



431.196

CASE ES 4900

CO + C // CO2B

P A T E N T E

D E

I N V E N C I O N

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE ACIDOS ESTEREO-POLICARBOXILICOS", a favor de la firma alemana HENKEL & CIE., GmbH, residente en 4000-DUSSELDORF (Alemania), Henkelstrasse, 67

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Objeto de este invento es un procedimiento para la preparaci3n de 6cidos estereopolicarboxilicos por reacci3n de las sales alcalinas de 6cidos estereocarboxilicos con anhidr3do carb3nico, a temperatura elevada y con presi3n elevada, en presencia de carbonatos alquilicos de metal alcalino.

5.

Se sabe que los 6cidos estereopolicarboxilicos y sus sales alcalinas constituyen buenos complejadores, especialmente para las sales de dureza del agua. A la utilizaci3n pr6ctica de estos productos se oponia hasta ahora la circunstancia de no existir ning3n procedimiento

10.



económico de preparación. Estaba pues planteada la necesidad de un procedimiento que permitiera fabricar estos compuestos en gran escala industrial.

5. Este problema de la preparación de ácidos estereopolicarboxílicos se ha resuelto haciendo reaccionar ácidos estereocarboxílicos de la fórmula general



en la que

10. R representa un radical alquílico de 1 a 22 átomos de carbono, que puede ser de cadena lineal o ramificada y estar substituído por grupos de hidroxilo o carboxilo o interrumpido por átomos de oxígeno y

15. R' representa hidrógeno o un radical alquílico inferior de 1 a 4 átomos de carbono,

20. en forma de sus sales alcalinas, con anhídrido carbónico, a temperaturas de 200 a 350° C y preferentemente de 250 a 300° C, bajo presión, en presencia de carbonatos alquílicos de metal alcalino y eventualmente de catalizadores de metal pesado, así como de diluentes indiferentes, y convirtiendo eventualmente de manera conocida la sal alcalina formada de ácidos estereopolicarboxílicos en el ácido libre.

25. Por la patente alemana 1.185.602 se sabía ya la preparación de malonato potásico o respectivamente de ácido malónico por carboxilación de acetato potásico con anhídrido carbónico, bajo presión, en presencia de carbonato potásico y de catalizadores de metal pesado y a temperaturas de 300° C. Se sabía además que es posible

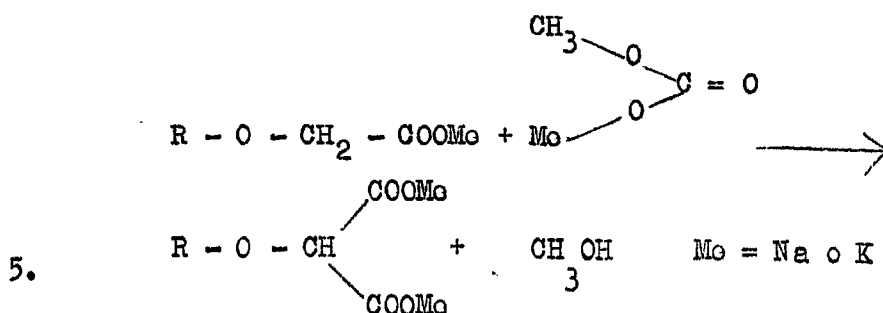


- metalizar en posición alfa sales metálicas de ácidos carboxílicos con un metal alcalino o alcalinotérreo o con sus hidruros, a temperatura elevada, y a continuación carboxilarlas. Sin embargo, las duras condiciones de presión y de temperatura necesarias para estas reacciones de carboxilación hacían aparecer extraordinariamente inverosímil al experto que los lábiles ácidos estereocarboxílicos pudieran ser en algún modo susceptibles a una carboxilación.
- 5.
10. Tanto más sorprendente ha sido pues la comprobación, de acuerdo con este invento, de que las sales alcalinas de los ésteres de ácidos alfa-hidroxicarboxílicos de la fórmula general indicada antes pueden ser carboxiladas con gran rendimiento en presencia de carbonatos alquílicos de metal alcalino y anhídrido carbónico,
15. bajo presión y manteniendo determinadas condiciones de temperatura. La carboxilación se produce en el átomo de carbono que se halla en posición alfa respecto al grupo carboxílico. En los ácidos estereocarboxílicos que contienen varias veces en la molécula un radical carboxílico puede producirse una carboxilación en todos los átomos de carbono que se hallan en posición alfa respecto al grupo carboxílico o tan sólo en un átomo de carbono que se halle en posición vecina a un grupo carboxílico. El
20. grado de transformación de la carboxilación depende en tal caso ampliamente de las condiciones elegidas para la reacción.
- 25.

