

- es decir, una sucesión de reacciones de oxietilación del amoniaco, de la mono, di y trietanolamina. La Sociedad solicitante ha establecido el porcentaje, en equilibrio de dichas tres aminas en función de la relación molecular amoniaco : óxido de etileno empleado. Las curvas de la fig. 1 del dibujo adjunto representan estos resultados expresados en moles-%, para la temperatura de 15° C., la relación molecular amoniaco:óxido de etileno y la concentración en moles % indicándose en abscisas y en ordenadas respectivamente. Las curvas a, b y c representan las concentraciones en moles -% de monoetanolamina, dietanolamina y trietanolamina respectivamente, en función de la relación molecular amoniaco:óxido de etileno.

- Para una relación molecular amoniaco:óxido de 5/1 ,por ejemplo, se obtiene a una concentración de un 11% una mezcla de aminas cuya composición molar es de 57% en mono, 28% en di y 15% en trietanolamina, o sea en peso 40% de mono, 34% de di- y 26% de trietanolamina.

En la fig. 2, las curvas a, b, y c, representan las cantidades de las tres aminas formadas para diferentes relaciones molares amoniaco: óxido de etileno, por el empleo de 1 mol. de óxido.

- La curva d representa la cantidad de monoetanolamina que se ha de añadir para la anulación de su formación en función de la relación molar de los reactivos, mientras que la curva e representa la cantidad de amoniaco en exceso, no transformada al fin de la reacción.

- Las curvas a, b, c y d deben leerse haciendo

205584

- 3 -



referencia a la escala de ordenadas: moles de amina por mol de  $C_2H_4O$ , (0 a 1,3), mientras que la escala de ordenadas: <sup>moles de</sup> amoniaco en exceso, (0 a 10) se refiere únicamente a la curva (amoniaco).

45. Es con una relación molecular, amoniaco: óxido de 5/1 (vease fig. 1) con la que se forma una mayor proporción de dietanolamina permaneciendo, sin embargo, relativamente débil con relación a la monoetanolamina.

50. Ahora bien, dicha dietanolamina constituye una materia prima importante para la depuración de los gases de petróleo y para la preparación de diversos productos. Es pues conveniente aumentar la producción de amina secundaria a partir del óxido de etileno empleado.

55. En su solicitud de patente nº 182.531 de 20 de febrero de 1948, sobre "Procedimiento de preparación de alcanolaminas", la sociedad solicitante ha demostrado que se puede anular la formación de la amina secundaria en beneficio de la amina terciaria, añadiendo a los reactivos empleados una cantidad definida de amina secundaria, debiendo ser dicha cantidad superior a la que se formaría, sin la referida adición en las mismas condiciones.

60. La sociedad solicitante ha efectuado igualmente investigación con objeto de averiguar si era posible aumentar la producción de amina secundaria, actuando de modo que se disminuya, o hasta llegar a anular, la formación de amina primaria, mediante adición a los reactivos empleados, de una cantidad de dicha amina primaria igualmente superior a la que se formaría sin dicha adición en las mismas condiciones.

70. Si se añade a la mezcla reaccional amoniaco : óxido

205584

- 4 -



75. de etileno una cantidad de monoetanolamina, igual a la que se forma en equilibrio para un exceso dado de amoniaco, o sea 0,25 mol de monoetanolamina para una relación molecular amoniaco : óxido de 3/1 , 0,35 mol de monoetanolamina para una relación de 5/1 y 0,50 mol de monoetanolamina para una relación 10/1 , cantidades expresadas con relación a una mol de óxido de etileno empleado (fig. 2, curva a), se hallan aún al final del ensayo, respectivamente, 11, 18 y 35 gr. de monoetanolamina para 100 gr. de aminas formadas en las condiciones operatorias citadas anteriormente.
80. Se comprueba ,pues, que en este caso tambien, la cantidad de monoetanolamina a añadirse debe ser superior a la que se forma al equilibrio. En efecto, solamente por el empleo de 0,29 a 0,65 y 1,3 mol. respectivamente de monoetanolamina para relaciones moleculares amoniaco : óxido de etileno de 3/1 , 5/1 y 10/1, una mol. de óxido introducida se transforma únicamente en di- y trietanolamina (fig. 2 curva d).
85. En su solicitud de patente de 20 de febrero de 1948, la sociedad solicitante ha descubierto que la cantidad de dietanolamina que es preciso añadir a la mezcla reaccional, para anular toda formación de dietanolamina, <sup>no</sup> está en relación con la correspondiente en equilibrio, sino con la cantidad de monoetanolamina que se forma en equilibrio. Ahora bien, en el presente caso, se ha efectuado una comprobación completamente análoga; la cantidad de monoetanolamina que es preciso añadir a la mezcla reaccional ,para anular toda formación de monoetanolamina, está en relación, no con la cantidad de monoetanolamina correspondiente en equilibrio, sino con la cantidad de amoniaco empleada.
90. 100.



