

443039

443039
Int. Cl.: C07C; C07B

PATENTE DE INVENCION

por veinte años,

para todo el territorio español, por "PROCEDIMIENTO DE OBTENCION DE ACIDOS ORGANICOS MERIANTE OXIDACION SELECTIVA DE CARBOHIDRATOS", cuyo privilegio se soli-

COMUNICADA
1976

cita a favor de LABORATORIO DE APLICACIONES FARMACODINAMICAS, S. A., entidad nacional, residente en BARCELONA, calle Grassot nº 16 y cuyos inventores son

los señores Don Jaime Font Marfá, Don Javier Font Salgado, Don Sebastián Julió Arechaga y Doña Mercedes Manresa Nubiola, (estos dos últimos pertenecientes al Instituto Químico de Sarriá), todos ellos de nacionalidad española, los cuales han cedido todos sus derechos a la firma solicitante.

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente Patente de Invención tiene por objeto, conforme indica su enunciado, un procedimiento básico para la obtención de ácidos orgánicos y sus variantes con carácter selectivo, según se describe en el trans-

POOR QUALITY

curso de la presente Memoria, para la obtención de ácidos orgánicos como, Sacárico, Oxálico, Dioxisuc-
cínico, Glucorónico, partiendo de carbohidratos de
origen natural como Azúcares, Dextrosa, Glucosa, Fé-
culas o Almidón.

5

Las ventajas que se obtienen con el empleo del
procedimiento que se preconiza son las de poder se-
leccionar, y por tanto obtener con excelente pureza,
los ácidos anteriormente citados de forma que si se
pretende obtener principalmente uno de ellos pueda
conseguirse con las máximas condiciones de rendimien-
to.

10

El procedimiento que motiva la presente Memoria
consiste en una oxidación con ácido Nítrico y, even-
tualmente, adición de sulfúrico en presencia de cata-
lizadores, tales como Molibdeno, Vanadio, Manganeso,
Mercurio, Cobre, Platino en formas ácidas, como óxi-
dos o sales, respectivamente, que se citan a título
de ejemplo y no con carácter de exclusividad.

15

20

La elección del catalizador o mezcla de varios de
ellos, así como el control de la temperatura a mante-
ner durante la reacción de oxidación, son los facto-
res fundamentales para conseguir un mayor o menor
rendimiento en la obtención de cada uno de los áci-
dos que se van formando, citados al principio de la

25

presente Memoria.

5 La reacción en sus primeras fases producirá ácidos tales como Glucorónico y Sacárico, que puedan desdoblarse a su vez en otros ácidos con 5, 4 y 3 Carbonos, decantándose posteriormente la producción hacia ácidos de 2 Carbonos, obteniéndose en último término dióxido de Carbono.

10 El carbonhidrato elegido se trata con el agente oxidante en presencia del catalizador o mezcla de varios de ellos en un reactor provisto de sistema calefactor, refrigerador y conductor de gases al exterior. En el caso de que el agente oxidante sea ácido Nítrico, es posible recuperar los óxidos de Nitrógeno y poder regenerar el ácido.

15 Como ejemplo de selectividad del catalizador, puede indicarse que en el caso de la utilización de óxido de Manganeso se consigue evitar la formación del ácido Oxálico y que la utilización de ácido Melfódico no destruya su formación y permite la de otros ácidos.

20 Para que la reacción se inicie, se requiere un ligero y gradual calentamiento hasta producir una rápida elevación de la temperatura que debe controlarse por el sistema de refrigeración, a fin de evitar su violencia y conseguir mantenerla por debajo de 95/100

25

2C aproximadamente. De ello dependerá el grado de oxidación y por tanto, el tipo de ácido preferentemente obtenido.

5 Se mantiene la reacción hasta que la detección de óxidos de Nitrógeno sea negativa, lo cual puede hacerse, por ejemplo, a base de papel indicador Yodo-Almidón, enfriándose la mezcla resultante, con lo que pueden obtenerse precipitados de los ácidos formados menos solubles que podría ser, en caso de que las variantes de la reacción lo permitieran, el oxálico separados por filtración y de la solución precipitarse las sales de otros ácidos producidos, las de menor solubilidad primero y posteriormente las otras.

10

Para estas precipitaciones se utilizan Carbonatos de Calcio, de Zinc y de Potasio, con los que se trata el resultado de la reacción hasta que prácticamente no se produzca efervescencia.

