

MINISTERIO DE INDUSTRIA
REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL



ESPAÑA

20 SET. 1978

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.

19	ES	11	NUMERO	10	A3
		21	467714		
		22	FECHA DE PRESENTACION		
			- 9 JULIO 1978		

PATENTE DE INTRODUCCION

47	FECHA DE PUBLICIDAD	51	CLASIFICACION INTERNACIONAL
			C07C
54	TITULO DE LA INVENCIÓN		
	"PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE PENTAERITRITA"		
56	PATENTE EXTRANJERA U OTRA FUENTE DE INFORMACION		
	Patente alemana nº 25 29 788 de fecha 3 julio 1975		
71	SOLICITANTE (ES)		
	PATENTES Y NOVEDADES S.A.		
	DOMICILIO DEL SOLICITANTE		
	MADRID - Avda. Bruselas, 75, 1.º dch.		
72	INVENTOR (ES)		

73	TITULAR (ES)		
74	REPRESENTANTE		
	MARCELINO CURELL SUÑOL		

R-4325-8
UNE A. 4 MOD 3108

UTILICÉSE COMO PRIMERA PAGINA DE LA MEMORIA

PATENTE DE INTRODUCCION

por DIEZ años

solicitada en España a favor de PATENTES Y NOVEDADES S.A. entidad de nacionalidad española, domiciliada en Madrid, Avda. Bruselas, 75, 1ª dcha., por "Procedimiento para la obtención de pentaeritrita".

MEMORIA DESCRIPTIVA

Según la invención se crea un procedimiento para la fabricación de pentaeritrita, en el que por lo menos una parte de una solución de reacción que contiene formales o metilales de pentaeritrita se trata térmicamente dentro de un margen de pH de 4,5 a 5,5 a una temperatura de 120 a 170°C durante 20 a 120 minutos, y se separa en forma de cristales la pentaeritrita obtenida. A la solución liberada de la pentaeritrita se adiciona hidróxido sódico para cristalizar formiato sódico, a continuación de lo cual se efectúa la separación. La solución remanente se hace circular hacia el sistema de reacción para ser utilizada como solución inicial de reacción.

La invención se refiere a perfeccionamientos en un procedimiento para la fabricación de pentaeritrita me--

dante la transformación de acetaldehído con formaldehído en una solución acuosa de hidróxido sódico y particularmente a un procedimiento perfeccionado para la fabricación de pentaeritrita, en el que se adiciona hidróxido sódico a una solución acuosa de formiato sódico formada durante la formación de pentaeritrita, con el fin de separar el formiato sódico por cristalización y se hace circular la solución liberada de formiato hacia el sistema de reacción para su utilización como solución inicial de reacción. - -

5. La acción recíproca entre acetaldehído y formaldehído en una solución acuosa de hidróxido sódico conduce a la formación de una cantidad equimolar de formiato sódico, así como de pentaeritrita. Este formiato sódico tiene que separarse de una manera eficaz de la pentaeritrita. Generalmente se condensa y se refrigera la solución de reacción con el fin de separarla en pentaeritrita sólida que contiene solamente una pequeña cantidad de formiato sódico, y en una solución condensada de pentaeritrita líquida que contiene una cantidad relativamente grande de formiato sódico.
10. La pentaeritrita sólida puede transformarse mediante sencillas etapas de proceso en cristales de pentaeritrita de gran pureza. Sin embargo, es difícil separar cristales puros de pentaeritrita de la solución condensada con un gran contenido de formiato sódico. Por otra parte no es rentable dejar salir o desechar la solución condensada en el estado en que se encuentra. - - - - -
- 15.
- 20.
- 25.

