



PATENTE DE INVENCION

Ref: P.D. File 5300-801.

302482

302482

## *Memoria Descriptiva*

*sobre:*

"Procedimiento para la obtención de ácido trifluoroacético, prácticamente anhidro".

=====

*Solicitante:* ALLIED CHEMICAL CORPORATION, entidad norteamericana, residente en 61, Broadway New York 6, New York, EE, UU. de A.

=====

Este invento se refiere a un procedimiento para la obtención de ácido trifluoroacético  $\text{CF}_3\text{COOH}$ .

Los métodos conocidos para obtener ácido trifluoroacético prácticamente anhidro son molestos

5.



202482

y antieconómicos. La mayor parte de ellos requieren la destilación del ácido partiendo de una solución concentrada de ácido sulfúrico, que da origen a dificultades en el trabajo y; además los residuos del ácido sulfúrico son de escaso valor. Un procedimiento típico de los propuestos, implica la extracción de trifluoroacetato de sodio con alcohol, de una mezcla de reacción que se ha evaporado a sequedad. Después de retirar el alcohol, el residuo del extracto se trata con ácido sulfúrico, y la mezcla se destila a continuación en presencia de ácido sulfúrico enérgico, para llevar a cabo la recuperación del ácido trifluoroacético, como producto de cabeza.

Se ha descubierto que puede obtenerse ácido trifluoroacético prácticamente anhidro, por un procedimiento que comprende (1) la hidrolización del cloruro de trifluoroacetilo, añadiéndolo a un medio líquido de reacción que contiene agua o un sistema ácido trifluoroacético/agua, que inicialmente contiene por lo menos el 10%, y con preferencia por lo menos el 50% en peso, de agua, y opcionalmente, diluyentes inertes, a una temperatura de 20°C a 60°C, continuándose la adición y la hidrólisis de cloruro de trifluoroacetilo hasta que el sistema ácido trifluoroacético/agua, en la masa de reacción resultante, contiene de 85% a 95 % en peso de ácido trifluoroacético; y (2) la destilación de la masa de reacción de la etapa (1), para formar un destilado de ácido trifluoroacético, prácticamente anhidro, que hierva a 72°C a la presión atmosférica, y un residuo de destilación constituido por un sistema ácido trifluoroacético/



3 2482

agua que contenga, por lo menos, 82% en peso de ácido trifluoroacético. El cloruro de trifluoroacetilo es un material de partida fácilmente asequible.

- En esta Memoria, la denominación "sistema" se refiere sólomente a los componentes  $\text{CF}_3\text{COOH}$  y  $\text{H}_2\text{O}$ . Salvo indicación en contra por el contexto, los valores de los porcentajes se refieren a proporciones ponderales relativas de  $\text{CF}_3\text{COOH}$  y  $\text{H}_2\text{O}$ , o sea, en un medio de reacción que puede contener materiales distintos de  $\text{CF}_3\text{COOH}$  y  $\text{H}_2\text{O}$ , los valores de los porcentajes indican proporciones ponderales relativas de  $\text{CF}_3\text{COOH}$  y  $\text{H}_2\text{O}$ . Aunque para fines prácticos el medio líquido de reacción al que se carga el  $\text{CF}_3\text{COCl}$  entrante, con preferencia consiste prácticamente en  $\text{CF}_3\text{COOH}$  y  $\text{H}_2\text{O}$ , pueden estar presentes otros líquidos o materiales prácticamente no perjudiciales y/o inertes para los reactivos, productos de reacción y sub-productos. Así pues, el "medio de reacción" puede contener prácticamente  $\text{CF}_3\text{COOH}$  y  $\text{H}_2\text{O}$ , o puede contener  $\text{CF}_3\text{COOH}, \text{H}_2\text{O}$  y productos inertes.
- El ácido trifluoroacético obtenido por el procedimiento a que este invento se refiere es no sólomente prácticamente anhidro, sino que además está prácticamente libre de cloro, lo cual depende del hecho de que la hidrólisis de  $\text{CF}_3\text{COCl}$  y la eliminación de  $\text{HCl}$  son notablemente completas. La experiencia muestra que el cloruro, existente al estado de  $\text{HCl}$  y/o  $\text{CF}_3\text{COCl}$ , se presenta sólomente en cantidades pequeñísimas en el  $\text{CF}_3\text{COOH}$  obtenido, y corrientemente, en proporción inferior en 0,2% en el residuo de destilación (o colas).
- La eliminación prácticamente completa de  $\text{HCl}$  del



302482

5. medio de reacción es notable teniendo en cuenta el hecho de que el HCl y el agua forman una mezcla de ebullición constante. Si se desea, la masa de reacción de la etapa (1), puede calentarse sometida a reflujo para favorecer la eliminación del HCl en ella ocluido.

