

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 616 406**

51 Int. Cl.:

C07C 51/41 (2006.01)

C07C 53/06 (2006.01)

C07C 51/42 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **30.11.2007 PCT/SE2007/001060**

87 Fecha y número de publicación internacional: **31.07.2008 WO08091186**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **30.11.2007 E 07835246 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **23.11.2016 EP 2121557**

54 Título: **Procedimiento para producir formiato de potasio**

30 Prioridad:

24.01.2007 SE 0700161

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

13.06.2017

73 Titular/es:

**PERSTORP SPECIALTY CHEMICALS AB (100.0%)
284 80 Perstorp, SE**

72 Inventor/es:

**AXELSSON, GÖRAN;
PAULSSON, CHRISTOFFER y
FREDHOLM, PÄR**

74 Agente/Representante:

FÚSTER OLAGUIBEL, Gustavo Nicolás

ES 2 616 406 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

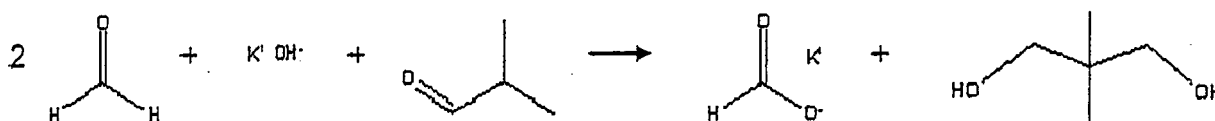
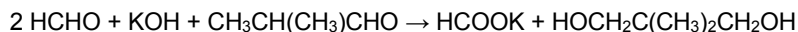
DESCRIPCIÓN

Procedimiento para producir formiato de potasio

5 La presente invención se refiere a un procedimiento para producir formiato de potasio.

Se describe un procedimiento para producir formiato de potasio en detalle en la patente europea EP0769000B1 y se hacen referencias a este documento para evitar la duplicación con respecto a la descripción del procedimiento. También se describen diferentes áreas de aplicación para el formiato de potasio en dicha patente. El formiato de

10 potasio industrial se produce habitualmente según la siguiente fórmula de reacción:



15 El procedimiento descrito en el documento EP0769000B1 funciona perfectamente bien, pero el procedimiento de purificación de formiato de potasio solo se describe de manera general. Existe una gran necesidad de producir formiato de potasio en forma pura y no se conoce en la técnica anterior cómo puede realizarse esto.

20 Según la presente invención, se satisface la necesidad descrita anteriormente y se logra un procedimiento para producir formiato de potasio, mediante lo cual se hacen reaccionar formaldehído, hidróxido de potasio e isobutiraldehído en agua, a una razón molar de 1,0:1,0:1,0 a 3,0:2,0:1,0, tal como de 1,5:1,2:1,0 a 2,5:1,7:1,0 o de 1,8:1,0:1,0 a 2,2:1,5:1,0 y a una temperatura de 0-100 °C, preferiblemente 30-70 °C. El procedimiento se caracteriza porque la disolución de reacción obtenida se neutraliza a pH 4-6 y se evapora, mediante lo cual se obtienen dos

25 fases, una fase acuosa, que contiene la parte principal del formiato de potasio, y una fase orgánica. La fase orgánica se separa posteriormente de la fase acuosa, donde tiene lugar una evaporación final de la fase acuosa a una presión de 0-100 kPa (0,0-1,0 bar), preferiblemente 0-50 kPa (0,0-0,5 bar) o más bien 0-20 kPa (0,0-0,2 bar) y una temperatura de 160-250 °C, para obtener una masa fundida de formiato de potasio. Se añade agua a la masa fundida, mediante lo cual se obtiene una disolución acuosa, disolución que se filtra, por ejemplo a través de un filtro de carbón. El resultado es una disolución que tiene un contenido de >99 % en peso de formiato de potasio, calculado sobre una base libre de agua.

30

La evaporación final de formiato de potasio puede llevarse a cabo mediante uno o más evaporadores. La presión en la evaporación final es preferiblemente de 0-20 kPa (0,0-0,2 bar) y la temperatura es preferiblemente de 160-200 °C.

35 La evaporación en la primera etapa se lleva a cabo habitualmente hasta que el contenido en agua de la disolución sea del 10-40 % en peso, preferiblemente del 25-35 %.

La presente invención se explica adicionalmente con referencia a los ejemplos de realización a continuación, en los que el ejemplo 1 se refiere a una prueba de comparación fuera del alcance de la invención y el ejemplo 2 se refiere a la invención. Los ejemplos deben interpretarse como ilustrativos y no limitativos en modo alguno.

