

379970

SECCION TECNICA
CLASIFICACION N.º P. C.
CLASE <u>C.07</u>
SUBCLASE <u>C</u>

PATENTE DE INVENCION

SC 3548.

379970

Memoria Descriptiva

sobre:



PROCEDIMIENTO PARA LA PURIFICACION DE ACIDO
LACTICO.-

Solicitante: RHONE-POULENC S.A., entidad francesa, residente en
22, Avenue Montaigne, París 8e, Francia.

La presente invención tiene por objeto
un procedimiento de purificación del ácido láctico
obtenido por oxidación del propileno con ácido ní-
trico y/o peróxido de nitrógeno en productos in-
5. termedios seguido de hidrólisis de estos productos

379970



de oxidación.

5. En la patente francesa 1.465.640 y sus adiciones nº 90.556 y 92.116, así como en la patente francesa 1.500.619 se ha preparado ácido láctico por oxidación del propileno con ácido nítrico y/o peróxido de nitrógeno, eventualmente en presencia de oxígeno, en compuestos intermedios constituidos principalmente de ácido alfa-nitratopropiónico que se somete a continuación a una hidrólisis con agua, en caso
10. dado en presencia de un ácido como el ácido nítrico. En el transcurso de la reacción se libera del ácido nítrico, y se obtiene al final del tratamiento una solución acuosa de ácido láctico que contiene ácido nítrico. Estos dos ácidos pueden separarse por diferentes procedimientos tales como el tratamiento de la
15. mezcla reaccional por aminas terciarias o secundarias, o más cómodamente la destilación azeotrópica del ácido nítrico (patente francesa 1.500.619) o por extracción con butanol del ácido láctico (solicitud holandesa 67.16490).
- 20.

Estas técnicas preliminares de separación conducen a un ácido láctico que, incluso exento de ácido nítrico, contiene aún impurezas nitrogenadas de naturaleza indeterminada.

25. Se ha encontrado ahora, y esto es lo que constituye el objeto de la presente invención, un procedimiento de purificación del ácido láctico preparado por hidrólisis de los productos intermedios obtenidos durante la oxidación del propileno con ácido nítrico y/o peróxido de nitrógeno y del cual se ha
- 30.

379970



separado totalmente o en parte el ácido nítrico que contiene, caracterizado porque se trata este ácido láctico por hidrógeno en presencia de un catalizador de hidrogenación.

5. Como catalizador se pueden utilizar metales del grupo VIII de la clasificación periódica y más particularmente los metales nobles como el rutenio, el paladio, el rodio y el platino. Estos metales pueden utilizarse solos en forma de polvo de dimensión particular variable o en forma de bolas o de granulados. Pueden igualmente depositarse sobre los soportes utilizados habitualmente en catálisis (cf. S. BERKMAN et al. Catalysis páginas 426 a 510) entre los cuales se pueden citar los carbones animales o vegetales eventualmente activados, los silicatos, simples o complejos, la sílice, la alúmina y los aluminatos, el amianto, la piedra pómez, el cuarzo, el caolín, el coque, la bauxita, la tierra de diatomeas, la arena. Igualmente se pueden utilizar mezclas de sílice y de alúmina o de aluminosilicatos. El contenido del soporte en metal no es crítico.
La cantidad de metal utilizada es generalmente superior a 0,001 % en peso con relación al ácido láctico sometido al tratamiento y puede llegar hasta el 5 %. Cantidades superiores al 5 % podrían utilizarse sin salirse del ámbito de la invención, pero sin aportar ventajas particulares. En la práctica cantidades de metal comprendidas entre 0,05 y 0,5 % bastan.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
30. La temperatura de tratamiento del

379970



ácido láctico puede variar entre 20 y 250°C y de preferencia entre 50 y 180°C. El tratamiento puede conducirse a presión normal o bajo presión más elevada, por ejemplo 200 bares. En la práctica presiones comprendidas entre 5 y 100 bares convienen generalmente.

5.

Para realizar el procedimiento según la invención se puede hacer pasar una corriente de hidrógeno por el ácido láctico, anhidro o en solución acuosa, que contenga el catalizador. Se puede incluso hacer fluír el ácido láctico en una columna que contenga un relleno y el catalizador y en la que se hace llegar el hidrógeno a co-corriente o a contra-corriente del flujo de ácido láctico.

10.

El procedimiento según la invención es particularmente ventajoso ya que la casi totalidad de las impurezas nitrogenadas es destruída con eliminación del nitrógeno en forma gaseosa (N_2 , N_2O por ejemplo). Puede suceder que una parte del nitrógeno, de importancia variable según las condiciones del tratamiento, sea transformado en iones amonio que quedan disueltos en el ácido láctico. Un tratamiento complementario sobre resinas intercambiadoras de cationes o por electrodiálisis permite eliminar este nitrógeno residual.

15.

20.

25.

El procedimiento según la invención permite obtener de forma simple un ácido láctico de muy gran pureza, que contiene menos de 0,15 % de nitrógeno en forma de iones amonio que contiene particularmente para las utilizaciones alimenticias y farmacéuticas.

30.



Los ejemplos siguientes ilustran la invención.

