



1 SEP

270205

P A T E N T E D E I N V E N C I O N

por VEINTE años

cuyo privilegio se solicita para España y todos sus territorios y plazas de soberanía, a favor de :

SINTEX ORGANICO INDUSTRIAL, S.A.

entidad española, domiciliada en Barcelona, calle Agricultura, núm. 99-103, relativa a :

"MEJORAS EN LA OBTENCION DE AMINAS TERCIARIAS".

=====



La presente Patente de Invención se contrae, conforme se indica en su enunciado, a unas mejoras en la obtención de aminas terciarias. - - - - -

5. Esencialmente las presentes mejoras se caracterizan por el hecho de que partiendo de una sal de amonio cuaternario, en la que por lo menos uno de los radicales ligados al nitrógeno sea un grupo etanol, se descompone ésta, por medio de una solución de alcalí cáustico, en orden a obtener optativamente una amina terciaria, la cual presenta un grupo etanol menos que la sal de amonio cuaternario de origen. - - - - -

10. Otra característica de la invención consiste en el hecho de que la cantidad de alcalí cáustico empleada en la reacción de descomposición es, de preferencia, superior a la estequiométricamente necesaria, siendo aquella del orden del 200 por ciento o más de ésta última. - - -

15. Y, una característica más de la invención consiste en el hecho de que la reacción de descomposición de la sal de amonio cuaternario por el alcalí cáustico se lleve a cabo a temperaturas comprendidas entre 120 y 160°C. - - - - -

20. Para facilitar la comprensión de las ideas precedentes, dando a conocer al propio tiempo diversos detalles de orden específico, se describen seguidamente unos ejemplos de realización de las presentes mejoras, debiendo ser interpretados como desprovistos de todo alcance limitativo respecto a la amplitud de la protección legal que

25.

270205

se solicita. - - - - -

30. EJEMPLO I

En él se describe la obtención de la N,N dime-
til N bencil amina. - - - - -

35. Para ello se parte de una sal de amonio cuater-
nario, en el presente caso el cloruro de etanol bencil
dimetil amonio, obtenido por reacción entre la NN dime-
til etanol amina y el cloruro de bencilo. - - - - -

40. Disponiendo de dicha sal de amonio cuaternario,
ya sea por obtención "in situ" de la misma, ya sea por
adquisición en el mercado, se procede a la descomposición
de la misma con solución concentrada de Na OH. - - - - -

45. En un balón de tres bocas, se disuelven 350 gr.
de Na OH, equivalentes a 6,95 moles, en 350 cc. de agua.
En una de las bocas se coloca un termómetro con su bulbo
sensible sumergido en la solución caústica; en otra boca
se coloca un embudo de decantación y en la restante una
salida conectada a un refrigerante dispuesta para conden-
sar los vapores que se destilen. - - - - -

50. A continuación se calienta la solución de Na OH
entre 130 y 140°C, momento en el cual se introduce lenta-
mente, a través del embudo de decantación, la solución de
cloruro de amonio cuaternario, 3,58 moles disueltos en
900 cc. de agua, procurando mantener la temperatura entre
125 y 140°C. - - - - -

270205




55. Durante esta operación, va destilando una mezcla de dos fases, la inferior acuosa y la superior aceitosa, la cual está compuesta principalmente por NN dimetil N bencil amina. - - - - -

60. Finalizada la adición del cloruro de amonio cuaternario, lo cual se consigue en unas tres horas y media, se introduce dentro del balón parte de la fase acuosa que ha destilado anteriormente, y se continúa la operación, hasta que prácticamente todo el destilado que se obtenga sea fase acuosa exenta de fase aceitosa. - - - - -

65. Si se ha tenido la precaución de ir añadiendo suficiente fase acuosa dentro del balón, al terminar la operación el contenido del mismo es líquido, pudiendo ser añadida más agua para facilitar su vaciado. Así pues, en el balón resta un líquido, diferenciado en dos fases, una superior formada por una mezcla compleja de productos orgánicos y una inferior que es una solución concentrada de Na OH, con Cl Na precipitado en su seno. Esta solución de Na OH, una vez filtrada, puede ser aprovechada para otra operación, luego de haberle añadido el Na OH necesario para compensar el consumido. - - - - -

