

339110



MEMORIA DESCRIPTIVA

QUE SE ACOMPAÑA A LA SOLICITUD DE REGISTRO DE
PATENTE DE INVENCIÓN

por 20 años, en España y Prov. de Ultramar

a favor de

LABORATORIO VERIS S.L. domiciliado en Madrid,
Juan Bravo, 47.

por:

"PROCEDIMIENTO MEJORADO DE OBTENCIÓN DE ÉSTERES
=====

5
10
15
Uno de los procedimientos que en la literatura científica se recomienda para la preparación de ésteres, consiste en hacer reaccionar un anhídrido de ácido con un alcohol; en efecto, parece ser que el empleo de los anhídridos de ácido como reactivo de acilación, en lugar de los correspondientes halógenuros, no da lugar a tantas breas, ni exige tantas precauciones para evitar la acción perniciosa de la humedad, como las que suelen requerirse en estos casos. Los acetatos de celulosa y de otros hidratos de carbono, se obtienen cómodamente por éste procedimiento, y en general, la operación no presenta grandes dificultades, aunque el rendimiento y la calidad del éster viene condicionado por el radical ácido empleado y por el tipo de alcohol de que se trate, hasta el punto de no poder aplicarse el procedimiento en todos los casos y tener que recurrirse al empleo de los antes citados cloruros de ácido, o bien al

339110



método de la transesterificación, etc.

20 Volviendo al camino que emplea los anhídridos
-sobre el que nosotros hemos conseguido las mejoras sus-
tanciales que más adelante se detallan y que justifican
plenamente la presente solicitud de patente-, es sabido
que existen ciertos productos cuyo empleo como cataliza-
dores parece resultar ventajoso en algunos casos y como
25 tales se citan el cloruro de cinc, acetato sódico, piri-
dina, ácido sulfúrico, etc., pero su uso no excluye el
empleo de disolventes, ni los prolongados tiempos de reac-
ción y temperaturas elevadas, consiguiéndose rara vez
acercarse a los rendimientos teóricos; por otra parte, en
la reacción entre un anhídrido de ácido y un alcohol, es
30 bien sabido que sólo se aprovecha $\frac{1}{2}$ mol de anhídrido, ya
que la otra mitad regenera el ácido de partida, lo que
resulta en general una desventaja, ya que los anhídridos
de ácido se suelen preparar a partir de los correspondien-
tes haluros, si bien otras veces, cuando se trata de ácidos
35 superiores, llega a conseguirse su anhídridización mediante
otro anhídrido fácilmente asequible en escala industrial,
tal como el anhídrido acético.

40 Tratándose de ésteres delicados y de gran pu-
reza, como acostumbra exigirse a los que encuentran em-
pleo en las industrias de los perfumes y de los productos
farmacéuticos, interesa que la reacción que conduce a su
preparación, transcurra en las condiciones más suaves que
sea posible, evitando como antes se ha insinuado, las tem-
45 peraturas elevadas y el empleo de reactivos agresivos, con
objeto de simplificar las operaciones de purificación, re-
legándose a segundo término las normales exigencias de eco-
nomía, tanto en los productos empleados como en el rendi-

339110



miento de la operación de esterificación.

50

Las modificaciones que nosotros proponemos, consisten en el empleo de un disolvente, la dimetilformamida, que cataliza fuertemente la reacción, aumenta considerablemente la velocidad de reacción entre el anhídrido de ácido y el grupo alcohólico, verosimilmente a través de la formación de un intermedio, producto de condensación del anhídrido con la dimetilformamida, que luego se descompone en presencia del alcohol originando el éster deseado con rendimientos casi cuantitativos. El mecanismo de la reacción no ha sido plenamente dilucidado hasta el momento, pero los favorables resultados obtenidos en todos los casos ensayados, hacen suponer que se trata de un procedimiento de aplicación general, tanto a los alcoholes primarios, secundarios y terciarios, como a los fenoles, polialcoholes y alcoholes con funciones mixtas.