20 SEP

105. Por comparación con los valores indicados sobre las curvas d y e de la fig. 2, se comprueba que la cantidad de monoetanolamina que se ha de añadir para anular su formación, es igual a una 0,14 vez la cantidad <sup>molar</sup> de amoniaco no transformada al final de la reacción.

110. Con adiciones de monoetanolamina inferiores a las que se han citado anteriormente, el óxido se transforma en una mezcla de las tres aminas, siendo la proporción de la amina primaria formada, inferior a la del equilibrio representado sobre la fig. 1.

115. La presente invención permite pues obtener al principio óxido de etileno, y amoniaco en solución acuosa, una mezcla de las tres etanolaminas y reducir a voluntad y hasta anular, la cantidad de monoetanolamina formada añadiendo a los reactivos empleados, una cantidad predeterminada de monoetanolamina, estando esta cantidad en relación con el exceso de amoniaco empleado.

#### EJEMPLOS.

120. Se introducen, por hora, en modo continuo, en un aparato de reacción mantenido a 15° C., por una parte 44 partes (en peso) de óxido de etileno y por otra parte, 235 partes de solución amoniacal de densidad 0,92, adicionadas de 24 partes de monoetanolamina. El producto de la reacción se extrae de modo continuo.

125. Después que se ha eliminado el amoniaco en exceso y el agua, la mezcla reaccional contiene, abstracción hecha de la monoetanolamina empleada: 45% en peso de di- y 55% en peso de trietanolamina.

130. Los datos relativos a los otros ejemplos se indican en el cuadro siguiente:

# 205584

- 6 -



		Kg. óxido de etileno.	Kg. solución amoniacal D = 0,92	Kg. mono-etanolamina.	Composición % en peso de las etanolaminas formadas.		
					Mono-	Di-	Tri-
135.	Ej. 1	44	235	24	0	45	55
	Ej. 2	44	390	40	0	60	40
	Ej. 3	44	780	80	0	75	25
	Ej. 4	44	390	30	10	50	40

140. En el ejemplo 4, la cantidad de monoetanolamina añadida es inferior a la que se añadió en el ejemplo 2, y se forma también monoetanolamina en dichas condiciones.

Los anteriores ejemplos ilustran claramente las ventajas del procedimiento según la invención.

145. Este procedimiento ofrece una sencillez de marcha muy apreciable y permite en efecto la preparación de etanolaminas

- 1) sin formación de monoetanolamina, con producción de proporciones variables de di- y trietanolamina en función de la relación molecular amoníaco : óxido empleado, para una relación

150. 3/1 : 45% de di- y 55% de trietanolamina

5/1 : 60% de di- y 40% de trietanolamina

10/1 : 75% de di- y 25% de trietanolamina

- 2) con formación de monoetanolamina, dosificando la cantidad de monoetanolamina a añadir en función de la cantidad de esta amina que se desee producir.

155.

Dichas ventajas van asociadas a una ejecución especialmente sencilla.

La invención no se limita evidentemente a los ejemplos que preceden, por el contrario es aplicable sea

160. cual fuere la relación molar amoníaco : óxido y la concentración de la solución en amoníaco, y se efectúa a la tempera-

- 7 - 205584



30 SEP. 1952

tura indicada o a temperaturas inferiores o superiores, a la presión atmosférica o a presiones superiores, de modo continuo o discontinuo.

165.

N O T A

Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle, en

170.

cuanto no alteren su principio fundamental, siendo lo que constituye su esencia y por lo que se solicita Patente de Introducción, por 10 años en España: "Procedimiento para la obtención de una mezcla de di- y trietanolaminas"; caracterizándose por lo siguiente:

175.

1º.= Procedimiento para la obtención de una mezcla de di- y trietanolaminas, por reacción de óxido de etileno con amoniaco en solución acuosa, caracterizándose porque con objeto de impedir o de limitar la formación de monoetanolamina, se añade a los reactivos empleados, una cantidad de

180.

dicha amina que es superior a la cantidad que se formaría sin dicha adición en las condiciones consideradas.