La carboxilación de los ácidos estereocarboxílicos que se han de transformar se desarrolla, por ejemplo,



según la ecuación reaccional siguiente:



10. Aun cuando en principio la reacción puede transcurrir sin adición suplementaria de anhídrido carbónico, para la realización práctica es necesario mantener cierta presión de anhídrido carbónico, la cual puede variar dentro de amplios límites, entre 2 y 1000 atmósferas absolutas o más, según el procedimiento, o sea según si se actúa en continuo o en discontinuo.

15. Para componente metálico de los carbonatos metaloalquílicos pueden servir el sodio o el potasio, pero de preferencia el sodio.

20. El radical alquílico que constituye la base de los carbonatos alquílicos de metal procede en particular de un alcohol alifático con 1 a 4 átomos de carbono; por ejemplo, de metanol, etanol, propanol, isopropanol, n-butanol, butanol secundario o butanol terciario.

25. En concepto de materias de partida para la preparación según este invento de los ácidos estereopolicarboxílicos entran en cuenta todos los ácidos estereocarboxílicos que cumplen los requisitos de la fórmula general indicada antes. Como ejemplos de tales compuestos aptos para la carboxilación cabe citar las sales alcalinas



- del ácido metilglicólico, del ácido etilglicólico, del ácido butilglicólico, del ácido laurilglicólico y del ácido alquil(C₁₂₋₁₈)-glicólico y los productos de la esterificación del ácido glicólico con compuestos de adición de óxido de etileno a alcoholes (en particular a alcoholes grasos), como, por ejemplo, éter de alcohol láurico + ácido 2HO-glicólico, éter de alcohol mirístico + ácido 3HO-glicólico y éter de alcohol esteárico + ácido 6HO-glicólico, y asimismo del ácido diglicólico, del ácido etilen-bis-glicólico y del éter de ácido láctico del ácido glicólico. En calidad de metales alcalinos entran en cuenta primordialmente en estas sales el potasio y el sodio. Por otra parte, las sales alcalinas de ácidos estereocarboxílicos empleadas como materias de partida para el procedimiento de este invento deben hallarse en el estado más seco que sea posible, porque conviene evitar la reacción en presencia de grandes cantidades de agua.
- 5.
- 10.
- 15.

La preparación de las sales alcalinas de ácidos estereocarboxílicos empleadas como materias de partida en este procedimiento puede realizarse por métodos conocidos en la literatura y no constituye objeto de este invento.

20.

La preparación de los carbonatos alquílicos de metal alcalino puede efectuarse de manera sencilla introduciendo anhídrido carbónico hasta la saturación en respectivas soluciones alcohólicas de alcoholatos o en soluciones de los álcalis en alcoholes absolutos, separando por centrifugación el carbonato alquílico de metal alcalino formado y secándolo, tal como se describe en

25.



Houben-Woyl, "Methoden der organischen Chemie" (1952), volumen 8, página 105.