55

60

65

Los siguientes ejemplos aclararán mejor las condiciones de trabajo en que se lleva a efecto el procedimiento cuya Patente de Invención se solicita, sin que por otra parte se considere circunscrita esta solicitud a los detalles referidos en estos ejemplos, que tienen carácter meramente descriptivo y en ningún caso limitativo.

70

EJEMPLOS:

75

1)- En un vaso de vidrio con agitación, se mezclan 60 gramos de iso-propanol con 200 c.c. de Dimetilformamida. Enfriando exteriormente con agua se van añadiendo poco a poco 113 gramos de anhídrido benzóico, de modo que la temperatura se mantenga y finalmente se calienta $\frac{1}{2}$ hora a 40°C. Terminada la operación, se vierte todo sobre agua salada con hielo y se separa por decantación el aceite so-

339110



80 brenadante. Se seca sobre sulfato sódico y se destila en vacío. Se recogen así unos 155 gramos de henzoato de isopropilo, lo que representa un rendimiento casi cuantitativo.

85 2)- En un vaso abierto, provisto de agitación, se disuelven 47 gramos de fenol en 200 c.c. de Dimetilformamida, se refrigera exteriormente con agua y hielo, para que la temperatura no suba de 15°C y se agrega en pequeñas porciones 86 gramos de anhídrido del ácido acetilsalicílico. Terminada la adición, se vierte todo ello sobre agua; al cabo de algunas horas, 90 el aceite que sobrenadaba cristaliza y se puede separar por filtración. Recristalizado en alcohol, se obtiene un producto blanco que funde a 109°C identificado como el Acetil-salicilato de fenilo. El rendimiento es cuantitativo.

95 3)- 108 gramos de alcohol bencílico se mezclan en un vaso con agitación, con 150 c.c. de Dimetilformamida y a la temperatura ambiente se van añadiendo, mediante un embudo de goteo, 139 gramos de anhídrido cínámico disueltos en otros 150 c.c. de dimetilformamida. 100 La reacción transcurre con ligera elevación de la temperatura, que si la adición se regula convenientemente, se logra que no rebase los 40°C. Al final se continua agitando $\frac{1}{2}$ hora más y finalmente se vierte todo sobre agua, separándose un aceite pardo-rojizo que se deja cristali- 105 zar en la nevera durante la noche. Los cristales filtrados se lavan con un poco de carbonato sódico, luego con agua y finalmente se recristalizan en alcohol al 50%. Se obtienen 525 gramos de cinamato de bencilo con pf. = 39°C.

110 Descrita suficientemente en lo que precede la



339110

naturaleza y objeto de la presente solicitud, así como el modo de llevarla ventajosamente a la práctica, y demostrado que se trata de un positivo adelanto sobre lo hasta ahora conocido y practicado y que su adopción resultará beneficiosa, se solicita registro de Patente de Invención, con arreglo a las siguientes:

115

REIVINDICACIONES

1ª Procedimiento mejorado de obtención de ésteres consistente en el empleo de un disolvente, la dimetilformamida, que cataliza fuertemente la reacción y aumenta la velocidad de reacción entre el anhídrido de ácido y el grupo alcohólico verosimilmente a través de la formación de un intermedio, producto de condensación del anhídrido con la dimetilformamida, que luego se descompone en presencia del alcohol originando el éster con rendimientos casi cuantitativos.

120

125

2ª Procedimiento mejorado de obtención de ésteres, según anterior reivindicación, caracterizado porque la reacción transcurre en frío y sin necesidad de dispositivos especiales.

130

La presente solicitud de registro de Patente de Invención debe recaer sobre:

3ª "PROCEDIMIENTO MEJORADO DE OBTENCION DE ESTERES".

Todo ello según queda sustancialmente descrito en la presente Memoria y Reivindicaciones, para los fines especificados

135

Madrid, 10-Abril-1967
El Ingeniero-Agente.

Paulino Helguera