

6381

-3092.

69/5.

FOR USE

6381



ENCUENTRO DE LA VIDA

para solicitar

ENCUENTRO DE LA VIDA

en

ENCUENTRO DE LA VIDA

en Viena, Austria

el nombre de Encuentro yegreser-en vez y eszeti termek nyara
r.t. Dr. Kereszty y Dr. Wolf, de entidad húngara, estable-
cida en 16-utca 5, Ujpest, y de Dr. Goltán Pöldi, residente
en Abrány Hill utca, 10, Budapest, ambos en Hungría, por:

ENCUENTRO DE LA VIDA EN Viena, Austria

para la obtención de la vitamina C se conoce
ya un gran número de procedimientos (véanse, entre otros,
las patentes húngaras 112.258, 114.502, 116.006, 119.101,
119.102 y 119.103, y además las patentes alemanas números
5 376.011, 604.720, 606.613). De una parte de los procedimien-



103861

tos conocidos se emplean como sustancias de partida éste-
res del ácido 2-ceto-gulónico o sus éteres bis-metilénicos.
El inconveniente de estos procedimientos es, por una parte,
la dificultad de procurarse dichos ésteres, y por otra par-
5 te el rendimiento, que a menudo no es satisfactorio. En
otro de los procedimientos conocidos se emplean el ácido
ceto-gulónico libre o sus éteres bis-metilénicos como ma-
teriales de partida. En un procedimiento descrito en la pa-
tente húngara 114.352 se calienta la mencionada sustancia
10 de partida con reacción ácida. En la operación en ella des-
crita, la transformación de la sustancia de partida en vi-
tamina C es sólo parcial, y para conseguir la mejora de los
pequeños rendimientos, es necesario someter varias veces
al tratamiento las lejías madres obtenidas después del ais-
15 lamiento de la vitamina C. Así, según el ejemplo 1º de la
patente referida, de 100 partes de ácido ceto-gulónico se
obtienen únicamente 6 partes de ácido ascórbico, al paso
que quedan sin modificar o recuperables 82.5 partes de la
sustancia de partida.

20 También se ha propuesto ya (véase la paten-
te alemana 676.011) tratar ácido diaceton-2-ceto-gulónico con
ácido clorhídrico acuoso concentrado, tratamiento que consis-
te en calentar, o bien (como se deduce, por ejemplo, del
ejemplo 2º de la citada patente), en dejar en reposo a la
25 temperatura ambiente. En el tratamiento con ácido clorhídri-
co acuoso concentrado aparece una carbonización muy intensa,
y tampoco es satisfactorio el rendimiento. La mezcla de
reacción que se obtiene por reposo a la temperatura ambiente



163881

muestra ciertamente en la valoración con yodo la presencia de un 60% de vitamina C, pero en el aislamiento se obtienen cantidades de dicha vitamina C considerablemente menores.

3 Los éteres bis-metilónicos del ácido ceto-
gultónico o sus sales son productos directos de oxidación
de los éteres bis-metilónicos de la sorbosa, y por tanto
son las sustancias de partida más adecuadas que se ofrecen
para la preparación de la vitamina C. Según el invento se
10 ha comprobado que se pueden transformar más ventajosamente
en vitamina C estas sustancias de partida, pero también
el mismo ácido ceto-gultónico o sus éteres monometilónicos,
o las sales de estas combinaciones, si las mismas se someten
(sin calentamiento) en un medio fórmico, a la acción
15 de ácidos halogeno-hídricos anhidros, como, por ejemplo,
a la acción de gas clorhídrico seco.

 Como sustancia de partida se emplea ventajoso-
samente el ácido diacetón-ceto-gultónico. Adecuadamente se
emplea ácido fórmico prácticamente anhidro, por ejemplo de
20 más de 99%. La realización del procedimiento del invento
se hace ventajosamente rociando la sustancia de partida,
por ejemplo, el ácido diacetón-ceto-gultónico, con ácido
fórmico concentrado y saturado con gas clorhídrico seco,
con enfriamiento, la mezcla de reacción así obtenida se
25 deja en reposo durante varios días, adecuadamente encerra-
da, por ejemplo, en una ampolla de vidrio soldada. En 5-9
días ha terminado prácticamente la transformación. Se ob-
tiene una solución de color pardo oscuro, pero límpida, en



153801

la cual no hay ninguna sedimentación carbonosa. Una muestra tomada de la mezcla de reacción arroja en la valoración yodométrica una cantidad de vitaminas C que corresponde a un 90 hasta 98% de rendimiento. La elaboración de la mezcla de reacción puede hacerse evaporando el clorhídrico y el ácido fórmico (con calentamiento moderado) en el vacío de una bomba de chorro de agua y dejando que cristalice el jarabe restante. Es adecuado añadir al jarabe un poco de butanol, en su caso con éter acético etc. La vitamina C se separa como abundante pasta cristalina y constituye, en forma aislada, un polvo cristalino débilmente coloreado, que en la valoración yodométrica arroja un contenido de vitamina C de 95% o aún más alto. La cantidad de los cristales aislados corresponde a un rendimiento excelente, el rendimiento es en general superior al 80%, pudiendo llegar en algunos casos incluso al 90%. Una ulterior purificación eventual del producto puede practicarse por los procedimientos ya conocidos.