- Para lograr mayores rendimientos es conveniente excluir constantemente de la mezcla reaccional el alcohol formado durante la reacción. Esto puede realizarse, por ejemplo cuando se procede a la reacción en autoclave, bajo presión de anhídrido carbónico; soltando en ciertos intervalos de tiempo la presión de anhídrido carbónico y expulsando el alcohol con el anhídrido carbónico soltado. Para la exclusión completa del alcohol formado puede también aplicarse brevemente vacío, en cuyo caso, como es lógico, no debe penetrar aire en la autoclave. A continuación se vuelve a inyectar en ésta anhídrido carbónico por medio de un compresor. No obstante, la reacción puede efectuarse también continuamente bajo presión en la corriente de anhídrido carbónico excluyendo constantemente el alcohol formado. Para evitar reacciones secundarias es conveniente un gran exceso de anhídrido carbónico.
5. Las sales alcalinas de los ácidos estereocarbóxicos se hacen reaccionar según este invento con anhídrido carbónico en presencia de carbonatos alquílicos de metal alcalino y bajo presión. La presión puede aquí variar dentro de límites muy amplios. La reacción deseada puede alcanzarse ya actuando con sobrepresión relativamente baja; por ejemplo, alrededor de 2 a 50 atmósferas absolutas. Pero para conseguir buenos rendimientos es por lo general conveniente aplicar una presión de anhídrido carbónico de más de 100 atmósferas absolutas a la tempe-
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.



ratura de la reacción. Hacia arriba, la presión está limitada únicamente por el equipo de que se disponga. Puede ser de 1000 a 2000 atmósferas absolutas y más, y se la puede crear por medio de bombas o compresores apropiados.

5. En los ensayos de laboratorio se puede proceder llenando con anhídrido carbónico, líquido o sólido, el matraz de reacción enfriado y evacuado. El anhídrido carbónico, lo mismo que las demás materias coadyuvantes, puede hacerse circular en circuito.
10. La temperatura de reacción es muy crítica en este procedimiento, pues se ha de evitar la descomposición de los ácidos estereocarboxílicos. Para conseguir una reacción suficientemente rápida para los fines técnicos, se necesitan temperaturas por encima de 200° C. Pero a ser posible la temperatura de la reacción no debiera superar los 350° C, a menos que al mismo tiempo no se contrarreste la descomposición empleando presiones altísimas. Como intervalo de temperatura preferido se han establecido las temperaturas de 250 a 300° C. La temperatura óptima para la reacción depende del grado respectivo de la carboxilación deseada, así como de la naturaleza de los ácidos estereocarboxílicos utilizados y del tipo de metales alcalinos utilizados.
20. La reacción requiere sólo breve tiempo; pero para partidas grandes, a causa del tiempo necesario para el calentamiento y el enfriamiento, pueden requerirse también varias horas. De paso hay que cuidarse de excluir durante el calentamiento de la preparación recalentamientos locales que podrían conducir a una descomposición.
- 25.



Por este motivo debe evitarse un calentamiento demasiado rápido. En general son suficientes tiempos de reacción de 1 a 3 horas.

5. Para la realización de la reacción se necesita, como resulta evidente de la ecuación reaccional que se ha expuesto antes, para cada grupo carboxílico que se ha de formar de nuevo un mol, a lo menos, de carbonato alquílico de metal alcalino, el cual, a través de la reacción de metalización, neutraliza y estabiliza al mismo tiempo el grupo carboxílico nuevamente formado. En muchos casos puede ser también ventajoso un pequeño exceso del carbonato alquílico de metal alcalino. Este se utiliza más convenientemente en forma de polvo desalcoholizado, finamente dividido. En algunos casos puede ser ventajoso, para mejor encentamiento de la reacción, añadir a la preparación una pequeña cantidad de alcohol (como, por ejemplo, de metanol) o de carbonato de dietilo.
- 10.
- 15.

20. En concepto de carbonatos alquílicos de metal alcalino entran en cuenta preferentemente el carbonato metílico de sodio o potasio, el carbonato butílico terciario de sodio o potasio y en particular el carbonato metílico de sodio.

25. Como en todas las síntesis metalorgánicas, para lograr buenos rendimientos deben excluirse en esta reacción el agua y el oxígeno.