75. Por otra parte el líquido destilado está formado por otras dos fases, una acuosa de unos 800 a 900 cc. (la cantidad depende de lo que se haya vuelto a añadir dentro del balón), y una fase aceitosa de 493 cc. - - - - -

80. Rectificando dicha fase aceitosa se obtiene una fracción de 402 cc. que destila entre 181 y 183,5°C, la

205
e 15


85. cual es NN dimetil N bencil amina con una riqueza del 97%. El rendimiento en NN dimetil N bencil amina rectificada es del 74,26%, calculado sobre el cloruro de bencilo o NN dimetil N etanol amina, empleados para obtener el amonio cuaternario. - - - - -

90. El rendimiento real de la operación es superior a esta cifra, si se tiene en cuenta la NN dimetil N bencil amina que queda disuelta en la fase acuosa, y el contenido de las fracciones mas volátiles o más pesadas de la rectificación. - - - - -

95. Si se trabaja con las mismas cantidades que en el ejemplo que se acaba de describir, pero se mezcla la solución de Na OH con la totalidad de la solución del cloruro de amonio cuaternario desde el principio, cambian las condiciones en que se efectúa la reacción, teniendo lugar la descomposición en presencia de una solución de Na OH más diluída, y asimismo la temperatura de la masa en reacción es más baja durante gran parte del proceso.-

100. Si bien esta diferencia no parece tener importancia apreciable sobre el rendimiento total en NN dimetil N bencil amina, que prácticamente es el mismo en un caso que en otro, sin embargo parece que influye sobre la calidad, y que se obtienen productos más puros en el primer caso. - - - - -

105. EJEMPLO II

En él se describe la obtención de la NN dimetil N lauril amina. - - - - -



110. Para ello se parte de una sal de amonio cuaternario, en el presente caso el cloruro de etanol lauril dimetil amonio, obtenido por reacción entre el NN dimetil etanol amina y el cloruro de laurilo técnico (mezcla de Cl C₁₂H₂₅ y Cl C₁₄H₂₉). - - - - -

115. Disponiendo de dicha sal de amonio cuaternario, ya sea por obtención "in situ" de la misma, ya sea por adquisición en el mercado, se procede a la descomposición con Na OH concentrada. - - - - -

120. En un balón de tres bocas, similar al descrito anteriormente, se colocan 120 gr. de Na OH, equivalentes a 3 moles, y 72 cc. de agua. Se comienza a calentar y cuando la temperatura de la solución cáustica alcanza 160-165°C, se va añadiendo lentamente la solución de la sal de amonio, 1 mol disuelto en 400 cc. de agua, al tiempo que se va destilando, procurando que la temperatura no baje de 155°C. La adición dura una hora y media, tras lo cual se calienta durante dos horas más a dicha temperatura, mientras se va añadiendo unos 100 cc. de agua para que la masa se mantenga flúida. - - - - -

125. Durante esta operación se han destilado 450 cc. de agua y 87 cc. de aceite. - - - - -

130. Al contenido del balón se añaden 250 cc. de agua y se decanta la capa superior de aceite, unos 202 cc., la cual se junta con el aceite obtenido en el destilado. El conjunto se lava 3 veces con 80 cc. de solución acuosa de cloruro sódico al 5%. - - - - -



2. 12. 05 = 1

135. Se obtienen 216 gr. de un aceite con un peso equivalente de neutralización de 245 (teórico 226,5). Dicho aceite contiene grupos hidróxilos. Determinado el índice de acetilo y calculado como alcohol laúrico, representa el 8,34 %. El rendimiento es el 88% del teórico calculado sobre el cloruro de laurilo utilizado para la obtención del amonio cuaternario. - - - - -

140. Parte de los grupos hidróxilo existentes en el producto pertenecen a moléculas de N metil N lauril N etanol amina, obtenidas por descomposición de la sal de amonio cuaternario original, en la que resulta eliminado un grupo metilo en lugar del grupo etanol. - - - - -

145. Si se opera a temperaturas más bajas que las indicadas, la importancia de esta última reacción respecto a la otra aumenta mucho, así en otros ensayos efectuados en la que la reacción de descomposición de la sal de amonio cuaternario tenía lugar a una temperatura entre 95 y 110°C, se obtenía una amina grasa con un peso equivalente casi igual al indicado anteriormente, pero en las que la proporción de grupos hidróxilo, calculados como alcohol laúrico, alcanzaba un 44%. Sin embargo la proporción de dicho alcohol presente en realidad en el producto era muy baja, y la mayor parte de los grupos hidróxilos presentes se encontraban bajo la forma de N metil N lauril N etanol amina.