185.

2º.= Procedimiento, según reivindicación 1ª, caracterizándose porque se añade a los reactivos empleados una cantidad de monoetanolamina igual a una 0,14 veces la cantidad molar de amoniaco no transformado al final de la reacción.

190.

3º.= Procedimiento para la obtención de una mezcla de di- y trietanolaminas, tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria e ilustrado en el adjunto dibujo.

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

Madrid, 30 de septiembre de 1952.  
SOCIÉTÉ CARBOCHIMIQUE, S.º A.º  
P.º de J. GOMEZ ACEDO

Fig. 1.

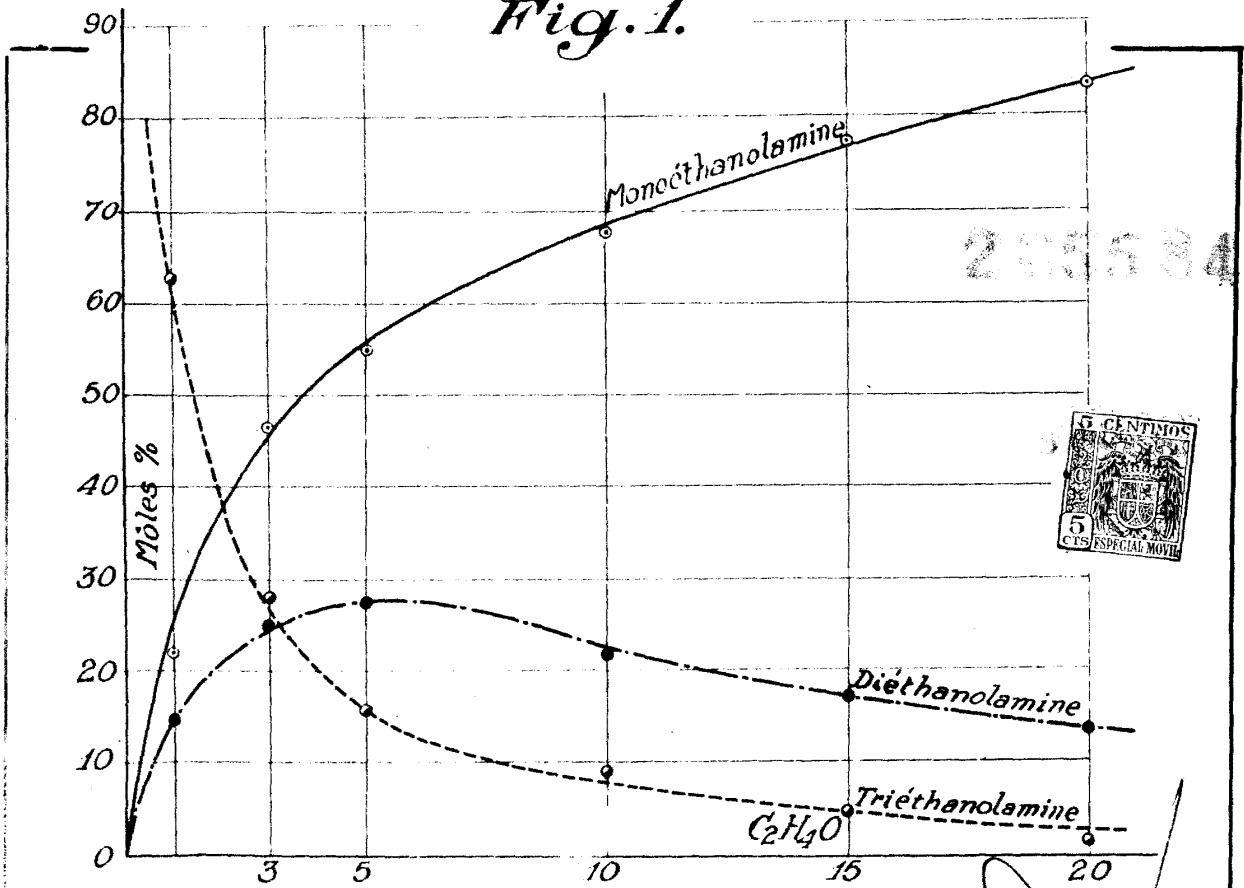


Fig. 2.

