

MINISTERIO DE INDUSTRIA
REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL



ESPAÑA

(19) ES	(11) NUMERO	(10) AI
(21)	453363	
(22)	FECHA DE PRESENTACION	
	16-11-76	

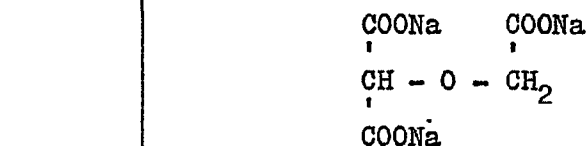
PATENTE DE INVENCION

P.- 64.360

43-21-4277ASP

(30) PRIORIDADES:		
(31) NUMERO	(32) FECHA	(33) PAIS
632.347	17-11-75	EE.UU.
(43) FECHA DE PUBLICIDAD	(51) CLASIFICACION INTERNACIONAL	(62) PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C11D	
(64) TITULO DE LA INVENCION		
"UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UN MONOHIDRATO DE ETERCARBOXILATO CRISTALINO"		
(71) SOLICITANTE (ES)		
MONSANTO COMPANY		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE		
800 North Lindbergh Boulevard, St. Louis, Missouri 63166, Esta- dos Unidos de América		
(72) INVENTOR (ES)		
Norman Earl Stahlheber		
(73) TITULAR (ES)		
(74) REPRESENTANTE		
D. OSCAR DE ELZABURU FERNANDEZ		

1 Esta invención se refiere a un monohidrato de eter
carboxilato cristalino, novedoso, particularmente adecuado
para procesarse a formulaciones detergentes, y a procedimien
tos para la preparación de tal monohidrato. Se ha descubier
to que un compuesto representado por la fórmula



10 exhibe excelente funcionalidad como un mejorador de deter-
gencia. Este compuesto y su aplicación como mejorador de de-
tergencia se describe en la Patente de los Estados Unidos
3.865.755, la descripción de dicha patente incorporándose
aquí por referencia. Bajo condiciones de alta humedad rela-
15 tiva, la constitución amorfa de este compuesto tiende a ha-
cerlo higroscópico, y la absorción de agua puede dar como re-
sultado problemas de aglomeración del compuesto per se o las
formulaciones detergentes en las cuales se emplea. Un hidra-
to superior (tri o tetra) del compuesto, que es sustancial-
20 mente no higroscópico, puede prepararse mediante evaporación
de una solución del compuesto a temperaturas ambientes. Sin
embargo, el trihidrato pierde agua de hidratación a tempera-
turas relativamente bajas (aproximadamente 100°C.) y si se
seca rápidamente, como en los procedimientos de secado por
25 aspersión para la preparación de formulaciones detergentes,
se convierte a la estructura amorfa.

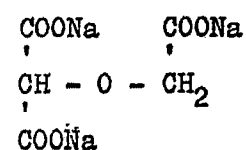
Es por lo tanto evidente que el proveer una forma
del compuesto anteriormente discutido que sea relativamente
no higroscópica y térmicamente estable, constituiría un ade-
30 lanto en la técnica.

1

RESUMEN DE LA INVENCION

Es un objeto de esta invención proveer un hidrato cristalino, térmicamente estable, relativamente no higroscópico, del compuesto:

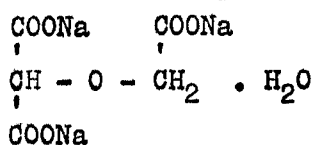
5



10

y procedimientos para preparar dicho hidrato cristalino. El compuesto de esta invención, que satisface estos objetivos, es un monohidrato cristalino representado por la fórmula:

15



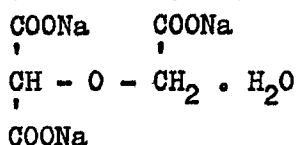
y cuya preparación y propiedades se comprenderán de la siguiente descripción de las modalidades preferidas.

20

DESCRIPCION DE LAS MODALIDADES PREFERIDAS

El compuesto de la presente invención es un monohidrato cristalino, novedoso, representado por la fórmula

25



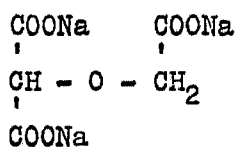
30

y caracterizado por un patrón de difracción de rayos X que exhibe líneas de difracción fuertes correspondientes a valores aproximados de separación interplanar d : 8.14 Å, 5.65 Å, 5.45 Å, 5.24 Å, 4.50 Å, 4.35 Å, 3.42 Å, 2.77 Å, 2.59 Å, y 2.38 Å. El término "aproximados" se utiliza para indicar

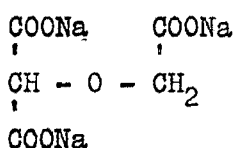
1 que las separaciones interplanares anteriormente citadas
pueden variar en tanto como 1% debido a factores tales como
variaciones en las técnicas analíticas, cocrystalización de
cantidades menores de otros materiales, etc.