40

Ejemplo 1

Se cargaron 9058 partes en peso de una disolución acuosa que tenía un contenido en formaldehído de 584 partes en peso en un reactor equipado con un agitador y un enfriador. Se estableció la temperatura de la disolución a 25 °C, tras lo cual se añadieron 1168 partes en peso de una disolución que tenía un contenido en hidróxido de potasio del 46 % en peso a la disolución de formaldehído durante 5 minutos, seguido de una adición durante 26 minutos de 645 partes en peso de una disolución que tenía un contenido en isobutiraldehído del 98,7 % en peso. Las cantidades añadidas dieron como resultado una mezcla en la que están presentes formaldehído:hidróxido de

50 potasio:isobutiraldehído en una razón molar de 2,2:1,09:1,0. Se controló la temperatura en el reactor mediante el enfriador para conseguir una temperatura final de 54 °C. A esta temperatura se permitió que la reacción continuara durante otros 20 minutos. Entonces se neutralizó la disolución a un pH de aproximadamente 5,5 mediante la adición de 35 partes en peso de una disolución que tenía un contenido en ácido fórmico del 85 % en peso.

Entonces se evaporó la disolución de reacción hasta que se alcanzó un aumento del punto de ebullición con 30 °C. Posteriormente se enfrió la disolución hasta 90 °C y se permitió que se separase durante dos horas en una fase acuosa y una fase orgánica. La fase acuosa tenía un contenido del 97,5 % en peso de formiato de potasio, del 1,5 % en peso de neopentilglicol y del 1,0 % en peso de otros compuestos orgánicos, calculado sobre una base libre de agua.

60

Ejemplo 2

- 5 Se calentó la fase acuosa dada a conocer al final del ejemplo 1 hasta 180 °C, con lo cual se redujo la presión hasta 10 kPa (0,1 bar). Entonces se evaporó la disolución obtenida durante 1 hora, generando una masa fundida de formiato de potasio. Se añadió agua a la masa fundida para obtener una disolución de formiato de potasio con el 25 % en peso de agua. Finalmente se filtró la disolución a través de un filtro de carbón, dando como resultado una disolución que tenía un contenido del 99,6 % en peso de formiato de potasio, del 0,02 % en peso de neopentilglicol y el resto de la disolución contenía otros compuestos orgánicos, calculado sobre una base libre de agua.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para producir formiato de potasio, mediante lo cual se hacen reaccionar formaldehído, hidróxido de potasio e isobutiraldehído en agua, a una razón molar de 1,0:1,0:1,0 a 3,0:2,0:1,0, y a una temperatura de 0-100 °C, **caracterizado por** que la disolución de reacción obtenida se neutraliza a pH 4-6 y se evapora en una primera etapa, mediante lo cual se obtienen dos fases, una fase orgánica y una fase acuosa, comprendiendo ésta última la parte principal del formiato de potasio, que posteriormente se separa la fase orgánica de la fase acuosa, donde tiene lugar una evaporación final de la fase acuosa a una presión de 0-100 kPa (0,0-1,0 bar), y una temperatura de 160-250 °C, para obtener una masa fundida de formiato de potasio, a la que se le añade agua seguido de filtración de la disolución de formiato de potasio obtenida, dando como resultado una disolución que tiene un contenido de >99 % en peso de formiato de potasio, calculado sobre una base libre de agua.
2. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que se hacen reaccionar formaldehído, hidróxido de potasio e isobutiraldehído en agua, a una razón molar de 1,5:1,2:1,0 a 2,5:1,7:1,0.
3. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que se hacen reaccionar formaldehído, hidróxido de potasio e isobutiraldehído en agua, a una razón molar de 1,8:1,0:1,0 a 2,2:1,5:1,0.
4. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1-3, en el que se hacen reaccionar formaldehído, hidróxido de potasio e isobutiraldehído en agua, a una temperatura de 30-70 °C.
5. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1-4, en el que la evaporación final de la fase acuosa tiene lugar a una presión de 0-50 kPa (0,0-0,5 bar).
6. Procedimiento según la reivindicación 5, en el que la evaporación final de la fase acuosa tiene lugar a una presión de 0-20 kPa (0,0-0,2 bar).
7. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1-6, en el que la filtración de la disolución de formiato de potasio es a través de un filtro de carbón.
8. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1-7, **caracterizado por** que la evaporación final de formiato de potasio se lleva a cabo mediante uno o más evaporadores.
9. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1-8, **caracterizado por** que la evaporación final se lleva a cabo a una presión de 0-20 kPa (0,0-0,2 bar) y a una temperatura de 160-200 °C.
10. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1-9, **caracterizado por** que la evaporación en la primera etapa se lleva a cabo hasta que el contenido en agua de la disolución sea del 10-40 % en peso.
11. Procedimiento según la reivindicación 10, **caracterizado por** que la evaporación en la primera etapa se lleva a cabo hasta que el contenido en agua de la disolución sea del 25-35 % en peso.