En los siguientes ejemplos se encontrarán más detalles del procedimiento.

20

Ejemplos.

19.- Se disuelven 20g de hidrato del ácido diacetón-2-ceto-bulónico en 70 cm³ de ácido fórmico al 98%, o aun más concentrado, y con refrigeración por hielo se dirige gas clorhídrico seco. El aumento de peso alcanza a unos 12-13g. Se deja en reposo la mezcla, en una ampolla de vidrio sellada, a la temperatura ambiente durante 3 días. Luego, con calentamiento moderado, en corriente de CO₂ se separan el clorhídrico y el ácido fórmico en el vacío. Quedan 20g de un aceite pardo, que se mezcla con 20 cm³ de alcohol



163881

butílico. Al inyectar solidifica la mezcla en forma cristalina. Se absorbe en la corriente de CO_2 y se lava con éter acético, con éter o con uno y otro. Al secar en el vacío se obtienen 9-10 g de vitamina C un tanto coloreada de gris débil, que en la valoración yodométrica resulta del 96%. Este producto bruto se funde a 179° o más. De las lejías madres pueden obtenerse también otras cantidades.

2º.- Se parte de las cantidades empleadas en el ejemplo 1º, pero se dirigen a la mezcla de reacción 17g de gas clorhídrico. Luego se deja la mezcla en reposo y cerrada durante 9 días. Una muestra tomada ofrece en la valoración yodométrica un rendimiento de 93,5 de vitamina C. La elaboración se realiza lo mismo que en el ejemplo anterior. Se obtienen 9,3-9,7 g de vitamina C. Bruta débilmente coloreada de gris amarillento, la cual, en la valoración yodométrica, da un grado de pureza de 96-97%.

La depuración de los productos brutos preparados según los ejemplos anteriores puede realizarse por cualquiera de los procedimientos conocidos, por ejemplo, disolviendo el producto en agua o metanol, tratándolo con poco carbón animal, filtrándolo y evaporándolo a sequedad. El residuo cristaliza. Estas medidas de depuración se realizan adecuadamente en una atmósfera de ácido carbónico.

En lugar del ácido diacetón-ceto-gulónico, pueden también emplearse otros éteres bismetilénicos, por ejemplo, los éteres bismetilénicos formados con ciclohexanona, benzaldehído, etc., En lugar del ácido libre se puede emplear también una de sus sales, como se verá en el ejem-



163861

plo siguiente:

3^a.- Se disuelven 4 g de la sal potásica del ácido diacetón-2-ceto-gulónico en 14 cm³ de ácido fórmico al 98-99%, y se dirigen, con enfriamiento por hielo, 3.3 g de gas clorhídrico. Se deja la solución así obtenida en reposo durante 9 días en una ampolla de vidrio sellada. Una muestra tomada de la solución permite apreciar en la valoración yodométrica un rendimiento de un 93% de vitamina C. La elaboración se realiza con arreglo a los ejemplos anteriores. Pero los cristales de vitamina C obtenidos contienen también cloruro potásico. La separación del mismo puede hacerse de la misma manera que, por procedimientos ya conocidos, se separa de la vitamina C la sal común.

Como sustancia de partida se puede emplear también el ácido ceto-gulónico o sus éteres monometilénicos, o mezclas que los contengan, porque también en este caso es de importancia el empleo de ácido fórmico como agente de reacción, lo mismo que la realización de la transformación a temperatura que no exceda de la de la habitación. La transformación se puede también realizar a temperatura más baja de la de la habitación. Así, por ejemplo, la mezcla de reacción se puede dejar en reposo en el armario frigorífico. En este caso la coloración de la mezcla de reacción es aún más pálida.

Esta solicitud que corresponde a la presentada en Hungría, el 7 de Mayo de 1942, bajo el nº C. 5636, se acoge a los beneficios del artículo 41 del vigente Estatuto-Ley sobre Propiedad Industrial.



N 6 3 8 6 1

- 1 0 1 1 -

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta patente de invención en España, por VEINTI años, son los siguientes:

5 1º.- Un procedimiento para obtener vitamina C, caracterizado porque se somete ácido 2-ceto-gulónico, o sus éteres metilénicos, o las sales de estas combinaciones (sin calentamiento) en un medio fórmico a la acción de ácidos halógeno-hídricos anhidros, y adecuadamente a la acción de
10 gas clorhídrico.

 2º.- Un procedimiento según se reivindica en el punto 1º, caracterizado porque se somete ácido diacetona-2-ceto-gulónico o su sal potásica en un medio fórmico a la influencia de ácidos halógeno-hídricos secos, adecuadamente
15 a la de ácido clorhídrico.

 3º.- Un procedimiento según se reivindica en los puntos 1º y 2º, caracterizado porque el ácido fórmico se emplea en estado prácticamente anhidro.

 4º.- Un procedimiento para la obtención de vitamina C.
20

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

Esta Memoria consta de siete hojas escritas por una sola cara.

Madrid,

23 de Mayo de 1913
Y. Y. Y.