



PATENTE DE INVENCION

I.C.I. Case No. G. 15968.

2 8 6 0 4 4

2 8 6 0 4 4

Memoria Descriptiva

sobre:

"Procedimiento de obtención de bases orgánicas".

Solicitante: IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED, entidad inglesa, residente en Imperial Chemical House, Millbank, Londres, Inglaterra.

Este invento se refiere a un procedimiento de obtención de bases orgánicas y, más especialmente, a la obtención de biperidilos.

Es sabido que los biperidilos pueden
5. prepararse por oxidación de productos de inte-



283044

racción sodio-piridina, y la solicitud pendiente de patente británica nº 19081/61 de los mismos solicitantes, describe condiciones especiales para esta reacción que mejoran el rendimiento de biperidilos, y especialmente del isómero 4,4'. En las solicitudes de patente británica pendientes nº 18166/61 y 32711/61 de los mismos solicitantes, se describen también procedimientos para la fabricación de biperidilos por oxidación de productos de interacción magnesio/piridina y aluminio/piridina, respectivamente.

- 5. miento de biperidilos, y especialmente del isómero 4,4'. En las solicitudes de patente británica pendientes nº 18166/61 y 32711/61 de los mismos solicitantes, se describen también procedimientos para la fabricación de biperidilos por oxidación de productos de interacción magnesio/piridina y aluminio/piridina, respectivamente.

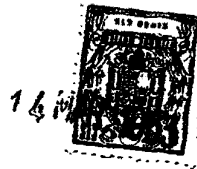
Se ha observado que la etapa convencional de oxidación utilizada para la conversión de productos de interacción metal-piridina en biperidilos, puede evitarse, y sustituirse por un tratamiento con agua, en la ausencia sustancial de agente de oxidación tal como aire u oxígeno. Este procedimiento proporciona biperidilos prácticamente sin disminuir el rendimiento en comparación con el primer método, y evita el molesto procedimiento de oxidación al aire, y el empleo de agentes convencionales de oxidación.

- 15. sión de productos de interacción metal-piridina en biperidilos, puede evitarse, y sustituirse por un tratamiento con agua, en la ausencia sustancial de agente de oxidación tal como aire u oxígeno. Este procedimiento proporciona biperidilos prácticamente sin disminuir el rendimiento en comparación con el primer método, y evita el molesto procedimiento de oxidación al aire, y el empleo de agentes convencionales de oxidación.

Es conocido el tratar un producto de interacción sodio-piridina con éter húmedo (Emmert:Ber. 1917, 50, 31). El producto así tratado, se obtuvo por la interacción de sodio con piridina en exceso y separando luego el exceso de piridina (ambas operaciones prácticamente a

- 25. Es conocido el tratar un producto de interacción sodio-piridina con éter húmedo (Emmert:Ber. 1917, 50, 31). El producto así tratado, se obtuvo por la interacción de sodio con piridina en exceso y separando luego el exceso de piridina (ambas operaciones prácticamente a
- 30. de piridina (ambas operaciones prácticamente a

286044



- 3 -

- la temperatura ambiente) y calentando a continua-
ción el producto residual de interacción sodio-
piridina a presión reducida, para convertirlo en
un segundo producto de interacción sodio-piridi-
na. En este procedimiento, el producto obtenido
no es un biperidilo, sino un tetrahidro-biperidi-
lo. Se ha comprobado que los biperidilos pueden
obtenerse al calentar dicho producto a una tempe-
ratura elevada, con piridina libre, antes de lle-
var a cabo el tratamiento con agua.

- Así, de acuerdo con este invento, se
proporciona un procedimiento para la fabricación
de biperidilos, que comprende el tratar con agua
un producto de interacción metal-piridina que se
halla calentado a una temperatura elevada en pre-
sencia de un piridina libre.

- La temperatura elevada a que se calien-
ta el producto de interacción meta-piridina en
mezcla con la piridina, antes del tratamiento -
con agua, ha de ser de 70°C por lo menos. Un lí-
mite superior se establece corrientemente por el
punto de ebullición de la mezcla aunque puede -
aumentarse si se desea, calentando bajo presión,
o añadiendo diluyentes de punto de ebullición -
elevado. En el caso de un metal muy reactivo, -
tal como el sodio, que puede reaccionar con una
piridina por debajo de esta temperatura, el ca-
lor debe aplicarse si es necesario, para aumen-
tar la temperatura de la mezcla adecuadamente.
Este caldeo puede realizarse durante la interac-



286044

ción o después de ella. En el caso de metales -
 menos reactivos, tales como aluminio y magnesio,
 la temperatura elevada necesaria se obtiene co-
 rrientemente durante la etapa de interacción me-
 5. tal-piridina. El período de caldeo y las propor-
 ciones de piridina empleadas, pueden ser las des-
 critas con mayor detalle en las solicitudes de -
 patentes británica nº 19061/61, 18166/61 y 32711
 /61 de los mismos solicitantes, para la produc-
 10. ción de productos de interacción metal-piridina.

