



128980

Memoria descriptiva que se acompaña á la Solicitud de Certificado de Adición á la Patente principal No: 118.398, 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 PREPARACION DE ANHIDRIDO DEL ACIDO ACETICO" presentada en el Ministerio de Agricultura, Industria y Comercio.

Para la preparación del anhídrido del ácido acético á partir de diacetato de etilideno se conocen diversos procedimientos. Según uno de ellos se descompone al calor el diacetato líquido de etilideno con la cooperación de catalizadores y según otro se realiza la disociación catalítica del diacetato de etilideno en forma de vapor.

Como se indica en la patente alemana 541.471 y se comprueba por experiencias comparativas, en los métodos que trabajan en fase líquida se originan productos de resinificación que producen pérdidas, en especial cuando se emplean como catalizadores ácidos solos ó en combinación con tierra de infusorios. Si el ácido en lugar de diluirse con tierra de infusorios, se diluye con nitrobenzol, como se describe en la patente alemana 495.334, entonces se necesita para ésto un gran exceso de nitrobenzol y consiguientemente aparatos desproporcionalmente grandes con un correspondiente consumo de energía y una separación especial del nitrobenzol y del anhídrido originado.

Mientras que el zinc en diversas formas, como hojas, alambre, granos ó polvo, se ha comprobado ser inefi-



caz para la preparación de anhídrido del ácido acético
partiendo de diacetato líquido de etilideno, los halogenu-
ros de zinc constituyen catalizadores eficaces. Aún cuan-
do con su auxilio se reduce ciertamente la formación de
25 alquitran, sin embargo, no se impide y además los cataliza-
dores algo descomponibles ofrecen la posibilidad de que sus
productos de descomposición pueden llegar á los productos
de reacción.

Mientras que también se ha asegurado antes que pa-
30 ra la disociación de diacetato de etilideno en forma de va-
por en anhídrido del ácido acético y acetaldehído debía ser
un catalizador conveniente la piedra pómez, en la patente ale-
mana 541.471 se ha demostrado que no ocurre así y por lo
mismo para la disociación del diacetato de etilideno en
35 forma de vapor se propuso como sustancia activa la combi-
nación de un vehículo, como piedra pómez, ácido silícico
etcétera con combinaciones metálicas de reacción no básica.
Con los catalizadores empleados según ésta patente, los ve-
hículos gracias al recubrimiento con sales metálicas de los
40 ácidos , silícico, fosfórico, bórico, etcétera que forma una
capa compacta á modo de cristal, quedan cerrados en su pe-
riferia, de manera que ellos por su parte no pueden actuar
sobre el diacetato de etilideno. Se trata por consiguiente
aquí de catalizadores puramente materiales. Otros procedi-
45 mientos para disociar en anhídrido del ácido acético y ace-
taldehído el diacetato de etilideno en forma de vapor, no
se han dado á conocer.

Ahora bien, se ha descubierto que con catalizado-
res superficiales únicamente se puede preparar con excelen-
50 te rendimiento y prácticamente sin resinificación el anhí-
drido del ácido acético por disociación del diacetato de eti-
lideno en forma de vapor cuando para ello se utilizan los



catalizadores individuales ó compuestos descritos en la patente adicional española No. 118.410 ó también en la correspondiente patente francesa 696.154.

55

El presente procedimiento tiene por tanto por objeto la preparación de anhídridos de ácidos grasos por disociación catalítica de diacetato de etilideno y de sus homólogos en fase de vapor sobre los catalizadores caracterizados más detenidamente en la patente adicional española No:

60

118.410.

Del hecho de que los catalizadores que caracterizan el presente procedimiento se hayan dado á conocer para la preparación del anhídrido del ácido acético por disociación térmica de éste último, no se podía concluir el que también para la preparación del anhídrido del ácido acético y de otros anhídridos de ácidos grasos á partir de diacetatos de etilideno y de sus homólogos habrían de constituir también catalizadores muy eficaces y ventajosos. En efecto un material de partida distinto requiere para la preparación del mismo producto final, medios auxiliares generalmente distintos y en especial distintos catalizadores. Así, por ejemplo, se utilizan cuando se prepara el acetaldehído del acetileno otros catalizadores que cuando se le quiere preparar del alcohol. Los halogenuros de zinc adecuados según la patente alemana 451.533 para la preparación de anhídrido del ácido acético no se prestan en cambio para la preparación de dicho anhídrido por disociación térmica de ácido acético:

65

70

75

De todos los métodos dados á conocer para la disociación del diacetato de etilideno se diferencia fundamentalmente el presente procedimiento porque no solo aumenta en una ú otra sustancia los catalizadores usuales, sinó porque descubre todo un grupo nuevo y una clase de catalizadores para ésta reacción. La selección, preparación y aplicación de

80



los catalizadores se realiza como se ha descrito en la patente adicional española No. 118.410 .

E J E M P L O S

o

85 1) Por un tubo en U se conducen á unos 320° vapores de diacetato de etilideno sobre un catalizador compuestos de asbesto extraído con ácido clorhídrico. Dicho diacetato de etilideno se disocia con un solo paso en 92 % en anhídrido del ácido acético y acetaldehido. El residuo que queda después de separar por destilación el acetaldehido y el anhídrido del ácido acético, se compone casi completamente de diacetato de etilideno no descompuesto que puede llevarse de nuevo al proceso de disociación.

95 2). En el mismo aparato se conducen á unos 300-350° vapores de dipropionato de etilideno sobre gel de sílice tratada con ácido fosfórico. El 31 % del dipropionato pasado se disocia con un solo paso en anhídrido del ácido propiónico y aldehido.

100 3). Se conducen vapores de dipropionato de etilideno sobre un catalizador obtenido por precipitación de platino sobre asbesto extraído con ácidos. El 42 % del dipropionato de etilideno empleado se disocia en un sólo paso en anhídrido del ácido propiónico y aldehido.

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

105 Un procedimiento para la preparación de anhídrido del ácido acético, caracterizado porque en una variación del procedimiento reivindicado por la patente adicional española No.118.410 en lugar de ácido acético, se conducen diacetato de etilideno y sus homólogos en forma de vapor y á tempera-



tura elevada sobre los catalizadores allí descritos.

"Esta patente recae sobre " UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE ANHIDRIDO D L ACIDO ACETICO", como queda descrito en la presente memoria, y caracterizado en la anterior Nota.

Madrid 13 de Diciembre de 1932.

Sancho