- En vista de ellos se propuso un número de procedimientos para aislar pentaeritrita de la solución condensada, incluyendo el procedimiento según la publicación de la patente japonesa 18008/1971, según la cual se adiciona una base fuerte, por ejemplo hidróxido sódico, con los cationes comunes a los del formiato, a la solución condensada de pentaeritrita, con el fin de separar el formiato en forma de cristales, y haciéndose circular la solución obtenida, la cual contiene pentaeritrita y la base fuerte, al sistema de reacción para su utilización como material inicial para la fabricación de pentaeritrita. De modo parecido a la pentaeritrita, el formiato sódico es muy soluble en agua y presenta un alto poder disolvente en comparación con la pentaeritrita. Sin embargo, si se adiciona un compuesto con los iones comunes o iguales a los del formiato a la solución condensada del procedimiento arriba indicado, el formiato, por ejemplo formiato sódico, cristaliza con gran pureza en virtud de la acción de salificación de los iones comunes, de manera que el procedimiento es industrialmente muy valioso. Sin embargo, este procedimiento presenta frecuentemente el siguiente fenómeno desventajoso cuando la solución recuperada se emplea repetidamente como material inicial en la fabricación de pentaeritrita. Es decir, los formales de pentaeritrita, los cuales representan subproductos que son mucho más difíciles de cristalizar que la pentaeritrita, se acumulan en la solución acuosa alcalina durante la repetida utilización como
- 5.
 - 10.
 - 15.
 - 20.
 - 25.

- material inicial para la síntesis de la pentaeritrita. -
Los formales de pentaeritrita no solamente reducen el ren
dimiento de pentaeritrita, sino que también tienden a trans
formarse en la forma de cristales finos, y cuando existen
5. en gran cantidad en la solución acuosa, conducen a crista
les mucho más finos de pentaeritrita y a una disminución
de la velocidad de cristalización de la pentaeritrita, de
manera que los cristales obtenidos de pentaeritrita empeo
ran de manera desventajosa en cuanto a su pureza. Adicio
nalmente, la disminución de la pureza resulta todavía más
10. facilitada por el hecho de que se hace circular repetida-
mente una gran cantidad de los formales de pentaeritrita
hacia la etapa de la síntesis de pentaeritrita, debido a
que los formales se transforman lentamente en formales tri
dimensionales de pentaeritrita de un mayor grado medio de
15. polimerización. Ejemplos de los formales de pentaeritri-
ta son el formal de bis-pentaeritrita y el formal monocí-
clico de pentaeritrita. Es conocido que estos formales -
pueden descomponerse según diversos procedimientos en pen
taeritrita. - - - - -

La patente US 2.978.514 describe por ejemplo un -
procedimiento mediante el cual se trata térmicamente una
solución acuosa que contiene formales de pentaeritrita pa
25. ra su descomposición en su punto de ebullición bajo presión
normal en la presencia de un ácido fuerte como ácido sul-
fúrico, ácido clorhídrico o similar. Sin embargo, este -

- procedimiento es desventajoso, ya que la descomposición debería llevarse a cabo a una temperatura relativamente baja de 95 a 105°C. con el fin de suprimir las otras reacciones secundarias del ácido fuerte utilizado con la pentaeritrita formada con disminución del índice de descomposición.
5. Además, la patente US 2.939.887 indica un procedimiento de tratamiento térmico para la descomposición de formales de pentaeritrita a una temperatura de 150 a 300°C. en la presencia de un catalizador a base de dióxido de silicio para el cracking de petróleo. Sin embargo, este procedimiento adolece del inconveniente de que el modo de realización del procedimiento es complicado a causa de la utilización del catalizador sólido. Finalmente la publicación de la patente japonesa 18107/1964 describe un procedimiento, mediante el cual se transforma formaldehído y acetaldehído -
10. bajo unas condiciones especiales, bajo las cuales se forman formales de pentaeritrita en grandes cantidades, y se someten luego los formales a la descomposición bajo condiciones severas como un valor pH de 3 a 4 y una temperatura
15. de 150 a 200°C. Sin embargo, este procedimiento requiere de manera desventajosa una gran cantidad de un medio para ajustar el pH y elevados costes de instalación para evitar la corrosión del material de la instalación. - - - - -
- 20.

25. La invención se plantea el problema de crear un procedimiento para fabricar pentaeritrita, en el que se adiciona hidróxido sódico a una solución acuosa que contiene

ne pentaeritrita y formiato sódico, con el fin de separar el formiato sódico mediante cristalización, y haciéndose circular la solución exenta de formiato, o la solución se parada del formiato, hacia el sistema de reacción para su utilización como parte de una solución inicial de reacción, en el que los formales de pentaeritrita que se acumulan en el sistema de reacción se descomponen fácilmente bajo unas condiciones relativamente moderadas en pentaeritrita.