10. Resulta también sorprendente que el cloruro de trifluoroacetilo se hidroliza rápida y prácticamente por completo aún en sistemas energicamente ácidos de ácido trifluoroacético y agua que contengan proporciones de agua tan reducidas como el 5%, ya que se obtienen resultados muy diferentes cuando el cloruro de trifluoroacetilo se hidroliza en presencia de ácido sulfúrico, que es aproximadamente equivalente al ácido trifluoroacético, en coeficiente de acidez en la escala Lewis de ácidos. Así, al introducir el  $\text{CF}_3\text{COCl}$ , en 15. soluciones concentradas, por ejemplo de 75% a 80% de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  a temperaturas para el fomento de la hidrólisis no se realiza hidrólisis del  $\text{CF}_3\text{COCl}$ . Para concentraciones inferiores de  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , del orden del 60% la hidrólisis del  $\text{CF}_3\text{COCl}$ , es algo mejor; y al emplear una solución de  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , al 50%, la hidrólisis de  $\text{CF}_3\text{COCl}$  / <sup>a  $\text{CF}_3\text{COOH}$</sup>  es 20. prácticamente completa. Sin embargo la recuperación del  $\text{CF}_3\text{COOH}$  de la solución débil del ácido sulfúrico es imposible dado que en la destilación de la mezcla de hidrólisis nada se recupera excepto lo que se comprueba que es un azeotropo binario  $\text{CF}_3\text{COOH}-\text{H}_2\text{O}$  que hierve a unos 105-106°C y contiene en peso alrededor del 80% de  $\text{CF}_3\text{COOH}$  y 20% de  $\text{H}_2\text{O}$ , aproximadamente.

25. En el proceso de este invento, aprovechándose de la composición y del punto de ebullición del azeo- 30.



302482

tropo citado  $\text{CF}_3\text{COOH-H}_2\text{O}$ , se recupera fácilmente  $\text{CF}_3\text{COOH}$  prácticamente anhidro de los sistemas de  $\text{CF}_3\text{COOH-H}_2\text{O}$  que contienen de 85% a 95% de  $\text{CF}_3\text{COOH}$ , por destilación sencilla a temperaturas relativamente bajas, que se controlan con facilidad para impedir prácticamente la contaminación del  $\text{CF}_3\text{COOH}$  producto, con mezclas azeotrópicas de  $\text{CF}_3\text{COOH}$  y agua.

En la primera etapa del proceso de este invento, el  $\text{CF}_3\text{COCl}$  entrante, generalmente en estado gaseoso se hace reaccionar con el agua del medio de reacción, el aparato utilizado para la hidrólisis, cualquier reactor adecuado está provisto de una entrada para el agua y/o la solución acuosa de  $\text{CF}_3\text{COOH}$ , una entrada para  $\text{CF}_3\text{COCl}$  gaseoso y una salida para el sub-producto  $\text{HCl}$  gaseoso, conectada a un lavador de agua. El reactor puede estar dotado de accesorios para la determinación y la conservación de las temperaturas de reacción y de un "dedo frío" asociado con el tubo de salida del gas y dispuesto para retener y condensar cualquier  $\text{CF}_3\text{COCl}$  (punto de ebullición  $-20^\circ\text{C}$ ) que pasa a través del reactor.

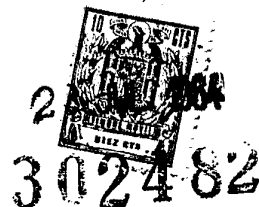
Las temperaturas de hidrólisis a mantener en el reactor son, prácticamente, del orden de  $20^\circ$  a  $60^\circ\text{C}$ , con preferencia, de  $20^\circ\text{C}$  a  $45^\circ\text{C}$ . Las temperaturas inferiores a unos  $20^\circ\text{C}$ , no proporcionan ventaja alguna en cuanto al fomento de la hidrólisis, y las temperaturas superiores a unos  $60^\circ\text{C}$  no son convenientes ya que tienden a producir el arrastre de  $\text{CF}_3\text{COOH}$  con el  $\text{HCl}$  desprendido.

