

PATENTE ESPAÑOLA

MEMORIA: 154980

sobre

" UN PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE ACIDO ASCORBINICO "

SOLICITANTE

KNOLL A.G.CHEMISCHE FABRIKEN.-

RESIDENTE

en LUDWIGSHAFEN (ALEMANIA).-

154980



PATENTE DE INVENCIÓN

que por 20 años, para España y sus Posesiones, se solicita a favor de la Casa KNOLL A.G. CHEMISCHE FABRIKEN, de nacionalidad alemana, domiciliada en LUDWIGSHAFEN a.M. (Alemania), por :
"UN PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACIÓN DE ÁCIDO ASCORBÍNICO". - -

Memoria descriptiva

Es sabido que se puede transformar en vitamina C el ácido 2-ketogulónico, y respectivamente sus derivados fácilmente hidrolizables, mediante calentamiento con ácidos diluidos. Sin embargo, este procedimiento no ofrece interés industrial alguno porque los rendimientos que con él se obtienen son mínimos. Además, se propuso ya calentar, para la obtención de ácido ascorbínico, las mismas materias iniciales con ácido clorhídrico concentrado o con mezclas de ácido acético glacial o dicloro con aquellos ácidos no oxidantes que son más fuertes que el ácido fosfórico, teniendo que ser por lo menos 2 veces superior a la normal en la mezcla de reacción la concentración de estos ácidos. En la mezcla de reacción se encuentra luego, con ambos pro-

cedimientos, un 80-95 % de la cantidad teórica de ácido ascórbico titulable. Sin embargo, la preparación es complicada y va acompañada de pérdidas. Al trabajarse con ácidos no volátiles, por ejemplo con ácido sulfúrico, el ácido puede ser eliminado sólo por neutralización, teniéndose que separar de las sales luego el ácido ascórbico. Al trabajarse con ácido clorhídrico solo o con ácido clorhídrico y respectivamente ácido bromhídrico en solución de ácido acético glacial o de dioxana, se puede también neutralizar los ácidos minerales o eliminarlos por evaporación en vacío, transformándose estos ácidos al final como mezclas de constante ebullición, pudiendo ser eliminados sólo con dificultad del jarabe de ácido ascórbico.

Si por ejemplo se emplea ácido clorhídrico concentrado, se transforma al final, por ejemplo a una presión de 50 mm, un ácido en constante ebullición de un contenido del 23,2 % de HCl. Por lo tanto, sobre el ácido ascórbico acabado de formar actúa un ácido clorhídrico bastante concentrado que lo destruye en parte. Luego se diluyen en agua, se decolora con carbón animal la solución de color negro intenso y se vuelve a hacer evaporar, después de lo cual se verifica cristalización. También se procedió diluyendo con agua, previa transposición, decolorando con carbón y evaporando en vacío el ácido clorhídrico. Al procederse así se transforma ácido clorhídrico diluido hasta que la concentración del residuo, por ejemplo a la presión anteriormente mencionada, sea del 23,5 % ; por lo tanto, aquí también se producen en la preparación los inconvenientes anteriormente descritos. Al trabajarse con mezclas de ácido acético glacial, y respectivamente de dioxana, y de ácido clorhídrico, las condiciones son análogas, ya que el ácido acético glacial como ácido más volátil no puede eliminar el ácido clorhídrico.

Ahora bien, se comprobó que trabajando con ácido clorhídrico diluido en presencia de ácido tricloroacético a temperatura elevada, el ácido diaceto-2-ketogulónico es transpuesto en ácido



ascorbínico con un rendimiento de más de 90 % y que el ácido ascorbínico cristalizado puede ser obtenido con especial facilidad, con un rendimiento del 25 %, de las soluciones de coloración negro oscuro. En efecto, el ácido elerhídrico acuoso puede ser evaporado por completo con facilidad y rapidez en el vacío (por ejemplo de la bomba de éorro de agua) y a una temperatura de baño de 50-70°, sin que a consecuencia de ello sea destruido sensiblemente el ácido ascorbínico, porque el ácido tricloraacético no es destilado y el ácido ascorbínico es estable en presencia de ácido tricloraacético a la temperatura de evaporación elegida. Después del enfriamiento y de una conveniente adición de éter, para impedir la cristalización del ácido tricloraacético, el ácido ascorbínico forma cristales de color gris claro, es decir que las impurezas merenas han quedado en su mayor parte en solución. Mediante una segunda recristalización, eventualmente con adición de decolorantes, se obtiene enseguida ácido ascorbínico puro.

Ejemplo 1

154980

Se calientan a 60°, durante 40 minutos, 2 partes de ácido diaacet-2-ketoglúónico con 4 partes de ácido 5-n-elorhídrico y 10 partes de ácido tricloraacético. Luego se destila en el vacío de la bomba de éorro de agua a una temperatura de baño de aproximadamente 50-70° el ácido elerhídrico y se mezcla la solución restante con 10 partes de éter, después de lo cual el ácido ascorbínico cristaliza rápidamente una sola recristalización se obtiene ácido ascorbínico puro cuyo punto de fusión se encuentra a 190° (descomposición)

NOTA

Se reivindican como de la propia y nueva invención :

1). La propiedad y explotación exclusivas de un procedimiento para la fabricación de ácido ascorbínico haciendo reaccionar ácido elerhídrico diluido sobre ácido diaacet-2-ketoglúónico, caracterizado por realizarse la transposición en caliente y en presencia de ácido tricloraacético.



154980

2). Un procedimiento según la anterior reivindicación caracterizado por constituir esencialmente :

80 "UN PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE ACIDO ASCORBINICO".

Consta la presente Memoria descriptiva de cuatro hojas numeradas y mecanografiadas en una sola cara.

Madrid, 7 de Noviembre de 1941.



RODOLFO DE LA T

154980

MALA REPRODUCCION
POR DEFECTO DEL ORIGINAL