La invención se plantea también el problema de crear un procedimiento para la fabricación de pentaeritrita, con el cual se obtenga una pentaeritrita de gran pureza en la forma de cristales estables con una elevada velocidad o índice de cristalización, mediante un sencillo proceso de cristalización y de separación a través de un control adecuado de la cantidad de los formales acumulados de pentaeritrita que ejercen un efecto contrario al índice de cristalización y a la forma de los cristales.

La única figura es un diagrama de proceso de producción que ilustra gráficamente la fabricación de pentaeritrita mediante el procedimiento según la invención.

Según la invención se crea un procedimiento para la fabricación de pentaeritrita, en el que se adiciona hidróxido sódico a una solución acuosa que contiene pentaeritrita y formiato sódico, con el fin de separar el formiato sódico en forma de cristales y haciéndose circular la solu

- ción remanente para su utilización como parte de una solución inicial de reacción, estando caracterizado el procedimiento porque se trata térmicamente por lo menos una parte de la solución de reacción que contiene formales de pentaeritrita a un valor pH de 4,5 a 5,5 y a una temperatura de 120 a 170°C. durante 20 a 120 minutos, se separa la pentaeritrita por cristalización, y se adiciona hidróxido sódico a la solución liberada de los cristales, la cual contiene pentaeritrita líquida o remanente y formiato sódico, con el fin de separar el formiato sódico en forma de cristales, con lo que los formales de pentaeritrita pueden descomponerse fácilmente en pentaeritrita y se obtiene pentaeritrita de una manera eficaz. - - - - -
- 5.
- 10.

- Además, los cristales de pentaeritrita se pueden obtener de una manera más eficaz porque el contenido de formales de pentaeritrita en la solución obtenida después de la separación de pentaeritrita se ajusta o se gradúa a menos del 3,0 % en peso, expresado como concentración combinada o ligada de formaldehído. - - - - -
- 15.

- Las condiciones de reacción generalmente utilizadas, bajo las cuales el acetaldehído y el formaldehído reaccionan entre sí con formación de pentaeritrita, con inclusión de la temperatura de reacción, del tiempo de reacción, de la proporción de moles entre el formaldehído y el acetaldehído, de la proporción de moles entre el agua y el
- 20.
- 25.

acetaldehído, de la proporción de moles entre el hidróxi-
do sólido y el acetaldehído y similares, pueden utilizar-
se tal como son o como tales en el procedimiento según la
invención. - - - - -

5. Tal como se ha descrito más arriba, el procedimien-
to según la invención está caracterizado porque se separa
pentaeritrita en forma de cristales de la solución de -
reacción, se adiciona hidróxido sódico a la solución acuo-
sa obtenida que contiene el remanente de pentaeritrita y
10. formiato sódico, con el fin de separar de la misma el for-
miato sódico en forma de cristales y se hace circular la
solución separada, que contiene un exceso de hidróxido só-
dico, hacia la solución de reacción como parte de la solu-
ción inicial de reacción. La solución separada, que se -
15. hace circular, contiene generalmente formiato sódico, pen-
taeritrita, formales de pentaeritrita y polipentaeritrita,
así como un excedente de hidróxido sódico. - - - - -

- La solución de reacción que se obtiene como conse-
cuencia de la reacción de formaldehído y acetaldehído -
20. frescos y que contiene la solución circulada, contiene -
pentaeritrita recién formada, las impurezas circuladas, im-
purezas recién formadas con inclusión de formales de pen-
taeritrita y un gran excedente de formaldehído sin reac-
cionar. Generalmente se elimina el gran excedente de for-
25. maldehído sin reaccionar mediante destilación a presión -
(pressure distillation). - - - - -

En el procedimiento según la invención es substancial la descomposición térmica de los formales de pentaeritrita que están contenidos en la solución de reacción, por ejemplo en el fondo de una columna de destilación a presión o de un recipiente al que se descarga la solución de reacción a través del fondo de una columna de destilación a presión y hacer cristalizar entonces la pentaeritrita para su separación. Antes del tratamiento térmico de los formales de pentaeritrita en la solución de reacción debería ajustarse el valor pH de la solución a 4,5 hasta 5,5. La descomposición térmica puede realizarse fácilmente a una temperatura de 120 a 170° durante 20 a 120 minutos.