Al iniciar una operación, el reactor puede car-



- garse con una cantidad adecuada de agua pura (que no contenga  $\text{CF}_3\text{COOH}$ ). Cuando el agua del reactor ha alcanzado la temperatura de hidrólisis deseada, se empieza a introducir el  $\text{CF}_3\text{COCl}$  gaseoso. Al iniciarse la introducción de el  $\text{CF}_3\text{COCl}$  la hidrólisis prosigue rápidamente y el contenido de  $\text{CF}_3\text{COOH}$  del líquido del reactor aumenta de modo correspondiente. El ritmo de alimentación de  $\text{CF}_3\text{COCl}$  gaseoso se ajusta con preferencia de tal modo que este cuerpo reaccione en cuanto llega al medio de reacción. Un ritmo de alimentación de  $\text{CF}_3\text{COCl}$  demasiado elevado, puede detectarse por la condensación de este producto en el sumidero de "dedo frío" asociado con el tubo de salida de gas del reactor. Al proseguir la hidrólisis con formación de  $\text{CF}_3\text{COOH}$ , se inicia la evolución de  $\text{HCl}$ , y este cuerpo, sub-producto, puede captarse en un lavador de agua conectado con el tubo de salida de gas del reactor.
- 5.
  - 10.
  - 15.

- La introducción de  $\text{CF}_3\text{COCl}$ , gaseoso, se continúa hasta que el porcentaje de  $\text{CF}_3\text{COOH}$  en el sistema  $\text{CF}_3\text{COOH}-\text{H}_2\text{O}$  del reactor, aumente hasta por lo menos el 85%, y no más del 95%, con preferencia no más del 92% aproximadamente. Los puntos finales deseados, pueden determinarse convenientemente por titulación del ácido de las soluciones de hidrólisis. Cuando los valores indicados del orden de 85%-95% se han alcanzado, si la operación es por partidas se interrumpe la entrada de  $\text{CF}_3\text{COCl}$ . A continuación, la masa del reactor se somete a destilación en condiciones para formar un producto de cabeza, que hierva prácticamente a  $72^\circ\text{C}$  a la presión atmosférica. Este producto de cabeza, al condensarse, constituye
- 20.
  - 25.
  - 30.



- el  $\text{CF}_3\text{COOH}$  prácticamente anhidro, producto del procedimiento. La destilación se realiza de acuerdo con técnicas convencionales y se continúa hasta que en el alambique, se forma un residuo o cola de destilación que contiene un sistema  $\text{CF}_3\text{COOH}-\text{H}_2\text{O}$  con menor proporción de  $\text{CF}_3\text{COOH}$  que la masa líquida al iniciarse la destilación, no más de 18% de  $\text{H}_2\text{O}$ , y no menos de 82% de  $\text{CF}_3\text{COOH}$ . El sistema  $\text{CF}_3\text{COOH}-\text{H}_2\text{O}$  del líquido proporcionado por el  $\text{CF}_3\text{COCl}$  gaseoso e introducido en el
5. alambique, no ha de contener menos del 85% de  $\text{CF}_3\text{COOH}$ , aproximadamente ya que un líquido de menor concentración  $\text{CF}_3\text{COOH}$ , al destilar, no proporciona ninguna cantidad especialmente deseable de  $\text{CF}_3\text{COOH}$  anhidro. Además, al terminar la introducción de  $\text{CF}_3\text{COCl}$  la concentración de  $\text{CF}_3\text{COOH}$  en el sistema  $\text{CF}_3\text{COOH}-\text{H}_2\text{O}$  del reactor no ha de exceder apreciablemente del 95% ya que cuando, durante la introducción, la concentración de  $\text{CF}_3\text{COOH}$  alcanza el 95% aproximadamente dejando tan sólo el 5% de  $\text{H}_2\text{O}$  disponible para la ulterior hidrólisis, el ritmo de ésta desciende a un valor desventajoso, aunque existe todavía hidrólisis apreciable para proporciones de agua tan reducidas como de 2% a 4%.
10. La destilación se realiza corrientemente en el mejor grado permitido para facilitar la recuperación de la cantidad máxima de  $\text{CF}_3\text{COOH}$  producto. Así, la destilación se continúa corrientemente hasta que el sistema en las colas del alambique contiene aproximadamente, pero no menos, de un 82% de  $\text{CF}_3\text{COOH}$  y no más de 18% de  $\text{H}_2\text{O}$ , composición susceptible de trabajarse hasta un azeotropo de 80%  $\text{CF}_3\text{COOH}-20\%$   $\text{H}_2\text{O}$  aproximadamente. Se
15. 20. 25. 30.

