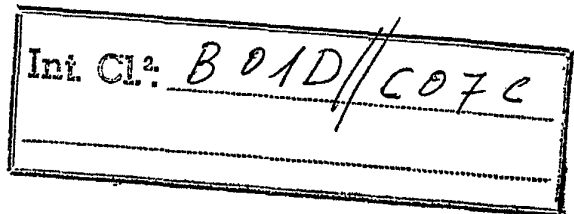


402583

402583

CASE PL-198



P A T E N T E
D E
I N V E N C I O N

por "PROCEDIMIENTO PARA SEPARAR POR CRISTALIZACION UN NITRI
LOTRIACETATO ALCALINO", a favor de la firma francesa RHONE-
PROGIL, residente en 6 rue Piccini - PARIS (16^{ème})Francia.

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Este invento se refiere a un procedimiento para la separación de nitrilotriacetatos alcalinos, por cristalización a partir de una solución en agua, en presencia de cloruros alcalinos.

5. Se sabe que un método para la fabricación de los nitrilotriacetatos alcalinos consiste en hacer reaccionar sobre ácido monocloroacético amoníaco y un hidróxido alcali no en fase acuosa. En este procedimiento resulta delicada la etapa de aislamiento del compuesto buscado, porque éste



se halla disuelto en el agua junto con un cloruro alcalino.

Hasta hoy, el problema se resolvía de manera one rosa y complicada. Se precipitaba el ácido nitrilotriacético por introducción de ácido clorhídrico en el medio

5. reaccional, se separaba luego el precipitado, se le lavaba y se le volvía a disolver en una solución de hidróxido alcalino. Se obtenía así la sal nitrilotriacética alcalina cristalizada por cualquier procedimiento de evaporación, en particular por atomización. Es evidente que este método
10. adolece de numerosos inconvenientes. En el aspecto técnico, se necesitan 4 operaciones sucesivas: introducción de ácido clorhídrico, filtración, introducción de hidróxido alcalino y luego evaporación. Por otra parte, en virtud del consumo de los reactivos citados antes, el coste de la fabricación aparece aumentado.
- 15.

El procedimiento según el invento que aquí se expone permite reducir el número de operaciones y suprimir las pérdidas importantes de reactivos.

20. Este invento atañe en efecto a un procedimiento para la separación, por cristalización, de un nitrilotriacetato alcalino que se halla en solución en agua, en presencia de un cloruro alcalino. El procedimiento se caracteriza por precipitarse selectivamente el nitrilotriacetato alcalino mediante introducción de metanol en la citada
25. solución.

El procedimiento de este invento puede aplicarse a todas las soluciones acuosas de nitrilotriacetatos alcalinos que contengan al mismo tiempo cloruros alcalinos; el ejemplo más corriente de estas soluciones es el

402583 10 MAY



medio reaccional de síntesis de dichos compuestos a partir de ácido monocloroacético, amoníaco y un hidróxido alcalino. Resulta particularmente conveniente para la separación de la sal sódica del ácido nitrilotriacético (que en lo

5. que sigue se designa con la sigla SNTA); en este caso particular, el medio de síntesis comprende generalmente de 15 a 30% en peso de SNTA, de 10 a 20% en peso de cloruro sódico y, eventualmente, algunos productos secundarios que se forman en este tipo de reacción, como sales de glicina o

10. ácido glicilico.

La cantidad en peso de metanol que se ha de utilizar puede variar dentro de amplios límites. Sin embargo, los ensayos del solicitante han demostrado que los índices

15. óptimos de rendimiento en nitrilotriacetato alcalino y de pureza del compuesto buscado se obtienen con cantidades en peso de metanol 2 a 10 veces superiores a la de la solución que se ha de tratar. El metanol puede ser reciclizado después de purificarlo por destilación. La presencia de

20. cloruros alcalinos en la mezcla de agua y metanol no modifica más que muy débilmente el diagrama de equilibrio de este sistema.

La puesta en práctica del procedimiento puede efectuarse en marcha continua o discontinua. La cristalización propiamente dicha puede efectuarse, si se actúa en

25. discontinuo, en una cuba clásica o, en el caso de un procedimiento continuo, en un cristalizador industrial, de modelo corriente. En ambos casos resulta útil mantener una agitación vigorosa, para que se obtenga una suspensión homogénea de cristales.

402583 10 MAY.



La temperatura y el tiempo de contacto de la solución que se ha de tratar con el metanol no son factores críticos. Sin embargo, resulta interesante actuar a la temperatura del ambiente y con un tiempo de contacto comprendido entre 5 y 30 minutos.

El precipitado puede ser separado por cualquier medio conocido, como filtración, centrifugación, aireación, etc.

El procedimiento según este invento es particularmente eficaz y económico, puesto que se recupera alrededor del 95% del nitrilotriacetato alcalino presente en la solución, que los cristales obtenidos contienen alrededor de 1% únicamente de cloruro alcalino y que después de la destilación de los efluentes pueden reciclizarse de 95 a 99% de metanol.

Resulta en extremo sorprendente que el nitrilotriacetato alcalino se precipite en las condiciones del invento, pues, dado que los cloruros alcalinos son menos hidrosolubles que las sales de ácido nitrilotriacético, cabía esperar una precipitación preferente de los compuestos menos solubles al producirse la adición del tercer cuerpo. Este fenómeno es particularmente llamativo en el caso de las sales sódicas, pues el cloruro sódico es, entre los cloruros alcalinos, el menos soluble en agua.

