

Patente Española
de Invencción

MEMORIA

135232

descriptiva sobre *Un procedimiento de preparación del ácido
dicloracético*

POR

*Cie de Produits Chimiques et Electrome-
tallurgiques, Alais, Froges et Camar-
que.*

DE

Paris

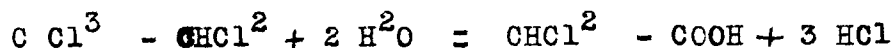
Francia



MEMORIA DESCRIPTIVA
para solicitar una
P A T E N T E D E I N V E N C I O N
por VEINTE AÑOS en
E S P A Ñ A
por: "UN PROCEDIMIENTO DE PREPARACION DEL ACIDO DICLORACETICO"
à favor de la
Compagnie de Produits Chimiques et Electrometallurgiques
ALAIS, FROGES et CAMARGUE
residente en Francia.

La Solicitadora ha comprobado que se obtiene acido dicloracetico, en un estado de gran pureza y con optimos rendimientos, calentando pentacloretano en presencia de acido sulfurico concentrado.

5 La reaccion puede representarse por la siguiente ecuacion:



Sin embargo es preciso obrar con un acido sulfurico cuya concentracion sea comprendida dentro de ciertos limites: con un acido demasiadamente diluido, no se produce ninguna reaccion y,
10 con un acido demasiadamente concentrado, se produce un desprendimiento de acido carbonico, de oxido de carbono y de acido



sulfureo y los rendimientos disminuyen fuertemente.

15 La concentracion del acido sulfurico no debe ser inferior a 88 %; particularmente, un acido sulfurico de una concentracion de cerca de 97 % de H^2SO^4 (la diferencia hasta 100 siendo representada por agua) conviene optimamente.

20 Pues que el agua va consumida por el mecanismo mismo de la reaccion, la concentracion del acido sulfurico no dejaria de ir aumentando y se observaria presto un desprendimiento gaseoso con una disminucion de rendimiento, si no se tuviera cuidado de añadir periodicamente agua a medida que ésta se consuma, asi como se indica en el ejemplo dado a continuacion.

25 La temperatura de reaccion varia con las concentraciones del acido empleado. Generalmente, está comprendida entre 130° y 170° C.

Para facilitar el contacto del acido con el hidrocarburo clorado, conviene agitar energicamente durante todo el tiempo de la operacion.

30 Para aislar el acido dicloracetico formado, basta verter el producto de la reaccion sobre hielo, separar por decantación el pentacloretano que no ha reaccionado y agotar la solucion acuea por el éter o por otro disolvente.

35 También se puede, más simplemente, someter el producto integro de la reaccion a la destilacion en el vacio. En primer lugar, pasa pentacloretano que no ha reaccionado, después, acido dicloracetico en un estado de grande pureza. El acido sulfurico que queda en la caldera de destilacion contiene todavia una muy pequeña cantidad de acido dicloracetico y puede emplearse sin purificacion para una nueva operacion.

40 Se pueden imaginar muchas maneras de hacer reaccionar el pentacloretano en el acido sulfurico quedando en los limites del invento; el siguiente ejemplo no es, por consiguiente, de ningun modo limitativo.



45 EJEMPLO.- En una caldera, provista de un agitador mecánico,
de un refrigerante de reflujo, de una vaina termométrica y de
tuberías adecuadas, se introducen:

1.400 partes de pentacloretano,

y 1.000 partes de ácido sulfúrico de 66° Baumé.

50 Se hace funcionar el agitador y se lleva y se mantiene el
contenido de la caldera a cerca de 168°.

55 Se observa un desprendimiento regular de ácido clorhídrico,
que es, en primer lugar, bastante lento y que, después, va
acelerando. Este ácido clorhídrico va absorbido por pasaje en
una columna regada con agua y dispuesta a la salida del refri-
gerante de reflujo.

Después de la absorción del ácido, no debe producirse, en
funcionamiento normal, ningún desprendimiento gaseoso notable,
que sería el indicio de una falta de agua así como se ha men-
cionado más arriba.

60 Sin embargo, ya que se produce un consumo de agua durante
la reacción, llegaría un momento en que la concentración del
ácido sulfúrico llegando a ser demasiado elevada, se ob-
servaría un desprendimiento gaseoso. Por consiguiente, conviene
mantener la concentración del ácido a un grado adecuado por
65 adición de agua o de ácido sulfúrico acuoso. Para hacer conti-
nuo el procedimiento, basta sacar periódicamente un cierto vo-
lumen del líquido reaccional, de manera de mantener constante
su nivel en la caldera, y añadir una cantidad de pentacloretano
correspondiente a la que ha entrado en reacción.

70 El líquido sacado, sometido a la destilación en el vacío,
suministra así de una vez ácido dicloroacético de 98 % con un
rendimiento de 90 % sobre el pentacloretano empleado.

- N O T A -

75 La presente solicitud de Patente de Invención, que corres-
ponde a la presentada en Francia el 17 de agosto de 1933, se



ace a los beneficios del Artículo 51 de la Ley de Propiedad Industrial.

Los puntos de invencion propia y nueva que se presentan para que sean objeto de ésta Patente, son los siguientes:

80 1- Un procedimiento de preparaci3n de acido dicloracetico, caracterizado por el hecho de que consiste en hacer reaccionar, preferentemente a una temperatura comprendida entre 130° y 170° C, pentacloretano y acido sulfurico de una concentracion superior a 88 % y preferentemente de cerca de 97 %.

85 2- Un procedimiento como el reivindicado en el punto 1, caracterizado por el hecho de que se mantiene la concentracion al grado adecuado aadiendo agua a medida que ésta va consumida por la reaccion.

90 Todo como queda descrito en la presente Memoria que consta de cuatro hojas escritas por una sola cara.

"Un procedimiento de preparaci3n del ácido dicloracético"

Segun queda substancialmente descrito en la presente memoria.

Madrid, 2 de Agosto de 1934.

COMPAGNIE DE PRODUITS CHIMIQUES ET ELECTROMETALLURGIQUES
ALAIS, FROGES ET CAMARGUE.

P.P.