28 JUL 1964  
302482

- ha comprobado que manteniendo la temperatura de partida en el alambique a  $72^{\circ}\text{C}$ , aproximadamente, punto de ebullición del  $\text{CF}_3\text{COOH}$ , y deteniendo la destilación a una composición de colas de prácticamente de 82%  $\text{CF}_3\text{COOH}$ -18%  $\text{H}_2\text{O}$ , o ligeramente superior, el  $\text{CF}_3\text{COOH}$  presente en el líquido de destilación por encima del valor de 82% de  $\text{CF}_3\text{COOH}$  puede desprenderse prácticamente en proporción cuantitativa y recuperarse en forma de  $\text{CF}_3\text{COOH}$  prácticamente anhidro, sin arrastre con el producto de ninguna cantidad apreciable del azeotropo de 80%  $\text{CF}_3\text{COOH}$ -20%  $\text{H}_2\text{O}$ , que hierve a  $105-106^{\circ}\text{C}$  aproximadamente.
- 5.
- 10.

- El residuo de destilación puede retornarse al reactor para utilizarse como líquido de partida en un segundo ciclo de introducción de  $\text{CF}_3\text{COCl}$  suponiendo un funcionamiento intermitente o por partidas. Es corrientemente deseable añadir al residuo nuevamente introducido, mas  $\text{H}_2\text{O}$  en cantidad de prácticamente 1, a 1,5 equivalentes moleculares con respecto a la cantidad de  $\text{CF}_3\text{COCl}$  gaseoso a cargar durante dicho segundo ciclo.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



en cuenta la adición de las cantidades necesarias o superiores de agua, la introducción de  $\text{CF}_3\text{COCl}$  se inicia de nuevo, y se repiten las etapas de hidrólisis y de destilación como antes se ha descrito.

5. El medio líquido de reacción utilizado al principio de introducir el  $\text{CF}_3\text{COCl}$  gaseoso en la etapa de hidrólisis, puede contener un sistema  $\text{CF}_3\text{COOH}-\text{H}_2\text{O}$ , con, por lo menos 10% de  $\text{H}_2\text{O}$  y no más del 90% de  $\text{CF}_3\text{COOH}$ . Con una concentración de  $\text{CF}_3\text{COOH}$ , al principio de la
10. introducción del producto gaseoso, superior al 90% aproximadamente, se limita el  $\text{H}_2\text{O}$  disponible para la hidrólisis, y la proporción de  $\text{CF}_3\text{COOH}$  "obtenida" durante el ciclo siguiente de introducción del cuerpo gaseoso, puede ser indeseablemente baja. Debe tenerse presente
15. que las colas de destilación que puede introducirse para ulterior introducción de  $\text{CF}_3\text{COCl}$  gaseoso contengan siempre sistemas con más del 10% de  $\text{H}_2\text{O}$  y, con preferencia, el 15% como mínimo. Así, durante una operación inicial y durante una operación de ciclos múltiples, se forma
20. siempre, un medio líquido de reacción que comprende un sistema  $\text{CF}_3\text{COOH}-\text{H}_2\text{O}$  que contiene, como mínimo, un 10% de  $\text{H}_2\text{O}$  y no más del 90% de  $\text{CF}_3\text{COOH}$ , que si se desea, después de ulterior dilución con agua, puede someterse al gaseado con  $\text{CF}_3\text{COCl}$ .
25. El procedimiento a que este invento se refiere, puede llevarse a cabo sobre una base cíclica continua que implica la gasificación, la hidrólisis, la destilación y la recirculación de las colas de destilación, sin interrupción. Para cualquier operación dada, la regula-
30. ción de los factores de control tales como ritmos ópti-



302422

mos, de gasificación, traslado de líquidos desde y hacia la hidrólisis, y las operaciones de destilación, y las composiciones de los líquidos, están comprendidas en la técnica de la especialidad. En una operación continua, para facilitar la conservación del equilibrio del proceso, se prefiere introducir en la etapa de hidrólisis un sistema  $\text{CF}_3\text{COOH}-\text{H}_2\text{O}$  que contenga, como mínimo 50% de  $\text{H}_2\text{O}$  y no mas de 50% de  $\text{CF}_3\text{COOH}$ .

