN COMPANY INC.

J. GOMEZ