

412876



PATENTE DE INVENCION

Case L.P. 1073

=====

FC 9-4-75

Int. Cl.: Co7c

412876

Memoria Descriptiva

sobre:

PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE DIESTERES
DE ACIDO SUCCINILSUCCINICO

Solicitante: LONZA LIMITED, entidad suiza, residente en
Gampel/Valais, Suiza

La invención se refiere a un procedimiento para la obtención de diésteres de ácido succinilsuccínico a partir de ésteres γ -halogenoacetoacéticos en agua mediante bases fuertes.

Ya es conocido el obtener los diésteres de ácido



succinilsuccínico por reacción de ésteres γ -cloroacetoacéticos en agua mediante Na-fenolato. Los rendimientos aquí resultantes son de un 58 % (Bull. Soc. Chim. France 29, 1921, pág. 402-6).

5 También se conoce el obtener el diéster de ácido succinilsuccínico a partir de succinato de dietilo como producto de partida. Este se reacciona aquí con Na-etilato. El rendimiento máximo que aquí se pudo lograr fué de un 80 % (patente U.S. 3.024.268). La desventaja de este procedimiento
10 consiste sin embargo en que el aislamiento del diéster del ácido succinilsuccínico es extraordinariamente complicado y lento. Además se necesitan grandes cantidades de disolvente.

El objeto de la invención es la obtención de diésteres de ácido succinilsuccínico a partir de ésteres γ -halogenoacetoacéticos mediante un procedimiento sencillo y con
15 elevados rendimientos.

Según la presente invención esto se logra debido a que la reacción del éster γ -halogenoacetoacético se efectúa en una solución tampón acuosa de sales inorgánicas a un pH de
20 8 - 10.

El pH, que se ha de mantener en la reacción, se encuentra entre 8 y 10, preferentemente 9,5. Este pH de 8 - 10 especialmente de 9 - 10, preferentemente de 9,5, se mantiene mediante aplicación de una solución tampón acuosa de sales inorgánicas durante la reacción. Como mezclas tampón entran convenientemente en aplicación las mezclas de $\text{Na}_2\text{CO}_3/\text{NaHCO}_3$,
25 $\text{NaHCO}_3/\text{NaOH}$, preferentemente de $\text{Na}_2\text{CO}_3/\text{NaHCO}_3$, en una proporción de 0,5 a 1,5 moles de Na_2CO_3 por 1,5 a 0,5 moles de NaHCO_3 . La mezcla de $\text{NaHCO}_3/\text{NaOH}$ se emplea ventajosamente en proporción
30 de 1 mol de NaHCO_3 por 0,2 a 0,8 moles de NaOH.



Como ésteres γ -halogenoacetoacéticos se emplean preferentemente los ésteres γ -cloroacetoacéticos. Sin embargo también es ventajoso emplear el éster γ -bromoacetoacético. El componente alcohólico del éster de partida depende del diéster de ácido succinilsuccínico a obtener. Preferentemente se obtienen sin embargo los ésteres de alquilo inferior con 1 a 4 átomos de carbono, convenientemente los ésteres de metilo y de etilo.

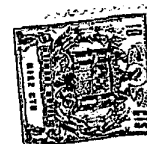
Las temperaturas de reacción se encuentran convenientemente en -10 a $+10^{\circ}\text{C}$, preferentemente en -2 a 0°C .

Después de la reacción se puede aislar el diéster de ácido succinilsuccínico por separación por filtración o centrifugación. El producto que se obtiene es blanco hasta ligeramente amarillento y tiene una pureza superior a un 99 %.

Los diésteres de ácido succinilsuccínico se emplean para la obtención de polímeros y para la obtención de colorantes quinacridónicos.

Ejemplo 1

11,50 g de carbonato sódico anhidro (0,108 moles) y 3,10 g de bicarbonato sódico (0,036 moles) se disuelven en agua y a $-1,5^{\circ}\text{C}$ se introducen, bajo agitación, 11,88 g de γ -cloroacetoacetato de etilo (0,072 moles). Después de 24 horas a $-1,5^{\circ}\text{C}$ se separó el precipitado por succión, se suspendió en 150 cc de agua, se volvió a separar por succión y se secó. Se obtuvieron 6,951 g de succinilsuccinato de dietilo, lo que corresponde a un rendimiento de un 75,1 %. El contenido era de un 99,8 %; punto de fusión $126,3$ a $126,4^{\circ}\text{C}$.

Ejemplo 2

Como en el ejemplo 1 se hicieron reaccionar 11,738 g de γ -cloroacetoacetato de metilo. Se obtuvieron 6,233 g de succinilsuccinato de dimetilo. Rendimiento 70,1 %. P.f. 153,4°C.

5 Ejemplo 3

Como en el ejemplo 1 se hicieron reaccionar 12,395 g de γ -cloroacetoacetato de isopropilo. Se obtuvieron 6,304 g de succinilsuccinato de diisopropilo, rendimiento 63,9 %, p. f. 102,8°.

10 Análisis elemental (C₁₄H₂₀O₆):

Hallado:	C 59,3	H 7,1	O (Δ) 33,6	%
Calculado:	C 59,14	H 7,05	O 33,76	%

Ejemplo 4

15 15,20 g de bicarbonato de sodio (0,18 moles) y 4,30 g de lejía sódica (0,108 moles) se disolvieron en 200 cc de agua y a -1,5°C, bajo agitación, se mezcló con 11,712 g de γ -cloroacetoacetato de etilo. Después de 24 horas a -1,5°C se separó el precipitado por succión, se suspendió en 150 cc de agua, nuevamente se separó por succión y se secó. Se obtuvieron 6.746 g de succinilsuccinato de dietilo, rendimiento 74,0 %.

NOTA

25 Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarse 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 se hace constar que el in-



412876

5 vento corresponde a una solicitud de patente presentada en Suiza bajo el número y la fecha siguientes: 4237/72 de 22 de marzo de 1972, acogiendo por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita una Patente de Invención por 20 años en España sobre: Procedimiento para la obtención de diésteres de ácido succinil-succínico, caracterizandose por lo siguiente:

- 10 1. Procedimiento para la obtención de diésteres de ácido succinilsuccínico a partir de ésteres γ -halogenoacetoacéticos en agua mediante bases fuertes, caracterizado porque la reacción del éster γ -halogenoacetoacético se efectúa en una solución tampón acuosa de sales inorgánicas a un pH de 8 - 10 aproximadamente.
- 15 2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque como solución tampón se emplea una solución acuosa de Na_2CO_3 y NaHCO_3 en una proporción de 0,1 a 1,5 moles de Na_2CO_3 y unos 1,5 a 0,5 moles de NaHCO_3 .
- 20 3. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque como solución tampón se emplea una solución acuosa de NaHCO_3 y NaOH en una proporción de 1 mol de NaHCO_3 y unos 0,2 a 0,8 moles de NaOH .
- 25 4. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque como solución de tampón se emplea una solución acuosa de borax y NaOH en una proporción de 1 mol de Borax y unos 0,08 a 1,5 moles de NaOH .



5. Procedimiento según la reivindicación 1 - 4, caracterizado porque la reacción se efectúa a temperaturas desde unos -10 a $+10^{\circ}\text{C}$.
6. Procedimiento para la obtención de diésteres de ácido succinilsuccínico, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente memoria.

Esta memoria consta de 6 hojas escritas a máquina por una sola cara.

2^a MAR. 1973

Madrid,

LONZA LIMITED

GOMEZ ACEBO Y MBBET
Estrada de L. Gual Ferrández