15

Con el fin de obtener productos finales de mayor pureza, se ha podido comprobar la necesidad de purificar inicialmente los primeros precipitados a base de lavarlos con disolventes orgánicos como el alcohol etílico o incluso agua.

20

Estas operaciones provocan una importante pérdida en el rendimiento, que puede evitarse, por lo menos en parte, con recuperaciones en líquidos de lavado y

25

recristalizaciones. A modo de aclaración se indica que la precipitación en las soluciones procedentes de la reacción no acostumbra a ser total de forma inmediata, sino que puede recuperarse más cantidad al cabo de cierto tiempo transcurrido desde la separación de la primera precipitación.

5

Una vez obtenido este precipitado de forma selectiva según el ácido que se pretenda producir, pueden tratarse las sales producidas directamente con ácido sulfúrico para liberar el ácido correspondiente.

10

De otra forma, a partir de la primera precipitación, en según que casos es necesario obtener otras sales intermedias para conseguir una mejor selectividad en la obtención de un determinado ácido que en la última fase se produce de igual forma, liberándolo con ácido Sulfúrico.

15

A título de ejemplo ilustrativo, en el caso de pretender una mayor selectividad hacia el ácido de 4 Carbonos, se ha observado es más efectivo una primera precipitación de la sal potásica que, previamente purificada mediante lavados y recristalizaciones se trata con sales de Calcio para liberar finalmente, el citado ácido mediante ácido Sulfúrico.

20

Dada la importancia, ya comentada anteriormente, de la purificación a efectuar en los pasos intermedios,

25

se han ido haciendo comprobaciones analíticas a base de espectrofotometrías, para lo que se han confeccionado los patrones necesarios de las sales y ácidos correspondientes que se van contrastando con los diferentes productos obtenidos de las precipitaciones y purificaciones.

Descrita suficientemente la invención, debe hacerse constar que la misma es susceptible de cuantas modificaciones de detalle se estimen convenientes, siempre que no alteren su fundamento, a cuyo fin se declara de entera novedad, quedando resumida en las siguientes reivindicaciones que constituyen la siguiente:

NOTA REIVINDICATORIA

1ª - "PROCEDIMIENTO DE OBTENCION DE ACIDOS ORGANICOS MEDIANTE OXIDACION SELECTIVA DE CARBOHIDRATOS", caracterizado en una oxidación de carbohidratos de origen natural, mediante ácidos y en presencia de catalizadores.

2ª - Procedimiento, según la anterior reivindicación, caracterizado porque la solución que contiene el ácido o mezcla de ácidos resultantes de la anterior operación y según sea el resultado final deseado, se trata con carbonatos hasta la neutralización casi completa.

3ª - Procedimiento, según las anteriores reivin-

dicaciones, caracterizado porque se consigue una precipitación selectiva de las sales de los ácidos resultantes de la oxidación.

5 4* - Procedimiento, según la anterior reivindicación, caracterizado porque se purifica mediante lavados y recristalizaciones, el precipitado o precipitados obtenidos, controlándose analíticamente por espectrofotometría dicha purificación.

10 5* - Procedimiento, según las anteriores reivindicaciones, caracterizado porque el precipitado obtenido es purificado y tratado con ácido Sulfúrico para liberar el ácido, que al ser filtrado y tratado con mayor cantidad de carbonato y habiéndose separado ya la sal de ácidos menos solubles, precipitan los de mayor
15 solubilidad.

20 6* - Procedimiento, según la anterior reivindicación, caracterizado porque se liberan de igual forma con ácido Sulfúrico, los ácidos de las sales con mayor solubilidad, previa la correspondiente purificación de la sal.

25 7* - Procedimiento, según las anteriores reivindicaciones, caracterizado porque, para una mejor selectividad según el ácido a obtener, se requiere una fase intermedia consistente en la obtención de sal cálcica a partir de la primera precipitación indicada en nota

reivindicatoria 2ª, que en este caso debe ser de Potasio.

8ª - "PROCEDIMIENTO DE OBTENCION DE ACIDOS ORGANICOS MEDIANTE OXIDACION SELECTIVA DE CARBOHIDRATOS".

5 Todo tal y conforme queda descrito y reivindicado en la Memoria Descriptiva que antecede y que consta de ocho hojas escritas a máquina en una sola de sus caras.

MADRID, 28 de Noviembre de 1.975

LABORATORIO DE APLICACIONES
FARMACODINAMICAS, S.A.

P.A.

M.ª CARMEN BORGANES MANONELLES

P. P


Fdo. Juan Antonio Morgades Manonelles