Los ejemplos siguientes aclaran este invento.

10. Los porcentajes son ponderales.

EjemPlo 1 - Unos 209 g de una solución constituida por 160 g. (1,43 moles) de  $\text{CF}_3\text{COOH}$  prácticamen

te puro y anhidro, y 49 g (2,72 moles) de agua se cargaron en un reactor provisto de un agitador, una entrada para la introducción de  $\text{CF}_3\text{COCl}$  gaseoso, y una salida de gas conectada en serie con un sumidero de hielo seco y un levador de agua. La solución en el reactor tenía una concentración de  $\text{CF}_3\text{COOH}$ , del 77% aproximadamente. Durante un periodo de dos horas, se cargaron en el reactor

15. a un ritmo prácticamente constante, 106 g (0,8 mol) de  $\text{CF}_3\text{COCl}$  gaseoso, prácticamente puro. La hidrólisis se inició inmediatamente al introducirse el  $\text{CF}_3\text{COCl}$ , y la reacción fué moderadamente exotérmica. Durante toda la operación, la temperatura en el reactor se conservó alrededor de 24-41°C por medio de un baño de agua fría en el que el reactor estaba parcialmente sumergido. La evolución de cantidades apreciables de HCl empezó después de haberse añadido aproximadamente la mitad del  $\text{CF}_3\text{COCl}$ . Al terminar la introducción de este cuerpo, el líquido del reactor se sometió al reflujo durante unos 30 minu-

20.

25.

30.



- tos para facilitar la eliminación del HCl ocluido. El HCl desprendido pasaba a través del sumidero de hielo y se captaba en el lavador de agua. Durante la introducción del  $\text{CF}_3\text{COCl}$ , algo de  $\text{CF}_3\text{COOH}$  salía del reactor
5. arrastrado por el HCl gaseoso y se condensaba fuera del gas en el sumidero de hielo seco en el que se recuperaron alrededor de 15 g de  $\text{CF}_3\text{COOH}$ , que se combinó con el líquido del reactor para formar un total de unos 276 g de material que, sobre la base del total de  $\text{H}_2\text{O}$  cargada
10. y del agua consumida por el  $\text{CF}_3\text{COCl}$ , contenía alrededor del 88% de  $\text{CF}_3\text{COOH}$  y alrededor de 12% de agua. El líquido del reactor se destiló usando un serpentín de vidrio de 68,5 cm helicoidal, con revestimiento en vacío de la columna de unos, 12,5 mm. de diámetro interno. La destilación se reguló para retirar un producto de cabeza de
15. punto de ebullición 71-72°C. Se recuperaron unos 91 g (0,80 mol) de un líquido blanco de agua, como producto de cabeza que por el punto de ebullición conocido, los análisis infrarrojos y de "fragtómetro" de vapor y equivalente neutro, se identificó como ácido trifluoroacético de 97% aproximadamente. El  $\text{CF}_3\text{COOH}$  de las colas del
20. alambique, ascendieron a unos 185 g de líquido que, el análisis demostró que contenían alrededor de 18,3% de  $\text{H}_2\text{O}$  (titulación Karl Fischer) y 0,12% de cloro (método turbidimétrico normal), y el resto  $\text{CF}_3\text{COOH}$ . Los 91 g
25. recuperados de condensado de 71-72°C de punto de ebullición representaron un rendimiento del 89% aproximadamente sobre la base del  $\text{CF}_3\text{COCl}$ , introducidos. El producto se comprobó que tenía un equivalente neutro de alrededor
30. de 118 (en teoría 114) que corresponde al 97% de ácido



trifluoroacético; el contenido de agua, alrededor de 0,17% (titulación Karl Fischer) y contenido de cloro (turbidimétrico) inferior a 0,001%. El equilibrio ponderal del ensayo fué el siguiente:

<u>Carga</u>				<u>Recuperación</u>		
	<u>g.</u>	<u>moles</u>		<u>g.</u>	<u>moles</u>	
CF <sub>3</sub> COOH	160	1.43	HCl	28.0	0.77	
H <sub>2</sub> O	49	2.72	Producto de cabeza	CF <sub>3</sub> COOH	91.0	0.80
CF <sub>3</sub> COCl	106	0.80	Residuo	CF <sub>3</sub> COOH	152	1.33
				H <sub>2</sub> O	33	1.82
	<u>315</u>			<u>304</u>		