Se ha demostrado además ventajoso agregar a la mezcla reaccional materias indiferentes de gran superficie, como, por ejemplo, kieselgur, ácido silícico finamente dividido, coque pulverizado u óxido de aluminio fi-



namente dividido, para mejorar las propiedades mecánicas de la mezcla e impedir una eventual engrumecimiento. Con ello se facilita considerablemente la realización técnica del procedimiento. La cantidad de los aditivos

5. . indiferentes puede variar dentro de límites amplísimos y se determina en primer término según la índole del equipo que se emplee.

10. . Por último, la reacción puede efectuarse también en presencia de un diluyente indiferente, como, por ejemplo, benceno, xileno, naftalina, difenilo, éter difenílico o aceite de parafina. La cantidad del diluyente se elige de conveniencia de modo que se obtenga una mezcla bombeable.

15. . Pueden utilizarse además, en concepto de catalizadores, una serie de metales (como, por ejemplo, hierro, bismuto, zinc, níquel, cobre, cadmio, titanio y cromo), como tales o en forma de sus óxidos o sales con ácidos inorgánicos u orgánicos (como, por ejemplo, en forma de carbonatos, bicarbonatos, haluros, sulfatos, acetatos, formiatos, oxalatos o sales de ácido graso).
20. . La cantidad del catalizador es preferentemente de 0,5 a 5 % en peso respecto a la mezcla reaccional.

25. . La realización del procedimiento de este invento puede efectuarse en forma discontinua o en forma continua. Así, por ejemplo, puede actuarse por el método del lecho fluente o por el método de la capa turbulenta. Si se actúa en forma discontinua es conveniente emplear como recipientes para la reacción autoclave agitadoras o autoclaves de rodadura. También conviene, en la rea-



lización discontinua, procurar una buena mixturación de la masa reaccional mediante agitación, sacudimiento o molturación.

5. El tratamiento final de la mezcla reaccional puede efectuarse disolviendo en agua toda la mezcla y separando por filtración los componentes insolubles, como por ejemplo los aditivos indiferentes. De la solución acuosa pueden obtenerse, por acidificación con ácidos minerales o por tratamiento con un cambiador de cationes
10. en forma ácida y elaboración final consecutiva por los métodos usuales, los ácidos estereopolicarboxílicos producidos.

15. Los ácidos estereopolicarboxílicos resultantes pueden emplearse con muy buen éxito como complejadores. En muchos casos, especialmente para el empleo como complejadores de las sales de dureza del agua en los agentes detergentes y limpiadores, no hay necesidad de fabricar los ácidos estereopolicarboxílicos libres, sino que pueden utilizarse igualmente bien sus sales alcalinas.
20. También es posible emplear sin más, después de separarlas de las materias indiferentes, las mezclas de productos obtenidas por el procedimiento de este invento.

Los ejemplos que siguen explican el invento más detalladamente, pero sin establecer limitación.

25. **EJEMPLOS**
=====

En los ejemplos que a continuación se exponen se actuó, salvo cuando se indica otra cosa, de la manera siguiente: Se molieron íntimamente en un molino de bolas las materias de partida anhidras, desecadas, y se las



calentó bajo presión de anhídrido carbónico en una autoclave de alta presión de 500 cc de cabida.

- Por "presión inicial" se entiende la presión de anhídrido carbónico en la autoclave antes de empezar el calentamiento. No obstante, teniendo en cuenta la temperatura crítica del anhídrido carbónico, esta presión se ajustó en todos los casos a 50° C. Por "presión final" se entiende la presión máxima observada a la temperatura de reacción de que se trate.
5. En muchos casos se aplicó a la autoclave un colector de vidrio. Esto se indica cada vez en los ensayos que siguen.
10. Para la elaboración final de la mezcla reaccional se disolvió el producto bruto en agua y se le filtró en caliente. Después del enfriamiento se trató el filtrado, para acidificarlo, con un cambiador de cationes granulados, en forma ácida, mientras se agitaba, con lo cual el anhídrido carbónico pudo escapar sin espumación perturbadora. A continuación se separó por filtración el cambiador de iones y se hizo pasar la solución acuosa de los ácidos estereopolicarboxílicos, para la conversión completa en la forma ácida, por una columna fresca cambiadora de cationes. El eluato se evaporó en vacío hasta sequedad. El rendimiento total de los ácidos estereopolicarboxílicos obtenidos de este modo corresponde a la composición analítica de la mezcla reaccional.
15. 20. 25.