EJEMPLO III

150. En él se describe la obtención de la N metil N etanol N bencil amina. - - - - -

270205 -



165. Para ello se parte de una sal de amonio cuaternario, en el presente caso el cloruro dietanol bencil metil amonio, obtenido por reacción entre el N metil NN dietanol amina y el cloruro de bencilo. - - - - -

Disponiendo de dicha sal de amonio cuaternario, ya sea por obtención "in situ" de la misma, ya sea por adquisición en el mercado, se procede a la descomposición de la misma con solución concentrada de Na OH. - - - - -

170. En un balón de tres bocas, dispuesto tal como se ha descrito en los ejemplos anteriores se introducen 50 gr. de Na OH y 50 cc. de agua, calentándose hasta que la temperatura alcanza los 150°C, momento en el cual se va añadiendo lentamente la solución a la sal de amonio cuaternario, 0,5 moles en 70 cc. de agua, manteniendo siempre la temperatura superior a 130°C. Una vez terminada la adición al cabo de una hora y media, se va añadiendo algo de la misma agua destilada para que la masa no se solidifique y se calientan dos horas más a la temperatura indicada. - - - - -

180. A continuación se introduce en el balón todo el destilado y se decanta la capa superior y se rectifica. La N metil N etanol N bencil amina destila entre 260 y 265°C, obteniéndose 40 gr. con un rendimiento del 42% sobre el teórico calculado a partir de la N metil NN dietanol amina o sobre el cloruro de bencilo, utilizado para la obtención del amonio cuaternario. - - - - -

185. Habiendo efectuado la descripción que precede, de-



190. be hacerse constar que en la realización práctica de esta Patente de Invención, por veinte años, podrán aplicarse todas las variantes de detalle que la experiencia y la práctica puedan aconsejar, en cuanto a fases operativas y tratamientos adicionales, uso de aparatos, tratamientos preparatorios de las primeras materias, tratamientos adicionales del producto acabado y demás circunstancias de orden accesorio, siempre que con ello no se desvirtúe su esencialidad, que es la que se resume y concreta en la primera de las reivindicaciones que siguen, ya sea considerada aisladamente, ya sea considerada junto con una o varias de las reivindicaciones restantes en sus combinaciones técnicamente posibles. - - - - -
- 195.
- 200.

N O T A

Se declaran de novedad y propiedad para España y todos sus territorios y plazas de soberanía, las siguientes: - - - - -

205. R E I V I N D I C A C I O N E S

1.- Mejoras en la obtención de aminas terciarias, caracterizadas por el hecho de que partiendo de una sal de amonio cuaternario, en la que por lo menos uno de los radicales ligados al nitrógeno sea un grupo etanol, se descompone ésta, por medio de una solución de alcalí cáustico, en orden a obtener optativamente una amina terciaria la cual presenta un grupo etanol menos que la sal de amonio cuaternario de origen. - - - - -

210.

2.- Mejoras en la obtención de aminas terciarias,

270205



215. según la anterior reivindicación, caracterizadas por el hecho de que la cantidad de alcalí cáustico empleada en la reacción de descomposición, es superior a la estequiométricamente necesaria. - - - - -

220. 3.- Mejoras en la obtención de aminas terciarias, según la anterior reivindicación, caracterizadas por el hecho de que la cantidad de alcalí cáustico empleada en la reacción de descomposición, es del orden de un 200% de la estequiométricamente necesaria. - - - - -

225. 4.- Mejoras en la obtención de aminas terciarias, según la reivindicación 1, caracterizadas por el hecho de que la reacción de descomposición de la sal de amonio cuaternario por el alcalí cáustico se lleva a cabo a temperaturas comprendidas entre 120 y 160°C. - - - - -

230. 5.- "MEJORAS EN LA OBTENCIÓN DE AMINAS TERCIARIAS".

Todo ello conforme se describe y reivindica en la presente memoria que consta de diez hojas, foliadas y mecanografiadas por una sola de sus caras.

7 SEP 1961

Curry

ad.