La piridina libre puede especialmente
 figurar en exceso con respecto a la piridina uti-
 lizada para la producción de productos de inte-
 racción metal-piridina.

15. La piridina, con preferencia, es la pi-
 ridina verdadera, pero si se desea, puede utili-
 zarse cualquier otra piridina reactiva con res-
 pecto al metal elegido, por ejemplo las alkilpi-
 ridinas. En general, éstas son menos reactivas -
 20. que la piridina, en este procedimiento.

El producto de interacción metal-piri-
 dina, puede ser especialmente un producto de in-
 teracción sodio-piridina, magnesio-piridina o -
 aluminio piridina, aunque los productos de inte-
 25. racción derivados de otros metales reactivos pa-
 ra con la piridina, pueden usarse si se desea, -
 por ejemplo tal como los derivados de otros meta-
 les alcalinos. Estos productos de interacción -
 pueden obtenerse haciendo actuar el metal y la
 30. piridina con calefacción y opcionalmente en pre

288044



- sencia de un diluyente (que puede ser un exceso de la piridina y un líquido orgánico inerte, - por ejemplo trimetilbenceno) como se describe - más detalladamente en las solicitudes de paten
5. te británicas, pendientes, nº 18.166/61, 19081/61 y 32.711/61, respectivamente, de los mismos solicitantes. El metal empleado para este objeto, puede ser puro o contener metales de aleación. La interacción de magnesio con piridina -
10. puede ser de iniciación lenta y puede favorecerse por adición de una pequeña proporción de un iniciador, especialmente un material que pueda fomentar la formación de radicales libres en la mezcla, por ejemplo sodio, potasio, bromo o -
15. iodo; análogamente la interacción de aluminio y piridina puede iniciarse por un compuesto susceptible de romper la película superficial de óxido sobre el metal, por ejemplo un compuesto de mercurio, especialmente cloruro mercuríco, -
20. opcionalmente en combinación con un iniciador susceptible de formar radicales libres en la - mezcla.

- Se prefiere llevar a cabo el procedimiento de este invento, utilizando un producto
25. de interacción metal-piridina con el cual el exceso de piridina usado en su producción no se retira antes del tratamiento con agua. De este modo, se evitan los problemas derivados del aislamiento del producto de interacción metal-piridina. En el caso de productos de interacción -
- 30.

283044



sodio-piridina, violentamente explosivos en contacto con el aire, esta evitación del aislamiento resulta especialmente valiosa desde el punto de vista de la seguridad.

5. El tratamiento del producto de interacción metal-piridina con agua se realiza con preferencia a una temperatura elevada, de 40°C por lo menos, y especialmente de 80°C a 120°C. La temperatura más alta tiene un límite definido en general por el punto de ebullición de la mezcla de reacción, y este punto de ebullición puede elevarse por encima de 120°C, por ejemplo por adición de diluyentes de punto de ebullición elevado, tales como dimetilánilina, o empleando presiones superatmosféricas. Consiguientemente, el procedimiento a que este invento se refiere, puede aplicarse a temperaturas superiores a 120°C, si se desea, pero no se encuentra ventaja adicional alguna, procediendo de este modo. Por debajo de 40°C, la mezcla de reacción tiende a convertirse en espesa y a atorrnarse, de tal modo que resulta difícil de conseguir la terminación satisfactoria de la reacción.
- 10.
- 15.
- 20.
25. El tratamiento del producto de interacción metal-piridina, con agua, puede realizarse por mezcla sencilla a la temperatura elevada deseada. Como variante, el producto de interacción metal-piridina y el agua, pueden mezclarse a una temperatura inferior, calentándose
- 30.

