

224489



224489

MEMORIA DESCRIPTIVA

DE UNA PATENTE DE INVENCION POR VEINTE AÑOS EN ESPAÑA A FAVOR DE
PROP. DR. MED. MUCH. A.G. CHEM. PHARM. FABRIK. DE NACIONALIDAD
ALEMANA, RESIDENTE EN BAD SODEN-TAUNUS, Muchstr. 2-34.

sobre:

"PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE ESTER BENZILICO DE ACIDO
MANDELICO".



- 5.- Se consiguen soluciones de mandelato alcalino y alcalinotérreos por neutralización de ácido mandélico o también directamente por saponificación de dicloracetofenona con la lejía de sosa u hidróxido cálcico (véase Organic Syntheses, Coll Vo. I (1941), pag. 336, R. Ausmus: Organische Synthesen (1937), pag. 333, Memoria de patente alemana 824201). Las soluciones obtenidas por acidulación de estas lejías alcalinas a partir de ácido mandélico libre eran evaporadas, y de las mezclas salinas secas obtenidas se extrajo el ácido mandélico con benzol o éter. Asimismo se puede obtener ácido mandélico de sus soluciones acuosas por extracción con éter (véase Organic Syntheses Vol. 23 (1943) pag. 48-51, Memoria de patente americana 2562861, Berichte der Deusschen Chemismhen Gesellschaft, Vol. 64 (1831) pag. 2644).
- 10.-
- 15.-

- 20.- El empleo de éter, sin embargo, tiene enormes desventajas, puesto que el coeficiente de repartición entre agua y éter (1:2) no es del todo favorable, y dado que el empleo de éter de por sí exige considerables medidas de precaución técnicas. El ácido mandélico obtenido después de la evaporación de los medios disolventes se transformaba a continuación con benzil-alcohol según métodos conocidos en éster bencílico de ácido mandélico.
- 25.-

- 30.- Ahora se ha comprobado que el ácido mandélico se disuelve extraordinariamente fácilmente en benzilalcohol (32,8 % en 229) y que el coeficiente de repartición entre agua y bencilalcohol posee el valor notablemente favorable de 1 : 100. Este valor se eleva a 1 : 15 cuando la fase acuosa contiene aproximadamente el 9% de cloruro de sodio. Tal solución se obtiene con la sapo-



nificación de un Mol. de dicloracetofenona con 4 Mol. de sosa cáustica como solución de aproximadamente al 10% y acidulación subsiguiente con ácido clorhídrico diluido.

5.-

De estas observaciones resulta el siguiente y sencillo procedimiento para la producción de éster bencílico de ácido mandélico a partir de soluciones de mandelato acuosa aciduladas:

10.-

La solución alcalina obtenida por la saponificación de dicloracetofenona se acidula con ácido clorhídrico hasta el valor de pH 1, y a continuación se extrae en el procedimiento de contracorriente a 30-35° mediante una centrífuga apropiada y otro dispositivo análogo de primera intención con benzol de aproximadamente

15.-

5 vol. %, con el fin de separar subproductos de color amarillo y luego extraer el ácido mandélico con benzilalcohol cuantitativamente de la solución. La solución benzilalcohólica así obtenida del ácido mandélico se esterifica a continuación por calentamiento a temperatura elevada de manera conocida bajo elminación azeotrópica del agua de reacción en éster bencílico de ácido mandélico.

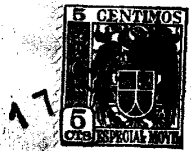
20.-

25.-

Desde luego, también se hace posible elaborar sin más soluciones de saponificación ácida de nitrilo de ácido mandélico después del previo ajuste del correspondiente valor pH de la manera expuesta.

30.-

Para la recuperación del benzilalcohol disuelto en la fase acuosa, se trata de solución otra vez con benzol de 5 Vol.-%. De la mezcla obtenidas se saca por destilación la mayor parte del benzol, con objeto de su ulterior empleo. La mezcla restante de benzilalcohol y benzol se agrega a la solución de esterificación o bien se utiliza para la extracción del ácido mandélico



Las ventajas esenciales del procedimiento según la invención residen en que la extracción hasta ahora practicada de mandelatos secados se elimina, y en que puede efectuarse la obtención de éster ben-
 5.- cílico de ácido mandélico sin etapa intermedia en virtud de la utilización de benzilalcohol como medio de extracción y de reacción.

EJEMPLO

10.- 200 g. de dicloracetofenona con 160 g. de sosa cáustica, disuelta en 1.400 ccm. de agua se saponifican en aproximadamente 50%. La solución de saponificación de color amarillento se acidula con ácido clorhídrico hasta conseguir el valor pH 1, y se extrae con 100ccm. de benzol. Después de la separación de la solución de
 15.- benzol, se extrae de la solución incolora el ácido mandélico en tres porciones, con un total de 500ccm. de benzilalcohol. La solución benzilalcohólica de ácido mandélico, después de la adición de 80 ccm. de benzol se esterifica dentro de 3-4 horas bajo eliminación ~~xxx~~
 20.- azeotrópica del agua de reacción. Una vez efectuada la esterificación, se saca por destilación el benzol remanente y seguidamente al vacío el exceso de benzilalcohol. Es éster bruto obtenido se recristaliza de alcohol metílico o de cualquier otro medio disolvente
 25.- apropiado, por ejemplo ácido acético al 60%. Se obtienen 174 g. de éster con punto de fusión de 93,6°, lo que representa un rendimiento del 68% en relación a la dicloracetofenona.

N O T A

30.- En resumen, la presente solicitud de patente de invención recaerá sobre las siguientes reivindicaciones:



5.- 1a.- Procedimiento para la producción de éster bencílico de ácido mandélico, caracterizado porque se mezclan soluciones acuosas de mandelatos alcalinos con reduccion **exceso** de ácido clorhídrico, se extrae el ácido mandélico liberado con benzilalcohol y se transforma la solución de ácido mandélico benzilalcohólica obtenida de esta ~~manner~~ manera por calentamiento a elevada temperatura en éster bencílico de ácido mandélico.

10.- 2a.- Procedimiento, según la anterior reivindicación caracterizado porque se efectúa la extracción del ácido mandélico de la fase acuosa, eventualmente por adición de hidrocarburos, en especial benzol.

15.- 3a.- Procedimiento, según las anteriores reivindicaciones, caracterizado porque se efectúa la extracción de las soluciones acuosas por etapas de primera intención con benzol y luego con benzilalcohol.

4a.- Procedimiento, según las anteriores reivindicaciones caracterizado porque se recristaliza el éster bruto obtenido de ácido acético diluido.

20.- 5a.- PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE ESTER BENCILICO DE ACIDO MANDELICO.

Según se describe en la presente memoria que consta de cinco hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid a 17 de octubre de 1955,