5. Se lograron 243 g de ácido trifluoroacético, de una producción teórica de 251 g.

EJEMPLO 2 - Unos 153 g de solución constituida por 144

g (1,26 moles) de CF<sub>3</sub>COOH anhidro, prácticamente puros y 9 g (0,50 mol) de agua (solución de CF<sub>3</sub>

10. COOH del 94%, se introdujeron en el reactor del Ejemplo

1. Durante un período de 1,3 horas se cargaron en el reactor, a ritmo prácticamente constante, 54 g (0,41 mol) de CF<sub>3</sub>COCl gaseoso, prácticamente puro. La hidrólisis

15. y el desprendimiento de HCl se iniciaron inmediatamente al introducir el CF<sub>3</sub>COCl. Durante toda la operación, la temperatura en el reactor se conservó a unos 23-35°C por medio de un baño de agua, como en el Ejemplo 1. Durante

la introducción de CF<sub>3</sub>COCl, especialmente hacia el final del ensayo se retiraron del reactor algo de CF<sub>3</sub>COOH y algo de CF<sub>3</sub>COCl, sin reaccionar, arrastrados por el

20. HCl gaseoso. Todo el HCl desprendido fué captado por el



5. agua del lavador. En el reactor se obtuvieron 182 g de producto bruto que contenía alrededor de 2,1% de agua (titulación Karl Fischer), 0,05% de cloro (turbidimétrico) y 94% de  $\text{CF}_3\text{COOH}$  (equivalente neutro). La titulación del HCl del líquido del lavador de agua, acusó la recuperación de 0,24 mol, con respecto a 0,41 mol, teórica. El aumento de peso del material del reactor y la recuperación de HCl en el lavador de agua, demuestran que son considerablemente superiores a la reacción del
10. 50% cuando el contenido de agua de la solución acuosa de  $\text{CF}_3\text{COOH}$  es del 6% y menos, y que el  $\text{CF}_3\text{COCl}$  reacciona con el agua aún cuando el contenido de ésta en la solución sea tan reducido como de 2-3%.

NOTA

15. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas, son susceptibles de modificaciones de detalle, en cuanto no alteren su principio fundamental. También
20. se hace constar que el invento se refiere a una Solicitud de Patente presentada en Norteamérica, con fecha 30 de julio de 1963, nº 298.597, acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del
25. referido invento, y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre: "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCIÓN DE ACIDO TRIFLUOROACÉTICO PRACTICAMENTE ANHIDRO"; caracterizándose por lo siguiente:
30. 1ª.-"Procedimiento para la obtención de ácido trifluoroacético prácticamente anhidro", caracterizado



302482

- por (1) hidrolizarse cloruro de trifluoroacetilo, añadiéndolo a un medio líquido de reacción constituido por agua o un sistema de ácido trifluoroacético/agua que inicialmente contenga, por lo menos, 10% y con preferencia 50% como mínimo en peso de agua, y opcionalmente diluyentes inertes a una temperatura de 20°C a 60°C; la adición e hidrólisis de cloruro de trifluoroacetilo, se continúa hasta que el sistema ácido trifluoroacético/agua en la masa de reacción resultante,
- 5.
- 10.
- 15.
- contiene de 85 a 95% en peso de ácido trifluoroacético; y (2) destilarse la masa de reacción de la etapa (1), para formar un destilado de ácido trifluoroacético prácticamente anhidro, que hierva a 72°C, a la presión atmosférica y un residuo de destilación que contenga un sistema ácido trifluoroacético/agua, con por lo menos el 82% en peso de ácido trifluoroacético.

2ª.- Procedimiento según reivindicación 1, caracterizado por realizarse la hidrólisis de 20° a 45°.

- 3ª.- Procedimiento según reivindicación 1 o 2, caracterizado porque la masa de reacción de la etapa (1) se calienta sometida a reflujo para favorecer la eliminación de cloruro de hidrógeno de la misma.
- 20.

4ª.-Procedimiento para la obtención de ácido trifluoroacético, prácticamente anhidro, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente memoria.

25

Esta Memoria consta de 15 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid 29 JUL 1964

ALLIED CHEMICAL CORPORATION

J. GOMEZ ACEBO Y MORA  
P. R.