



2 AGO 1929

MEMORIA DESCRIPTIVA
 para solicitar
 P A T E N T E D E I N V E N C I O N
 en
 E S P A Ñ A
 por VEINTE años
 por "Un procedimiento para la
 "producción de vainillina."

A nombre de:

Dr. Hermann Pauly y Kurt

Feuerstein

domiciliados en:

Wurzburg,

A L E M A N I A

- o - o - o - o - o - o - o - o - o - o - o - o - o -

El invento se refiere a un procedi-
 miento para la producción de vainillina partiendo

de fibras vegetales incrustadas y sus productos de alteración, como turbas, lignito, carbón fósil, así como ligninas obtenidas de los mismos por vía artificial o natural, o lejías técnicas que las contengan en solución y sus componentes de lignina.

Se ha comprobado que cuando se someten materiales de esta clase a un tratamiento cuidadoso con oxidantes, con preferencia a temperaturas moderadas, puede obtenerse vainillina en cantidad y pureza suficientes para la recuperación técnica. Ya es sabido el modo de tratar dichas materias con oxidantes; pero suelen obtenerse ácidos oxálicos porque hasta ahora se han empleado con exceso oxidantes, o se les ha dejado influir con demasiada energía. El exceso destruye la vainillina que haya podido obtenerse. Para recuperar vainillina se necesita, por tanto, emplear solo una cantidad de oxidante proporcionada aproximadamente a la cantidad recuperable de vainillina, para que no se pueda destruir ésta.

La cantidad necesaria de oxidante se averigua en cada caso por medios empíricos, pues no es posible recuperar de las diversas materias iguales proporciones de vainillina.

En la práctica, el procedimiento se efectúa utilizando cantidades limitadas de oxidantes, en condiciones moderadas. Un oxidante apropiado se compone, por ejemplo, de una solución de ácido crómico en ácido acético cristalizante; pero también puede usarse permanganato, ácidos cró-



micos, óxígeno activo, ozono y sus análogos, o mezcla de estas sustancias.

Además, se ha comprobado con sorpresa que sometiendo el material oxidado libre por extracción agotadora de la vainillina que contiene, a una hidrólisis consecutiva, por ejemplo, con ácidos fuertes diluidos, se obtiene de nuevo vainillina, cuya cantidad viene a ser el doble de la producida inicialmente. De aquí resulta el hecho, no conocido anteriormente de que la sustancia productora de la vainillina, -protegida probablemente por combinación glucosídica- existe en la fibra vegetal incrustada. Es importante, pues, evitar en lo posible toda acción hidrolítica durante la oxidación, para que la combinación glucosídica, y con ella la protección de la vainillina formada se mantenga durante el lapso mayor posible.

El procedimiento es apropiado para fibras vegetales de todas clases, como hueso, hierba, paja, escarto, cáñamo, yute, lino, ramio, leña, y sus productos de alteración, como turba, lignito, carbón fósil, así como para ligninas aisladas natural o artificialmente y sus lejías técnicas, componentes de lignina, lignina fenolada, lignina de lejía de paja; componentes de lejía de celulosa, como ácido lignosulfúrico, sus análogos

EJEMPLOS.-

1 - En una suspensión de 100 Kgs. de harina de madera en 400 Kgs. de ácido acético cristalizante, se vierte agitando ozono al 1% hasta coloración casi completa de la madera. Luego se junta



la mezcla con 1,2 Kgs. de ácido sulfúrico y se hidroliza durante cinco horas. La madera se separa de la solución, y se destilan de ésta unos 200 Kgs. El residuo se diluye con 300 litros de agua, y la vainillina resultante se extrae y trata en forma acostumbrada. Vienen a obtenerse 2 Kgs. de vainillina.

Si la incorporación de ozono no se interrumpe oportunamente, y se deja que la madera se coloree por completo, se formará cada vez más ácido oxálico a costa de la vainillina.

2- 100 Kgs. de polvo seco de turba se mezclan con una solución de 30 Kgs. de ácido crómico en 700 Kgs. de ácido acético cristalizante, y se oxidan durante diez a quince horas a una temperatura de 40°. El líquido retirado de las fibras se condensa en vacío a poco volumen, restableciendo su primitivo volumen con solución de sal de cocina, y esterizado; del extracto etéreo se obtienen 0.9 Kg. vainillina.

La fibra oxidada se somete luego durante ocho o diez horas a hidrolisis, y se extrae de nuevo. Del extracto se recuperan otra vez 1,2 Kgs. de vainillina, de modo que el rendimiento total, comprendida la vainillina recuperada del disolvente destilado, se eleva a 2,3 Kgs. aproximadamente.

3 - A una mezcla de ácido lignosulfúrico con 450 litros de agua y 8 Kgs. de ácido sulfanílico se agrega una solución de 15 Kgs. de ácido crómico en 50 litros de agua, refrigerando y agitando.



Se agita durante varias horas, calentando hasta 50º. grados. Después, previa adición de 10 Kgs. de ácido sulfúrico, se hidroliza durante seis horas. Una vez enfriado el líquido, se extrae de manera habitual con benzol, obteniéndose un rendimiento de 1,7 Kgs. de vainillina.

Esta solicitud, que corresponde a la presentada en Alemania, el 27 de septiembre de 1928, bajo el número 88.669, se acoge a los beneficios del artículo 16 de la Ley de Propiedad Industrial.

----- N O T A -----



Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta Patente de VEINTE años, son los siguientes:

1º.- Un procedimiento para producir vainillina, caracterizado por someter a un tratamiento cuidadoso con oxidantes fibras vegetales incrustadas o sus productos de alteración, como turba, lignito, carbón fósil, así como las ligninas que de ellos pueden obtenerse por medios naturales o artificiales, o las lejías técnicas que las contengan en solución y sus componentes de lignina, evitando un exceso pernicioso de oxidantes.

2º.- Un procedimiento conforme se reivindica en el punto 1º, caracterizado por ir la oxidación seguida de hidrólisis.

3º.- Un procedimiento conforme se reivindica en el punto 1º, caracterizado por evitarse en lo posible una descomposición hidrolítica durante la oxidación.

49.- Un procedimiento para la producción de vainillina.

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

Esta Memoria consta de seis hojas, escritas por una sola cara.

Madrid, 24 de agosto de 1929.

P. A.

Alberto de Izaburu

Por poder