5 Este hidrato cristalino novedoso tiene propiedades
de manejo deseables, asociadas generalmente con materiales
cristalinos, y es sustancialmente menos higroscópico que las
formas cristalinas anhidras o amorfas del compuesto. Además,
10 el hidrato cristalino, novedoso de esta invención, tiene ex-
celente estabilidad térmica y no pierde agua de hidratación
fácilmente a temperaturas inferiores a 220°C., en compara-
ción con el trihidrato que pierde agua a aproximadamente
100°C. y el dihidrato que pierde agua a aproximadamente 135
15 °C. Además, el monohidrato se separa más fácilmente de los
lodos que otros hidratos, debido a sus características de
cristalización más controlables.

El monohidrato cristalino de esta invención se pre-
para mediante cristalización de una solución acuosa de:

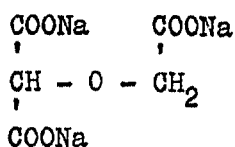


Si el



25 se prepara por neutralización o saponificación de ácido o
ésteres de los mismos, con hidróxido de sodio, debe tenerse
30 cuidado de asegurar que se neutralice el exceso de hidróxido

1 de sodio o de separarlo de manera que la cantidad total de hidróxido de sodio en la solución sea menor que 5% del peso de



10 en la solución. De otro modo, las cantidades indebidamente grandes de lo que parece ser un dihidrato más bien que el monohidrato deseado, se cristalizarán de la solución en el procedimiento más adelante descrito. La neutralización del exceso de hidróxido de sodio para formar carbonato de sodio, puede lograrse convenientemente haciendo burbujear dióxido de carbono en la solución hasta que el pH es menor que 11.5.

15 Es además necesario que la cristalización y la separación, del monohidrato de la solución sea efectuada a temperaturas de entre 50°C. y 220°C., prefiriéndose temperaturas cercanas al punto de ebullición (110° - 115°C.).

20 Además, la entrada de calor a la solución debe controlarse para evitar la formación de una solución que está supersaturada en más de aproximadamente 5%. Si la entrada de calor es indebidamente elevada (v.gr. si la solución se hierve vigorosamente), el exceso de supersaturación puede hacer que la solución se haga altamente viscosa y, por calentamiento adicional, se llega a la formación de sólidos amorfos más bien que el monohidrato cristalino, deseado.

25 La precipitación del monohidrato cristalino puede promoverse mediante la adición de cristales de semilla del monohidrato y/o adición de un líquido orgánico que es miscible con agua pero que exhibe una solvatación relativamente

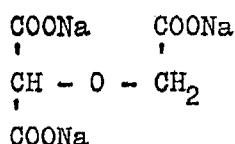
30

1 lenta del monohidrato, por ejemplo, metanol. El monohidrato
cristalino, precipitado, puede separarse por procedimientos
mecánicos convencionales, y el calentamiento continuarse pa
ra separar cualquier agua libre o solvente orgánico libre.

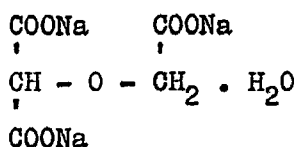
5 La práctica de la invención se ilustra ulterior-
mente por los siguientes ejemplos, en donde todas las par-
tes o porcentajes están en peso, a menos que se indique
otra cosa.

EJEMPLO I

10 Una solución de 1 parte de



15 substancialmente libre de hidróxido de sodio en una parte
de agua, se forma y se mezcla con una parte de metanol. La
mezcla se lleva a reflujo a presión atmosférica durante apro
ximadamente 2 horas y se forma un precipitado sólido, crista
lino, que se separa de la mezcla calentada. Este sólido cris
talino se identifica por análisis termogravimétricos y tér-
mico diferencial, como el monohidrato:

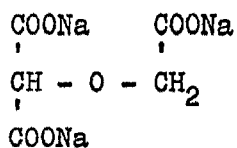


25 y exhibe un patrón de difracción de rayos X caracterizado
por las siguientes separaciones enterplanares: $d: 8.14 \text{ \AA}$,
 5.65 \AA , 5.45 \AA , 5.24 \AA , 4.50 \AA , 4.35 \AA , 3.42 \AA , 2.77 \AA , 2.59
 \AA , y 2.38 \AA .