Tal como se ha indicado más arriba, puede utilizarse cualquier valor pH dentro del margen de 4,5 a 5,5 para la descomposición de formales de pentaeritrita. Cuando el valor pH es superior a 5,5, la eficacia de la descomposición se vuelve extraordinariamente mala, mientras que si el pH es inferior a 4,5, resultan problemas económicos indeseables, ya que se requiere una mayor cantidad de ácido fórmico y un material de mejor calidad para las instalaciones.

Cuando la temperatura de descomposición es inferior a 120°C. en el margen de pH de 4,5 a 5,5 el índice de descomposición de los formales de pentaeritrita se vuelve extraordinariamente bajo, de manera que se hace ca

si imposible descomponer formales de pentaeritrita a gran velocidad, aún cuando los formales estén contenidos en una concentración relativamente elevada, de manera que se reduce la pureza del producto, tal como es el caso en el

5. procedimiento según el estado de la técnica que se ha indicado con anterioridad. Por otra parte, la utilización de una temperatura de descomposición superior a los 170° no es ventajosa, debido a que no puede utilizarse ninguna fuente corriente de calor. - - - - -

10. En las temperaturas de descomposición bajas se requiere un período de tiempo más largo para aumentar el índice de descomposición. Dentro del margen de temperaturas arriba indicado, el tiempo de descomposición importa generalmente de 20 a 120 minutos, preferentemente de 50 a 100

15. minutos. - - - - -

En la descomposición de formales de pentaeritrita mediante el tratamiento térmico, el índice de descomposición, se mantiene preferentemente por debajo del 3,0% en peso, expresado como contenido en formales de pentaeritrita en la solución obtenida después de la separación de pentaeritrita por cristalización, es decir, la concentración

20. de formaldehído combinado o unido en la solución separada.

La concentración de formaldehído combinado o ligado en la solución es preferentemente inferior al 2% en peso. - - -

Los formales de pentaeritrita de las que aquí se trata, significan compuestos de acetal de pentaeritrita -

5. y de formaldehído. El contenido en formales de pentaeritrita significa aquí la concentración de formaldehído combinado o unido en la solución separada, determinándose el contenido de formaldehído combinado con pentaeritrita según un método corriente de ácido cromotrópico, tal como -
10. se describe por ejemplo particularmente en *The Industrial & Engineering Chemistry* (Vol. 17, 400-402 (1945)). - - -

- Mediante el control de la concentración en el formaldehído combinado en la solución, por ejemplo por debajo de un 2% en peso, la concentración de pentaeritrita -
15. puede mantenerse en la solución separada, por ejemplo a 40°C. en un margen relativamente bajo inferior al 20% en peso, mediante lo cual se hace posible cristalizar pentaeritrita con un elevado índice o a gran velocidad. Sin embargo, si la concentración de formaldehído combinado en
20. la solución separada es superior al 3,0% en peso, la concentración de pentaeritrita subirá en la solución separada a más de un 30% en peso, con lo que el índice o la velocidad de cristalización se reducirá de manera considerable. - - - - -

25. Por lo general, la concentración de formaldehído

cocentrado en la solución separada produce un gran efecto sobre el hábito de cristalización de los cristales de pentaeritrita obtenidos. Es decir, cuando se aumenta la concentración de formaldehído combinado, la pentaeritrita -

5. cristaliza en la forma de finos cristales individuales - sin formación de cristales a modo de flores (mimetic crystals), los cuales son mayores, con lo que se presentan muchos problemas en la manipulación y en la calidad de los cristales. - - - - -

10. La expresión aquí utilizada de "cristales a modo de flores" significa una masa compacta de grandes partículas de cristales en la forma de crisantemos o de confeti, los cuales están compuestos de un número de cristales muy pequeños, pudiéndose distinguir claramente en el sentido químico entre los cristales a modo de flores y los cristales individuales. - - - - -

15.

Cuando la solución separada, en la cual la concentración de formaldehído combinado es mantenida por debajo del 2% en peso, se somete a la cristalización a 40°C. mediante la utilización de un cristalizador corriente en continuo bajo vacío con refrigeración adiabática, se obtiene pentaeritrita en la forma de cristales a modo de flores de un tamaño de 100 a 300 μ , los cuales pueden separarse fácilmente de la manera acostumbrada. En cambio

20.