La composición analítica de los ácidos estereopolicarboxílicos obtenidos se determinó, después de esterificar los ácidos con diazometano para formar los éste-



res metílicos, por cromatografía gaseosa de estos ésteres metílicos. De las fracciones individuales puras obtenidas por destilación o por cromatografía gaseosa se averiguaron los datos analíticos acostumbrados.

5. En las tablas de los ejemplos que siguen, los diversos símbolos o siglas tienen el significado siguiente:

- Pres. in. = Presión inicial de anhídrido carbónico en atmósferas absolutas, medida a 50^o C
10. Pres. f. = Presión final de anhídrido carbónico a la temperatura de reacción de que se trate
- Temp. = Temperatura de reacción en ^oC, medida en el espacio gaseoso
- Comp. T.Ac.% = Composición del total de ácidos carboxílicos de la mezcla reaccional, %
15. DG = Acido diglicólico
- MDG = Acido metildiglicólico
- MOR = Acido metoxiacético
- DOE = Acido dodeciloxiacético
20. CMT = Acido carboximetiltartrónico
(ácido 2-oxa-propan-1,1,3-tricarboxílico)
- DT = Acido ditartrónico
(ácido 2-oxa-propan-1,1,3,3-tetracarboxílico)
- OBT = Acido 2-oxabutan-1,1,3-tricarboxílico
25. MS = Acido malónico
- MOM = Acido metoximalónico
- DOM = Acido dodeciloximalónico
- N = Productos secundarios.

En los ejemplos caracterizados con "x", después



de dos horas de reacción se excluyó, por suelta del anhídrido carbónico, el alcohol formado. A continuación se estableció a 250-260^o C, con anhídrido carbónico fresco, una presión de 150 atmósfera absolutas y se dió fin a la reacción en el curso de una hora más a la temperatura indicada.

5.

Ejemplos 1 a 3 (Colector de vidrio)

Preparación: 21,0 g de sal dipotásica del ácido diglicólico (0,1 mol)

10.

14,7 g de carbonato metálico de sodio (0,15 moles) y
4,0 g de Aerosil.

Duración del calentamiento: El número de horas indicado a la temperatura de reacción.

15.

Los resultados de los ensayos figuran en la Tabla 1 que sigue.

TABLA 1

| Ejemplo | Presión inicial | Presión final | Temp. °C | Comp. T.Ac % |
|----------------|-----------------|------------------|----------|---|
| 1 ^x | 270 | 950/2h 200/1h | 270 | 44,3 de DG; 44,5 de CMT; 6,0 de DT; 5,2 de MS + N |
| 20. 2 | 270 | 830/1h | 270 | 58,8 de DG; 32,9 de CMT; 5,5 de DT; 2,8 de MS + N |
| 3 ^x | 270 | 840/2h 170/1h | 250 | 54,4 de DG; 38,5 de CMT; 5,8 de DT; 1,3 de MS + N |

Ejemplo 4

25.

Preparación: 17,8 g de sal disódica del ácido diglicólico (0,1 mol)



14,7 g de carbonato metílico de sodio
 (0,15 moles) y
 4,0 g de Aerosil.

Duración del calentamiento: 3 horas a la temperatura de
 reacción.

5.

Los resultados de ensayo figuran en la Tabla 2 que sigue.

TABLA 2

| Ejemplo | Presión inicial | Presión final | Temp. °C | Comp. T.Ac. % |
|----------------|-----------------|------------------|----------|--|
| 4 ^x | 270 | 800/2h 180/1h | 270 | 56,1 de DG; 33,0 de CMT; 10,9 de MS+N |

10.