Los ejemplos que siguen, que se aducen a título no limitativo, ilustran algunas modalidades de realización del invento.

Ejemplo 1

Una síntesis de nitrilotriacetato sódico por



reacción de ácido monocloroacético con amoníaco y adición de hidróxido sódico ha conducido a una solución que titulaba 17,5 g de SNTA y 14,4 g de cloruro sódico por 100 g de solución.

5. Se procede a la cristalización del SNTA a la temperatura del ambiente, introduciendo en continuo en el cristizador metanol y solución para tratar. El caudal de los líquidos está regulado de manera que el tiempo de permanencia, definido como la relación del volumen de suspensión en el cristizador respecto al caudal total de alimentación, sea igual a 15 minutos: esto conduce a elegir un caudal de solución bruta de síntesis de 1,0 litro/hora y un caudal de metanol de 10,3 litros/hora, o sea una relación metanol/solución bruta igual a 10,3 en volumen o 6,5 en peso. El ensayo se prosigue durante 4 horas 20 minutos, lo que representa un tratamiento de 4,3 litros de solución bruta que contiene en total 953 g de nitrilotriacetato sódico y 785 g de cloruro sódico. El precipitado recuperado por filtración al final del ensayo pesa, después de lavado con acetona y secado 990 g. Está constituido en el 99 % por cristales de tamaño inferior a 200 micras. El análisis efectuado por resonancia magnética nuclear, polarografía y análisis químico, muestra que este precipitado contiene 97,1% de SNTA cristalizado y 1,26% de cloruro sódico. El complemento hasta 100 está constituido por agua residual y vestigios de sales sódicas de la glicina, del ácido glicólico y del ácido iminodiacético. El rendimiento de cristalización es de 94%.

El metanol se recupera, para utilizarlo en una operación ulterior, mediante destilación en continuo del

402583



binario agua/metanol en una columna del tipo Oldershaw de 10 placas reales.

5. A título comparativo, la separación de la misma cantidad de SNIA por el método del ácido clorhídrico y el hidróxido sódico necesitaría, además del empleo de un evaporador, un consumo de 860 g de una solución de ácido clorhídrico al 38% y 330 g de hidróxido sódico.

Ejemplo 2

10. Se alimenta el cristizador a razón de 1 litro/hora con la misma solución bruta de síntesis que en el Ejemplo 1 y 4,75 litros/hora de metanol, es decir, con una relación en peso de metanol/solución bruta igual a 3. Se tratan en total 3 litros de solución bruta, lo que corresponde a 665 g de SNIA. El precipitado recuperado al final del ensayo pesa, después de lavado con acetona y secado, 686 g. El análisis demuestra que contiene en peso 96% de SNIA cristalizado y 2,1% de cloruro sódico. El rendimiento de cristalización es de 93%.

Ejemplo 3

20. Se alimenta un cristizador a razón de 1 litro/hora con la misma solución bruta de síntesis que en el Ejemplo 1 y 15,8 litros/hora de metanol, es decir, con una relación en peso de metanol/solución bruta igual a 10. Se tratan 4 litros de solución bruta, lo que corresponde a 884 g de nitrilotriacetato sódico. El precipitado recuperado pesa, después de lavado con acetona y secado, 896 g. Contiene en peso 98% de SNIA y 1,15% de cloruro sódico. El rendimiento de cristalización es de 93%.

Ejemplo 4

402583



Una síntesis de nitrilotriacetato potásico por reacción de ácido monocloroacético con amoníaco y adición de hidróxido potásico ha conducido a una solución que titulaba 17,1 g de nitrilotriacetato potásico y 14,7 g de cloruro potásico por 100 g de solución.

Se alimenta en continuo un cristalizador con 1 litro/hora de la solución descrita antes y 10 litros/hora de metanol, es decir, con una relación en peso de metanol/solución bruta igual a 6,5. Se tratan en total 3 litros de solución bruta, lo que corresponde a 630 g de nitrilotriacetato potásico. El precipitado recuperado al final del ensayo pesa, después de lavado con acetona y secado, 653 g. El análisis demuestra que contiene en peso 97% de nitrilotriacetato potásico cristalizado y 1,3% de cloruro potásico. El complemento hasta 100 está constituido por agua residual y vestigios de sales potásicas de glicina, de ácido glicólico y de ácido iminodiacético. El rendimiento de cristalización es de 93%.

REIVINDICACIONES

Descrito el objeto del siguiente invento se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones con prioridad de la solicitud de patente francesa nº PV: 71. 17 853 del 11 de mayo de 1971.

1.- Procedimiento para separar por cristalización un nitrilotriacetato alcalino, que se halla disuelto en agua, en presencia de cloruro alcalino, caracterizado por precipitarse selectivamente el nitrilotriacetato mediante introducción de metanol en dicha solución.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1,

MGE

402583

10 MAY. 1972



caracterizado en que la cantidad de metanol introducida es de 2 a 10 veces superior en peso a la de la solución que se ha de tratar.

3.- Procedimiento según la reivindicación 1 o la 2, caracterizado en que la solución que se ha de tratar es un medio reaccional de síntesis de nitrilotriacetato sódico, que comprende 15 a 30% en peso de nitrilotriacetato sódico y 10 a 20% en peso de cloruro sódico.

4.- Procedimiento para separar por cristalización un nitrilotriacetato alcalino.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 8 hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 10 MAYO 1972

p.a.

J. A. JAIME ISERN

Firmado: JOSE F. NIETO

15:

MLA.