25. cuando la solución separada con un contenido de formalde-

hido combinado superior al 3% en peso se somete a la cristalización tal como se ha indicado más arriba, se obtiene pentaeritrita en cristales individuales finos de un tamaño de 10 a 50 μ , de manera que la separación de los cristales de la solución es muy dificultosa. - - - - -

10. Tal como se desprende de lo que antecede, el procedimiento según la invención posee las siguientes ventajas cuando la cristalización y las operaciones de separación resultan influidas por el ajuste de la cantidad de formales de pentaeritrita en la solución que se obtiene después de la cristalización y de las operaciones de separación, a menos del 3,0% en peso, preferentemente menos del 2,0% en peso, expresado como concentración de formaldehído combinado. - - - - -

15. Una de las ventajas de la invención estriba en que los cristales de pentaeritrita obtenidos por la cristalización y la separación son grandes, de manera que pueden separarse fácilmente de la solución mediante sencillas operaciones de separación. - - - - -

20. Otra de las ventajas según la invención es que la concentración de pentaeritrita de la solución obtenida después de la cristalización y de la separación de pentaeritrita es baja, es decir, que se obtiene pentaeritrita con un elevado índice de cristalización y porque la solución separada presenta una viscosidad baja, siendo por -

25.

lo tanto fácil de manipular. - - - - -

Otra ventaja de la invención estriba en que la -
concentración de pentaeritrita de la solución separada es
baja, de manera que es posible aumentar el índice de cris-
5. talización de formiato sódico y se facilita la operación
o el proceso en el sistema de cristalización. - - - - -

También es una ventaja de la invención que se pue-
de obtener pentaeritrita de gran pureza con un buen rendi-
miento. - - - - -

10. Es sabido que cuando se mantiene un valor pH tan
bajo como sea posible en la solución que contiene formal
de pentaeritrita, ello es ventajoso para aumentar el índi-
ce de descomposición de los formales de pentaeritrita. -
Sin embargo, la solución que contiene formal también con-
15. tiene una gran cantidad de formiato sódico, de manera que
se requiere una gran cantidad de ácido fórmico a causa -
del efecto tampón del formiato sódico, para reducir el va-
lor pH de la solución en una extensión considerable. - -

En cambio, en el procedimiento según la invención
20. es suficiente una pequeña cantidad de ácido fórmico para
ajustar el valor pH de la solución, debido a que la des-
composición de formales de pentaeritrita se efectúa bajo
las condiciones relativamente moderadas de un valor pH de
4,5 a 5,5 y puede utilizarse acero inoxidable corriente,

como SUS 316 o SUS 316L en la etapa de descomposición. -

- El procedimiento según la invención está exento de la formación de cristales finos de pentaeritrita y de la reducción del índice de cristalización, debido a que:
5. los formales de pentaeritrita que se forman de manera secundaria se descomponen y se eliminan de manera continua, sin que se acumulen en elevadas concentraciones, asegurando la transformación de formales de pentaeritrita en pentaeritrita, con la consecuencia de que el rendimiento total de pentaeritrita aumenta en un 2 al 3% y la pureza -
 10. del producto aumenta en un 2 al 2,5% en comparación con los procedimientos corrientes. - - - - -

- Mediante el procedimiento según la invención puede fabricarse pentaeritrita de gran pureza con un elevado
15. rendimiento; pero la fabricación de pentaeritrita de gran pureza con un elevado rendimiento nunca se realizó en ningún procedimiento según el estado de la técnica en el que la solución separada con contenido de formiato sódico se - hace circular tal como es hacia el sistema de reacción.- -

20. El procedimiento según la invención, en el que se adiciona hidróxido sódico a una solución acuosa que contiene pentaeritrita y formiato sódico, con el fin de separar formiato sódico en forma de cristales y en el que se hace circular la solución separada hacia la etapa de reacción
25. para su utilización como solución inicial, se puede tra-

- tar térmicamente la totalidad de la solución de reacción o una parte de la misma, o se puede someter la solución de reacción a un tratamiento térmico, separándose pentaeritrita de la solución de reacción sin tratamiento térmico,
5. se trata térmicamente la solución separada y se adiciona hidróxido sódico a la solución para separar formiato sódico de la misma y haciendo circular la solución separada hacia el sistema de reacción. En este último puede mantenerse la solución separada en o con una concentración relativamente elevada de formales de pentaeritrita, de manera que la descomposición ácida pueda realizarse bajo condiciones relativamente moderadas, debido a que es posible mantener el índice de descomposición a un elevado nivel -
10. en virtud de la elevada concentración inicial de los formales. La consecuencia de ello es que, aunque el índice de descomposición de los formales de pentaeritrita sea bajo, establecido sobre la base de la cantidad total de los formales contenidos en la solución separada, este último se vuelve grande cuando se establece sobre la base de la
15. cantidad de formales de pentaeritrita recién formados de manera secundaria en la etapa de reacción. - - - - -
- 20.