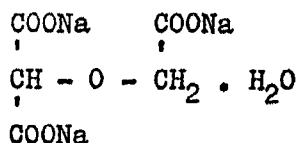
30

EJEMPLO II

1 Se calientan a ebullición aproximadamente 1000 g
de una solución acuosa al 40% de :



10 substancialmente libre de hidróxido de sodio. A medida que
la evaporación del agua eleva la concentración de sólidos
de la solución a 57%, 58.5%, 60%, 61.5%, se agrega un gra-
mo de monohidrato preparado de conformidad con el ejemplo I,
como "material cebador o de semilla". Después del último sem-
brado, la solución se hace y permanece turbia. El sembrado
se interrumpe y la ebullición se continúa con la entrada de
calor siendo controlada de manera que el punto de ebullición
15 no exceda de 113°C (si, se empleara una entrada de calor in-
debidamente elevada, se formaría una solución más altamente
supersaturada, teniendo un punto de ebullición superior a
113°C.). La ebullición se continúa hasta que se encuentra pre-
sente un lodo conteniendo cantidades substanciales de sólidos,
20 en cuyo punto los sólidos se separan y se identifican
como el monohidrato:



mediante los procedimientos establecidos en el ejemplo I an-
terior.

30 El monohidrato cristalino, novedoso de la presente
invención, puede emplearse en formulaciones detergentes como
se describe, por ejemplo, en la patente de los Estados Unidos

1 3.865.755, a que se hizo referencia previamente. El uso del
 monohidrato cristalino, novedoso es particularmente ventajoso
 5 para utilizarse en la preparación de formulaciones deter-
 gentes mediante técnicas de secado por aspersión bien com-
 prendidas, en vista de la alta estabilidad térmica del mono-
 hidrato.

10

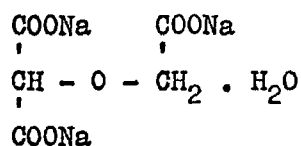
REIVINDICACIONES

15

Los puntos de invención propia, y nueva que se pre-
 sentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de
 Invención en España, por VEINTE años son los que se recogen
 en las reivindicaciones siguientes:

20

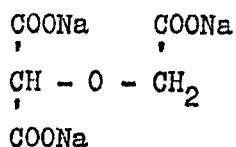
1ª.- Un procedimiento para la preparación de un
 monohidrato de etercarboxilato cristalino representado por
 la fórmula:



25

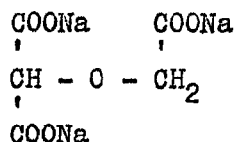
y caracterizado por un patrón de difracción de rayos X que
 exhibe fuertes líneas de difracción correspondientes a los
 valores aproximados de separación interplanar d: 8.14 Å,
 5.65 Å, 5.45 Å, 5.24 Å, 4.50 Å, 4.35 Å, 3.42 Å, 2.77 Å, 2.59
 30 Å, y 2.38 Å, dicho procedimiento estando caracterizado por-

1 que comprende formar una solución acuosa de:



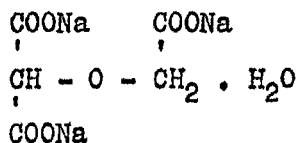
5

que contiene menos de 5% de hidróxido de sodio, con base en el peso



10

en dicha solución, y cristalizar y separar



15

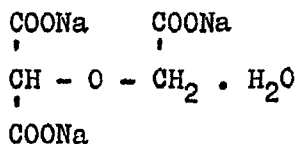
de la solución, mientras se mantiene la misma a una temperatura de entre 50° y 220°, y a menos de 5% de supersaturación.

20

2ª.- El procedimiento de conformidad con la reivindicación 1ª, caracterizado además porque la solución se mantiene en su punto de ebullición.

3ª.- El procedimiento de conformidad con la reivindicación 2ª, caracterizado además porque la precipitación de

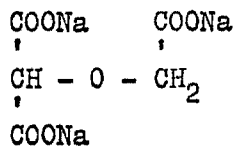
25



30

cristalino se promueve poniendo en contacto dicha solución con un líquido orgánico, miscible con agua, y que tiene baja solubili-

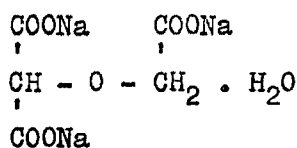
1 dad para:



5

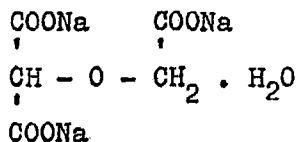
4ª.- El procedimiento de conformidad con la reivindicación 2ª, caracterizado además porque la precipitación de

10



cristalino, se promueve sembrando dicha solución con

15



cristalino.

20

5ª.- Un procedimiento para la preparación de un monohidrato de etercarboxilato cristalino.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y con los fines que se han especificado.

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

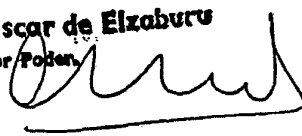
25

Madrid, 16. NOV. 1937

P.A.

30

Oscar de Elizaburu
Por Poderes



VAL.-