EJEMPLO 1

- En un autoclave de acero inoxidable de 500 cm³, agitado por medio de un dispositivo de agitación, se
5. cargan 300 g de ácido láctico exento de ácido nítrico y que contiene 0,34 % en peso de nitrógeno valorado por el método de DEWARDA y 6 g de un catalizador al paladio sobre negro de carbono al 10 % de metal. El autoclave se cierra, se purga con hidrógeno y a continuación
10. se establece una presión de hidrógeno de 50 bares, tras haber llevado el contenido del autoclave a 120°C. Tras 5 mn la presión cae a 40 bares. Se procede a una inyección de hidrógeno para llevar la presión a 50 bares; tras 5 mn la presión se estabiliza en 40 bares. Se mantienen estas condiciones durante 20 minutos. El contenido del autoclave se refrigera a 20°C a continuación el aparato se desgasifica. Se separa el catalizador por filtración. El ácido láctico obtenido no contiene más que 0,04 % en peso de nitrógeno en forma de ion amonio
15. que se elimina totalmente por paso del ácido láctico al cual se añaden 300 g de agua, sobre una resina intercambiadora de cationes conocida bajo la marca registrada AMBERLITE -120.
20. El catalizador utilizado en el transcurso de la hidrogenación se ha preparado por impregnación de negro de carbono sucesivamente por una solución normal de bicarbonato sódico y a continuación por una solución de cloruro paladioso en ácido clorhídrico y a continuación por tratamiento reductor con formaldehído.
- 30.

379970

El ácido láctico utilizado se ha obtenido hidrolizando el producto de oxidación del propileno con ácido nítrico y eliminando los compuestos oxigenados del nitrógeno de grado 2 a 4 formados en el transcurso de la hidrólisis a medida que se forman (adición 92.116 a la patente francesa 1.465.460). De la solución obtenida se aísla el ácido láctico por destilación.



EJEMPLOS 2 a 4

10. Se efectúan diversos ensayos como en el ejemplo 1 pero llevando la presión de hidrógeno a 50 bares y añadiendo agua al ácido láctico. En todos los casos la duración del tratamiento es de 30 mn. Los resultados obtenidos están indicados en la tabla siguiente:
- 15.

Ejemplo	Contenido en agua del ácido láctico	Nitrógeno residual	
		en forma de ión amonio	Nitrógeno total
2	0 %	0,04 %	0,04 %
3	10 %	0,075 %	0,075 %
4	20 %	0,12 %	0,12 %

25. EJEMPLO 5

Se opera según la técnica descrita en el ejemplo 1, pero llevando la presión a 50 bares y haciendo variar la temperatura y la duración del tratamiento. Se obtienen los resultados consignados en la tabla siguiente:

30.

379970



					Nitrógeno residual
Ejem- plo	Tempe- ratura	Dura- ción			Nitrógeno total
				en forma de ión NH ₄	
5.	75° C	45 mn		0,057 %	0,057 %

EJEMPLO 6

Se opera según la técnica del ejemplo 1 pero bajo una presión de hidrógeno de 10 bares. Tras 30 minutos de reacción, el contenido total en nitrógeno se disminuye a 0,036 %, estando presente este nitrógeno en forma de iones amonio.

EJEMPLO 7

Se opera según la técnica del ejemplo 1 y en las condiciones del ejemplo 3 pero reemplazando el paladio por 0,1 % en peso de platino (es decir 2 g de catalizador que consiste en platino sobre negro de carbono al 5 % de metal). Tras 30 minutos de reacción se obtiene un ácido láctico que contiene en total 0,13 % de nitrógeno, este nitrógeno está presente en forma de amonio cuaternario.

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 corresponde a una solicitud



379970



de Patente presentada en Francia con fecha y número siguientes: 23 de mayo de 1969, nº 69 16915; accogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor. Siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España sobre: Procedimiento para la purificación de ácido láctico; caracterizándose por lo siguiente:

5.

10.

15.

20.

25.

30.

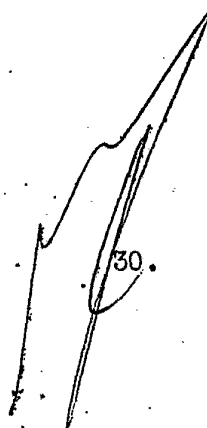
1.- Procedimiento para la purificación de ácido láctico, preparado por hidrólisis de los productos intermedios obtenidos durante la oxidación del propileno con ácido nítrico y/o peróxido de nitrógeno y del cual se ha separado totalmente o parcialmente el ácido nítrico que contiene, caracterizado porque se trata este ácido láctico con hidrógeno en presencia de un catalizador de hidrogenación.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el catalizador es a base de metal noble del grupo VIII de la clasificación periódica.

3.- Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el catalizador es a base de paladio o de platino.

4.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la temperatura de tratamiento está comprendida entre 20 y 250°C y la presión entre 1 y 200 bares.

5.- Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el catalizador es a base de paladio o de platino.



379970



ciones anteriores, caracterizado porque se somete al ácido láctico procedente del tratamiento con hidrógeno, a un tratamiento complementario por una resina intercambiadora de cationes o a un tratamiento de electrodiálisis.

5.

6.- Procedimiento para la purificación de ácido láctico; tal y como queda descrito sustancialmente en la presente Memoria.

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

10.

Madrid, 23 MAY, 1970

RHONE-BOULENC S.A.

I. GOMEZ ACEBO Y MODEJ

a. n. Firmador: E. Hernández P.A.