Para una mejor comprensión del procedimiento según la invención, se explica a la luz de la figura un modo de ejecución preferente del mismo. - - - - -

25. En el reactor 2 se introduce a través de la tube-

- ría 1 una solución acuosa de acetaldehído y formaldehído, y a través de la tubería 13 un filtrado del que se ha separado formiato sódico en la forma de cristales mediante filtraje. La solución de reacción en el reactor 2 es conducida a través de la tubería 3 a un dispositivo 4 de destilación a presión, y un exceso de formaldehído se elimina mediante destilación a través de la tubería 5. La solución remanente es tratada en el fondo del dispositivo 4 de destilación o de otro recipiente (no representado en los planos) en el margen de pH de 4,5 a 5,5 a una temperatura de 120 a 170°C, con el fin de descomponer formales -
5. de pentaeritrita y es conducida a través de la tubería 6 a una etapa 7 para la concentración, cristalización y separación de pentaeritrita, separándose la solución en -
10. cristales de pentaeritrita y en la solución acuosa que contiene pentaeritrita y formiato sódico. Los cristales de pentaeritrita separados de este modo se extraen a través de la tubería 8, y la solución acuosa, de la cual se han separado los cristales de pentaeritrita, es conducida a -
15. través de la tubería 9 a un dispositivo 10 de cristalización por salificación, en el que se introduce hidróxido sódico a través de la tubería 11, con el fin de cristalizar formiato sódico. El formiato cristalizado de esta manera se separa mediante filtraje y se extrae a través del
20. tubo 12 de descarga, y el filtrado resultante se hace circular hacia la etapa de reacción a través de la tubería -
- 25.

13 para su utilización como parte de la solución inicial de reacción. - - - - -

EJEMPLOS 1 a 3

5. 30,3 Kg/hora de una solución acuosa de formaldehído al 30% en peso, 1,7 Kg/hora de acetaldehído al 98% en peso, 9,1 Kg/hora de un filtrado separado de formiato sódico, conteniendo el 20% en peso de hidróxido sódico (y 0,11 Kg/hora de formaldehído combinado), y 15 Kg/hora de agua destilada se cargaron en un reactor de tipo tubular, provisto de un agitador y un refrigerador, que estaba situado en un sistema de proceso de producción como el mostrado en la figura, manteniéndose durante 2 horas a 35°C. La solución de reacción obtenida, a la que se adicionó ácido fórmico para el ajuste del valor pH a 6,0 hasta 6,5, contenía el 0,48% en peso de formaldehído combinado, fabricándose se 0,16 Kg/hora de formaldehído combinado de manera secundaria reciente en la etapa de reacción. A continuación se eliminó el exceso de formaldehído mediante destilación a presión. La solución remanente fue tratada en el fondo del dispositivo de destilación a presión o en un recipiente bajo las condiciones de pH, tiempo y temperatura indicadas
- 10.
- 15.
- 20.

en la tabla que sigue a continuación. Una parte de la solución, que fue tomada como muestra al descargar el fondo o el recipiente, se sometió a un análisis en cuanto al contenido de monopentaeritrita, mediante un procedimiento con utilización de benzaldehído según la disposición JIS K 1510. Simultáneamente se determinó el formaldehído combinado con formales de pentaeritrita según un procedimiento corriente con utilización de cromotropato sódico. Como consecuencia de ello se constató que el contenido de monopentaeritrita se encontraba dentro del margen del 88,1 al 88,3% en moles y que el formaldehído combinado, fabricado de manera secundaria en la etapa de reacción, estaba completamente descompuesto. - - - - -