Ejemplo 5

Preparación: 21,0 g de sal dipotásica del ácido diglicólico (0,1 mol)

23,4 g de carbonato butílico de potasio
 (0,15 moles) y

15.

4,0 g de Aerosil.

Los resultados del ensayo están expuestos en la Tabla 3.

TABLA 3

| Ejemplo | Presión inicial | Presión final | Temp. °C | Comp. T. Ac % |
|----------------|-----------------|-------------------|------------|--|
| 5 ^x | 270 | 1060/2h 200/1h | 270 270 | 26,8 de DG; 52,8 de CMT; 14,0 de DT; 6,4 de M + N |

20.

Ejemplo 6

Preparación: 21,0 g de sal dipotásica del ácido diglicólico (0,1 mol)

21,0 g de carbonato butílico de sodio
 (0,15 moles) y

25.

4,0 g de Aerosil.



Los resultados del ensayo están expuestos en la Tabla 4 que sigue.

TABLA 4

| Ejemplo | Presión inicial | Presión final | Temp. °C | Comp. T. Ac % |
|-------------------|-----------------|------------------|------------|--|
| 5. 6 ^x | 270 | 700/2h 180/1h | 270 270 | 47,5 de DG; 42,2 de CMT; 4,1 de DT; 6,2 de M + N |

Ejemplo 7

Preparación: 21,0 g de sal dipotásica del ácido diglicólico (0,1 mol)

17,0 g de carbonato motílico de potasio (0,15 moles) y

10.

4,0 g de Aerosil.

Los resultados del ensayo se consignan en la Tabla 5 que sigue.

TABLA 5

| Ejemplo | Presión inicial | Presión final | Temp. °C | Comp. T. Ac % |
|--------------------|-----------------|------------------|------------|--|
| 15. 7 ^x | 300 | 770/2h 190/1h | 270 270 | 41,4 de DG; 43,7 de CMT 6,8 de DT; 8,1 de M + N |

Ejemplo 8

Preparación: 21,0 g de sal dipotásica del ácido diglicólico (0,1 mol)

20.

23,4 g de carbonato butílico terciario de potasio (0,15 moles) y

4,0 g de Aerosil.

Los resultados del ensayo se consignan en la Tabla 6 que sigue.



TABLA 6

| Ejemplo | Presión inicial | Presión final | Temp. °C | Comp. T. Ac % |
|----------------|-----------------|------------------|------------|---|
| 8 ^x | 270 | 880/2h 190/1h | 270 270 | 42,8 de DG; 42,3 de CMT 8,9 de DT; 6,0 de M + N |

5.

Ejemplo 9

Preparación: 21,0 g de sal dipotásica del ácido diglicólico (0,1 mol)

14,7 g de carbonato metílico de sodio (0,15 moles) y

10.

4,0 g de Aerosil.

Este ensayo se efectuó en ausencia de anhídrido carbónico. Para establecer condiciones de presión comparables, se aplicó primeramente a 50° C una presión de nitrógeno de 50 atmósferas absolutas. Al cabo de dos horas de reacción, se soltó el gas y se le reemplazó a 260° C por nitrógeno fresco. Los resultados de este ensayo se exponen en la Tabla 7.

15.

TABLA 7

| Presión inicial | Presión final | Temp. °C | Comp. T. Ac % |
|-----------------|---------------|----------|---------------------------------------|
| 50 | 180/2h | 270 | 85,0 de DG; 10,8 de CMT; 4,2 de M + N |

20.

Ejemplo 10

Preparación: 23,5 g de sal dipotásica del ácido motildiglicólico (0,1 mol)

23,4 g de carbonato butílico de potasio (1,05 moles) y

25.

4,0 g de Aerosil.



Los resultados del ensayo están consignados en la Tabla 8 que sigue.

