

PATENTE DE INVENCION.

SC.584.

169028



169028

23 FEB 1928

MEMORIA DESCRIPTIVA

sobre:

"Procedimiento para el aislamiento de la piperazina".

===

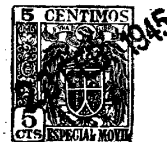
Solicitante: SOCIÉTÉ DES USINES CHIMIQUES RHONE-POULENC,  
residentes en: 21, rue Jean Goujon, Paris, Francia.

===

En la preparación de la piperazina por uno de los procedimientos conocidos (por ejemplo, partiendo del cloruro de etileno y del amoniaco, de la difenilpiperazina, de la dietil-enotriamida, de la dietanolamina, de la monoetanoletilenodiamina, etc.) se obtiene la piperazina en mezcla con otras bases orgánicas y sales minerales. Se aísla la piperazina pura, ya sea por fraccionamientos repetidos de las mezclas de bases, o bien por precipitación de la dinitrosopiperazina, que se hidroliza despues en sal de piperazina, ya sea por medio de reactivos que dan con la piperazina sales insolubles tales como el oxalato.

Se ha descubierto que el clorhidrato de piperazina da con el cloruro de amonio una sal doble de composición  $2 \text{HCl} \cdot \text{C}_4\text{H}_{10}\text{N}_2 \cdot \text{NH}_4\text{Cl} \cdot \text{H}_2\text{O}$  que es poco soluble en presencia de un exceso de cloruro de amonio. Por consiguiente la presente invención consiste en un procedimiento de aislamiento de la

169028



- 2 -

piperazina, segun el cual se añade un exceso suficiente de cloruro de amonio a una solución acuosa que contiene clorhidrato de piperazina, mezclado con otros clorhidratos de bases orgánicas, y con sales minerales; se precipita así la piperazina de un modo prácticamente total en forma de sal doble cristalizada y fácilmente filtrable.

El bromohidrato de piperazina da igualmente una sal doble insoluble con el bromuro de amonio, sal doble que se utiliza tambien para el aislamiento de la piperazina.

La presente invención permite en particular, aislar con facilidad la piperazina obtenida en la condensación en caliente del clorhidrato de monoetanolamina.

Los ejemplos que vienen a continuación, no limitativos, sirven para ilustrar la aplicación del invento, estando tomadas las partes en peso.

EJEMPLO 1.- Se extrae la piperazina de 460 partes en peso de una mezcla que contiene 181 partes de clorhidrato de piperazina, 100 partes de cloruro de magnesio, de cloruro de amonio y de clorhidratos de monoetanolamina y otras bases orgánicas, obtenida por condensación en caliente de 488 partes de clorhidrato de monoetanolamina en presencia de 100 partes de cloruro de magnesio. Se disuelve la mezcla en 100 partes de agua y se disuelve en ella en caliente 200 partes de cloruro de amonio y se enfría. El precipitado cristalizado de clorhidrato doble de piperazina y de amonio se seca y lava con una solución de cloruro de amonio a 250 gr. por litro. Se obtienen 270 partes de un precipitado que contiene 35,8% de piperazina y compuesto de 259,5 partes de sal doble y de 10.5 partes de cloruro de amonio. Destilando esta sal doble en presencia de sosa, se obtiene una solución de la base piperazina pura e

169028

- 3 -



incolora.

Las aguas-madres de la cristalización de la sal doble están concentradas a  $2/3$  de su volumen. Se obtiene un segundo precipitado, 128 partes que contienen 1% de piperazina y compuesta de 3,4 partes de clorhidrato doble y de 124,6 partes de cloruro de amonio.

El rendimiento en clorhidrato doble es cuantitativo.

EJEMPLO 2.- Se extrae la piperazina de una solución resultante del tratamiento de la difenilpiperazina por los procedimientos conocidos (nitrosación, tratamiento con bisulfito, hidrolisis en medio ácido), 1.170 litro de esta solución conteniendo 12.06 gr. de piperazina se concentra hasta un volumen de 300 cc. y se refrigera. Se secan las sales minerales que cristalizan y se las lava con un poco de agua fría. El producto filtrado muy ácido se lleva a un valor pH = 2 por 120 cc de amoniaco concentrado, al que se añade 150 gr. de cloruro de amonio, recalentado en disolución y refrigerado. Se seca el precipitado que se forma (136 gr.) que contiene 11.72 gr. de piperazina en forma de su clorhidrato doble, mezclado con el cloruro de amonio. Las aguas madres no contienen más que 0,34 gr. de piperazina.

N O T A.

Habiendo ya descrito ampliamente la naturaleza del invento y su realización en la práctica se hace constar que las disposiciones anteriormente descritas son susceptibles de ligeras modificaciones de detalle sin que se altere por ello su esencialidad. También se hace constar que dicho invento se refiere a la patente francesa de fecha 21 de Abril de 1944, señalada con el n° 490.183, acogiéndose, por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia

169028



1945

- 4 -

de dicho invento y por lo que se solicita patente de invención por veinte años en España es por: "PROCEDIMIENTO PARA EL AISLAMIENTO DE LA PIPERAZINA": caracterizándose por lo siguiente:

1°.- Procedimiento para el aislamiento de la piperazina, caracterizándose porque se añade un exceso suficiente de cloruro de amonio a una solución acuosa que contiene clorhidrato de piperazina, mezclado con otros clorhidratos de bases orgánicas, y con sales minerales.

2°.- Procedimiento para el aislamiento de la piperazina, caracterizándose porque se obtiene la piperazina en forma de sal doble cristalizada y fácilmente filtrable.

3°.- Procedimiento para el aislamiento de la piperazina caracterizándose porque se obtiene igualmente una sal doble insoluble con el bromuro de amonio, partiendo de bromohidrato de piperazina.

4°.- Procedimiento para el aislamiento de la piperazina, según queda substancialmente descrito en la presente memoria.

Esta memoria consta de cuatro hojas escritas por una sola cara.

Madrid, 23 de Febrero de 1945.

SOCIETE DES USINES CHIMIQUES  
RHONE-POULENC.

Por Poder de J. GOMEZ ACEBO