A continuación, la solución se sometió a los tratamientos de concentración, cristalización y separación, con el fin de obtener cristales a modo de flores (mimético) de pentaeritrita con un tamaño de 100 a 300 μ , los cuales pudieron separarse fácilmente de la solución. La pureza de la pentaeritrita fue del 95,4 al 95,5% en peso. Además, - la concentración combinada de formales de la solución separada tenía un 1,2% en peso, y la concentración de pentaeritrita un 12% en peso. - - - - -

La solución separada se condujo finalmente a un dispositivo de cristalización por salificación, a la que se adicionó igualmente hidróxido sódico, con el fin de -

5. cristalizar formiato sódico para la separación. La solución obtenida se hizo circular para su utilización como parte de la solución inicial de reacción. Los resultados de los ensayos están indicados en la tabla que sigue a continuación. - - - - -

EJEMPLOS COMPARATIVOS 1 a 3

10. Para los ejemplos comparativos 1 y 2 se repitió el ejemplo 1, en el cual, sin embargo, la solución separada obtenida mediante el adiconamiento de hidróxido sódico a la solución acuosa que contenía pentaeritrita y formiato sódico no se utilizó como parte de una solución inicial de reacción, sino que se utilizaron 3,8 Kg/hora de hidróxido sódico al 48% como material inicial. Adicionalmente, en el ejemplo comparativo 2, la solución de reacción fue tratada térmicamente bajo condiciones indicadas en la tabla, diferentes a las de la invención. Para el ejemplo comparativo 3 se repitió el ejemplo 1, pero no se efectuó en absoluto el tratamiento térmico bajo las condiciones particulares según la invención. Los resultados de los ensayos están indicados en la tabla que sigue a continuación. - - -

15.

20.

T A B L A

	Unidades	Ejemplo nº			Ejemplo comparati- vo nº		
		1	2	3	1	2	3
(Velocidad de alimen- tación al reactor)							
Solución acuosa de formaldehído al 30%	Kg/hora	30,3	30,3	30,3	30,3	30,3	30,3
Acetaldehído al 98%	Kg/hora	1,7	1,7	1,7	1,7	1,7	1,7
Hidróxido sódico al 48%	Kg/hora	-	-	-	3,8	3,8	-
Filtrado separado - del formiato sódico (solución alcalina para la circulación)	Kg/hora	9,1	9,1	9,1	-	-	9,1
Agua	Kg/hora	15	15	15	15	15	15
(Formaldehído combi- nado en la solución de reacción)							
Formaldehído combina- do	% en peso	0,48	0,48	0,48	0,27	0,27	0,27
Cantidad por hora	Kg/hora	0,27	0,27	0,27	0,14	0,14	0,32
Cantidad formada de formaldehído combi- nado	Kg/hora	0,16	0,16	0,16	0,14	0,14	0,18

EJEMPLO 4

- Se fabricó pentaeritrita según el diagrama del proceso de producción representado en la figura, con utilización del reactor y de la carga según el ejemplo 1. Sin embargo, 2/3 de la solución del fondo del dispositivo de destilación a presión se trataron en un recipiente aparte a alta temperatura, con el fin de descomponer formales de pentaeritrita, y se combinaron o unieron a continuación con el resto de la solución para su ulterior tratamiento. La descomposición de los formales de pentaeritrita se efectuó a una temperatura de 150°C. durante 100 minutos a un valor - pH de 4,7. Como consecuencia de ello, la concentración del formaldehído unido combinado en la solución de reacción fue del 0,48% en peso, la cantidad de formación de formaldehídos combinado 0,16 Kg/hora, el índice de descomposición de formaldehído combinado 0,16 Kg/hora, el rendimiento de mono pentaeritrita del 88,3% en moles y la pureza del producto de pentaeritrita el 95,5% en peso. Por consiguiente se obtuvieron buenos resultados, similares a los del ejemplo 1.
- A los efectos consiguientes se declaran de novedad y propiedad para España, sus territorios y plazas de soberanía, las reivindicaciones que siguen. - - - - -


T A B L A (CONTINUACION)