TABLA 8

| Ejemplo | Presión inicial | Presión final | Temp. °C | Comp. T.Ac % |
|--------------------|-----------------|------------------|------------|------------------------------------|
| 5. 10 ^x | 270 | 890/2h 180/1h | 270 270 | 63,5 de MDG; 29,9 de OBD; 6,6 de N |

Ejemplo 11

- Preparación: 3,5 g de sal potásica del ácido motoxiacético (0,027 moles)
5,6 g de carbonato butílico de potasio (0,04 moles) y
1,1 g de Aerosil.
- 10.

Los resultados del ensayo están expuestos en la Tabla 9 que sigue.

TABLA 9

| Ejemplo | Presión inicial | Presión final | Temp. °C | Comp. T.Ac % |
|---------------------|-----------------|------------------|------------|-------------------------------------|
| 15. 11 ^x | 270 | 970/2h 190/1h | 270 270 | 50,1 de MOE; 37,6 de MOM; 12,3 de N |

Ejemplo 12

- Preparación: 12,8 g de sal potásica del ácido motoxiacético (0,1 mol)
21,0 g de carbonato butílico de sodio (0,15 moles) y
4,0 g de Aerosil.
- 20.

Los resultados de este ensayo se exponen en la Tabla 10 que sigue.

25.



TABLA 10

| Ejemplo | Presión inicial | Presión final | Temp. °C | Comp. T. Ac % |
|-----------------|-----------------|------------------|------------|-------------------------------------|
| 12 ^x | 270 | 910/2h 190/1h | 270 270 | 66,6 de MOE; 20,7 de MOM; 12,7 de N |

5.

Ejemplo 13

Preparación: 14,1 g de sal potásica del ácido dodeciloxiacético (0,05 moles)
8,6 g de carbonato metílico de potasio (0,075 moles) y
3,0 g de Aerosil.

10.

Los resultados del ensayo están expuestos en la Tabla 11 que sigue.

TABLA 11

| Ejemplo | Presión inicial | Presión final | Temp. °C | Comp. T. Ac % |
|---------------------|-----------------|------------------|------------|-----------------------------------|
| 15. 13 ^x | 270 | 750/2h 160/1h | 270 270 | 89,9 de DOE; 9,5 de DOM; 0,6 de N |

REIVINDICACIONES

Se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones:

20. 1. Procedimiento para la preparación de ácidos estereopolicarboxílicos, caracterizado por hacerse reaccionar con anhídrido carbónico ácidos estereocarboxílicos de la fórmula general



en la que

25. R representa un radical alquílico de 1 a 22





átomos de carbono, que puede ser de cadena lineal o ramificada y estar substituído por grupos de hidróxilo o carboxilo o interrumpido por átomos de oxígeno y

5. R' representa hidrógeno o un radical alquílico inferior de 1 a 4 átomos de carbono, en forma de sus sales alcalinas, a temperaturas de 200 a 350° C y preferentemente de 250 a 300° C, bajo presión, en presencia de alquilcarbonatos de metal alcalino y eventualmente de catalizadores de metal pesado, así como de diluentes indiferentes, y convertirse eventualmente de manera conocida en el ácido libre la sal alcalina formada del ácido estereopolicarboxílico.
10. 2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por emplearse alquilcarbonato de sodio.
15. 3. Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado en que el alcohol que forma la base del alquilcarbonato de metal alcalino es un alcohol alifático de 1 a 4 átomos de carbono.
20. 4. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por emplearse metilcarbonato de sodio.
5. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado por efectuarse la reacción con exclusión de cantidades apreciables de agua y de oxígeno.
25. 6. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado por excluirse a intervalos de la mezcla reaccional el alcohol formado durante la reacción.
7. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado por añadirse a la mezcla reaccional una





pequeña cantidad de un alcohol alifático de peso molecular bajo o de carbonato de dietilo.

5. 8. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado porque particularmente se emplea ácido diglicólico en concepto de ácido estereocarboxílico de partida en la consecución especial del ácido carboximetilatrónico.

9. Procedimiento para la preparación de ácidos estereopolicarboxílicos.

10. Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva, que consta de 20 páginas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 21 OCT. 1974

p. a. J AIME ISERN

p. p.

Firmado: JCSE L. MORA

