

118207

Memoria descriptiva que se acompaña á la Solicitud de Patente de Invención por VEINTE años á favor de C. F. B o e h r i n g e r & S o e h n e G. m. b. H., residente en Mannheim-Waldhof, (Alemania), por "UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACIÓN DE ANHÍDRIDOS DE ÁCIDOS GRASOS Y EN ESPECIAL DE ANHÍDRIDO DEL ÁCIDO ACÉTICO", presentada en el Ministerio de Economía Nacional.



Se ha descubierto que la combinación de la fórmula $\text{CH}_3 \cdot \text{CH}(\text{OCOCH}_3) \cdot \text{O} \cdot \text{CH}(\text{OCOCH}_3) \cdot \text{CH}_3$ que se ha de designar como éter α, α' -diaceto-dietílico ó como éter bis- $[\alpha$ -acetoxi-etílico] se disocia por el calor en presencia de catalizadores facilmente en dos moléculas de acetaldehido y una molécula de anhídrido del ácido acético.

Como el éter α, α' -diaceto-dietílico puede obtenerse facilmente por transformación del α, γ' -diclorodietílico fácil de preparar con dos moléculas de acetaldehido y otras dos moléculas de ácido clorhídrico, con acetatos ó ácido acético libre, se ofrece gracias á la nueva reacción ahora descrita un camino por el que se consigue transformar los acetatos ó ácido acético mediante ácido clorhídrico en anhídrido del ácido acético, obteniéndose los correspondientes cloruros metálicos ó el ácido clorhídrico pudiéndose este volver á

15 emplear para la preparación de éter α, α' , diclorodietílico, como
productos secundarios.

Naturalmente que para la obtención de anhídrido del ácido
acético y de acetaldehído no se requiere partir de éter puro diace-
todietílico, pudiendo también disociarse directamente el producto
20 bruto de actuación del ácido acético sobre éteres diclorodietílicos
o descomponer el producto de reacción entre el acetato y el éter di-
clorodietílico a medida que se forma y separando los productos de
disociación mediante destilación, con preferencia al vacío.

Lo mismo que para la obtención del anhídrido acético se
25 presta también el procedimiento para la preparación de otros anhídri-
dos de ácidos grasos junto con acetaldehído.

Los rendimientos son buenos y las porciones no transforma-
das pueden volverse a emplear en las siguientes operaciones.



EJEMPLOS.

1) 143 gramos de éter α, α' , -diclorodietílico se abandonan
30 durante varios días a la temperatura del local con un exceso de ace-
tato alcalino anhidro. A continuación se agregan 100 gramos de deca-
hidronaftalina y 0,25 gramos de cloruro cáncico en 5 c³, de acetona
al líquido filtrado y se calienta separándose por destilación el
acetaldehído formado. El anhídrido formado del ácido acético se se-
35 para al enfriar a la temperatura del local como una capa insoluble
en decahidronaftalina y se purifica por destilación. Rendimiento,
44,1 % del teórico.

2)- 143 gramos de éter α, α' , -diclorodietílico en mezcla con
300 gramos de benzol anhidro y 120 gramos de ácido acético cristali-
40 zable se calientan al baño maría lentamente hasta unos 80 grados y
se mantiene durante cuatro a cinco horas a esta temperatura. La can-
tidad de ácido clorhídrico correspondiente a la transformación en
éter α, α' , -diacetodietílico se desprende cuantitativamente de la
mezcla de reacción. Después que esta se ha terminado, se separa el
45 benzol por destilación, después de lo cual y de agregar 0,25 gramos
de cloruro cáncico en 10 cm³ de ácido acético cristalizabile, se eleva

la temperatura al punto de ebullición de este último, descomponiéndose poco á poco el éster y destilando el acetaldehído formado.

Después de separar el aldehído por destilación, se sube más la temperatura y se sobredestila también el anhídrido del ácido acético. El rendimiento en anhídrido es 75% del teórico.

3)- 500 gramos de éster α , α' , -diaceto-dietílico se tratan con 0,5 gramos de cloruro cíclico en 5 cm³, de ácido-acético cristalizabile y se calientan. Ya á 110-115 grados se inicia la disociación del éster destilando el,acetaldehído. Con preferencia la temperatura se regula de manera que el anhídrido formado del ácido acético se sobredestile con el acetaldehído, después de lo cual los dos productos de la disociación se separan por destilación fraccionada entre si y de los productos secundarios originados en grado muy pequeño. Rendimiento, 75% del teórico.



4)- 500 gramos de éster α , α' , diaceto-dietílico y 0,5 gramos de cloruro cincico en 5-10 cm³, de alcohol se disuelven en 300 gramos de decahidronaftalina, después de lo cual la mezcla se calienta hasta que destilen el acetaldehído y el anhídrido del ácido acético formados. Los productos de la disociación pueden aislarse según el ejemplo 2. Rendimiento, 67% del teórico.

5)- 500 gramos de éster α , α' , -diaceto-dietílico se calientan á presión reducida con 0,5 gramos de cloruro estannoso en 5 cm³, de acetona. A una presión de unos 100-105 mm Hg, destilan el acetaldehído y á unos 75 grados el anhídrido del ácido acético como productos de disociación. Se separan y purifican según el ejemplo 3. Rendimiento, 75% del teórico.

6)- 500 gramos de éster α , α' , dipropio-dietílico y 0,5 gramos de cloruro cincico en 5-10 cm³ de alcohol se calientan, iniciándose á unos 110 grados la disociación del éster. Los productos de la disociación, acetaldehído y anhídrido del ácido propiónico se separan por destilación fraccionada. Rendimiento, 60% del teórico.

=====

=====

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

Se reivindica como nuevo y de propia invención.

80 1º.- Un procedimiento para la preparación de anhídridos de los ácidos grasos y de acetaldehído, caracterizado porque los productos de actuación de los correspondientes ácidos o sales grasas sobre el éter α , α' , -diclorodietílico se disocian con el calor en presencia de catalizadores.

85 2º.- Un procedimiento según lo reivindicado en el punto 1, caracterizado porque los correspondientes éteres α , α' , -diclorodietílicos se disocian por el calor en presencia de catalizadores.

90 3º.-Un procedimiento según lo reivindicado en los puntos 1 y 2, caracterizado porque la disociación se efectúa en presencia de disolventes o diluyentes.

4º.-Un procedimiento según lo reivindicado en los puntos 1 a 3, caracterizado porque la disociación y la separación o una de estas operaciones se efectúa a presión reducida.



Esta Patente recae sobre "UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE ANHIDRIDOS DE ACIDOS GRASOS Y EN ESPECIAL DE ANHIDRIDO DEL ACIDO ACETICO", como queda descrito en la presente Memoria y caracterizado en la anterior Nota.

Madrid *A* de Junio de 1930.