	Unidades	Ejemplo nº			Ejemplo comparati- vo nº				
		1	2	3	1	2	3		
(Descomposicion de los formales)		En el reci- piente ti- po depósito			En el fondo del disposi- tivo de des- tilación a presión			En el reci- piente ti- po depósi- to	
Temperatura	°C	150	130	150	-	150	-		
Tiempo	minutos	60	60	60	-	80	-		
pH	-	5,1	4,7	5,1	-	4,2	-		
Cantidad descom- puesta de formal- dehido combinado	Kg/hora	0,16	0,16	0,16	-	0,08	-		
Rendimiento de mo- nopentaeritrita	% en moles	88,3	88,5	88,1	85,9	86,1	85,6		
Concentración de - pentaeritrita en - la solución libera- da de cristales	% en peso	12	12	12	-	-	31		
Tamaño de los cris- tales de pentaeri- trita	/ u	100- 300	100- 300	100- 300	-	-	10-50		
Pureza del produc- to de pentaeritri- ta	%	95,5	95,4	95,5	94,0	94,5	93,5		

REIVINDICACIONES

- 1.- Procedimiento para la fabricación de pentaeritrita, en el que se adiciona hidróxido sódico a una solución acuosa que contiene pentaeritrita y formiato sódico,
5. con el fin de cristalizar formiato sódico para la separación del mismo y se hace circular la solución liberada de formiato para su utilización como parte de la solución inicial de reacción, caracterizado porque se trata térmicamente por lo menos una parte de la solución de reacción que
10. contiene formales de pentaeritrita dentro de un margen de pH de 4,5 a 5,5 a una temperatura de 120 a 170°C. durante 20 a 120 minutos, se separa y se cristaliza la pentaeritrita que se ha formado, se adiciona hidróxido sódico a la solución separada que contiene pentaeritrita y formiato sódico,
15. con el fin de cristalizar el formiato sódico, y se separa el formiato sódico cristalizado. - - - - -

- 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la separación de pentaeritrita se realiza por cristalización después de que la cantidad de formales
20. de pentaeritrita contenidos en la solución separada de la pentaeritrita alcance menos del 3,0% en peso, expresado como concentración de formaldehído combinado o ligado. - - - - -

- 3.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque la cantidad de formales de pentaeritrita
- 

es inferior al 2,0% en peso. -----

4.- "PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE PENTA
ERITRITA". -----

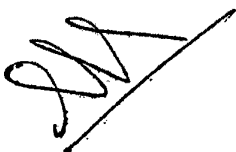
Todo ello conforme se describe y reivindica en la presente memoria que consta de veinticinco hojas, foliadas y mecanografiadas por una sola de sus caras.

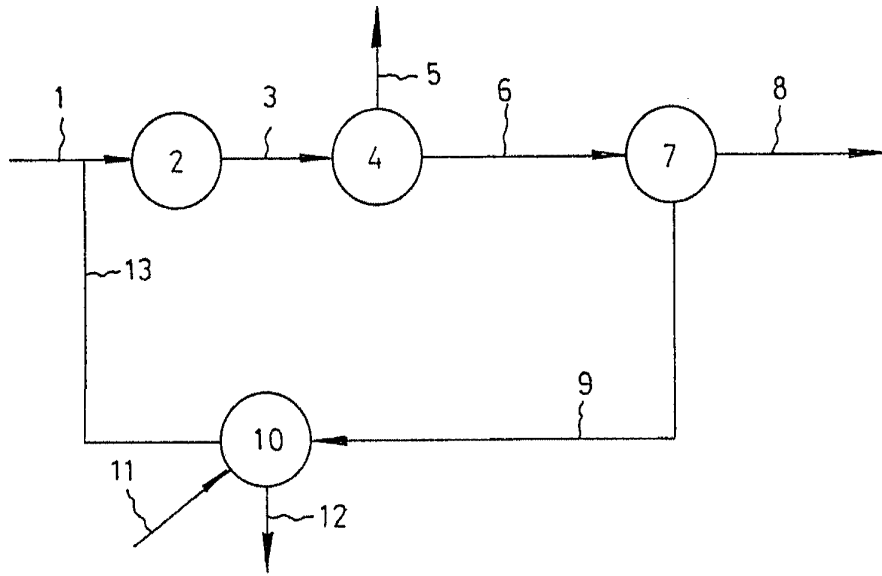
MADRID - 9 MAR. 1973

P.A: M. CURELL SUÑOL



MCP





MADRID - 3 MAR. 1978

P. A. M. CURELL SUÑOL

Curell