286044^{14/4}



- a continuación o simultáneamente a la temperatura elevada que se desee. Este caldeo puede realizarse en una operación ulterior, por ejemplo una operación de destilación, y no necesariamente durante la etapa de tratamiento, aunque la energética reacción que se realiza durante el tratamiento con agua, constituye un origen conveniente de calor. Convenientemente, el procedimiento se aplica añadiendo agua fría lentamente, con agitación, al producto de interacción metal-piridina en condiciones tales que la mezcla se mantenga a la temperatura deseada sin recalentamiento; la refrigeración puede aplicarse, si se desea para ayudar a conseguirlo.
- 5.
- 10.
15. Si se desea, el producto de interacción metal-piridina (o la mezcla que lo contenga junto con piridina en exceso) puede diluirse con un líquido inerte antes de tratarse con agua. Los líquidos inertes adecuados para este objeto, comprenden los hidrocarburos, por ejemplo el trimetilbenceno.
- 20.
25. La proporción de agua a utilizar, ha de ser, como mínimo 1 mol, y con preferencia es de 1,75 y 2,5 moles por cada equivalente de metal del producto de interacción metal-piridina. Si se desea, pueden utilizarse proporciones mayores, pero la dilución excesiva puede hacer más difícil el aislamiento ulterior del producto. Las proporciones menores tienden a proporcionar una reacción menos completa y a hacer que la mez
- 30.

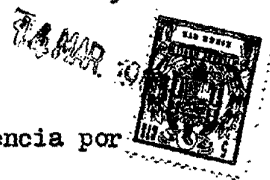
286044^{14 Ma}



cla de reacción sea más espesa y de manejo más difícil.

- En el caso del tratamiento de un producto de interacción sodio-piridina, se ha comprobado que resulta especialmente ventajoso el emplear una proporción de agua de, prácticamente, 2,2 moles por cada equivalente de sodio empleado. Con esta proporción de agua, el hidróxido de sodio formado durante el tratamiento -
5. se separa en forma de fase acuosa líquida que contiene prácticamente todo el agua y deja la fase orgánica líquida (que contiene los biperidilos y el exceso de piridina) prácticamente -
10. seca. Si la proporción de agua se reduce, el hidróxido sódico tiene la tendencia de separarse en forma sólida, y si la proporción de agua se aumenta, la fase orgánica retendrá mas agua.
15. Esta forma del procedimiento de este invento, resulta especialmente ventajosa, ya que proporciona un método muy sencillo y eficaz para separar el hidróxido sódico, que evita el tratamiento químico y las costosas técnicas de filtración, y evita también la necesidad de una operación separada de secado antes del tratamiento ulterior de la mezcla bruta biperidilo/
20. piridina, por ejemplo por destilación. En este caso, la mezcla obtenida por tratamiento del producto de interacción metal-piridina con agua, puede mantenerse convenientemente a una
25. temperatura superior a 80°C, pero inferior a
- 30.

286044



- su punto de ebullición, y con preferencia por encima de 100°C, y dejarse posar a continuación en dos fases líquidas, y procediendo a la separación y extracción de la capa de hidróxido sódico acuoso. La mezcla, con preferencia, se mantiene caliente como se indicó, para reducir la posibilidad de solidificación de la fase de hidróxido sódico acuoso, y la fase orgánica así obtenida puede contener una cantidad ponderal de agua tan reducida como 0,1% a 0,2%.

- La exclusión de aire u oxígeno puede realizarse hasta un grado satisfactorio, aplicando el procedimiento en un recipiente que se haya purgado con nitrógeno, y, con preferencia, haciendo pasar una corriente lenta de nitrógeno a través del recipiente durante la adición del agua. No es necesario adoptar precauciones para excluir el aire o el oxígeno absolutamente, y la presencia de pequeñas trazas en el nitrógeno, o disuelto en el agua, no resulta perjudicial.

- El curso de la reacción no es conocido, pero ésta es rápida y se completa corrientemente en el plazo de una hora aproximadamente.

- El aislamiento de los bupiridilos puede realizarse de modo conocido, por ejemplo mediante destilación fraccionada y o cristalización del producto. Un método de una con

288044



- veniencia especial, es el que se describe más detalladamente en la solicitud de patente británica pendiente nº 7635/62 de los mismos solicitantes, en el que el producto bruto que contiene biperidilos se disuelve primero en ácido acuoso y se desecha toda materia insoluble, y la solución ácida acuosa resultante, se neutraliza y extrae con un disolvente orgánico inmiscible en agua, con preferencia a una temperatura elevada.
5. Los biperidilos se obtienen, en este caso, en forma de una solución en el disolvente orgánico inmiscible en agua y pueden recuperarse por evaporación de dicho disolvente. El 4:4'-biperidilo, puede recuperarse en forma de su hidrato, como se describe más detalladamente en la solicitud de patente británica, pendiente, nº 7634/62 de los mismos solicitantes, por ejemplo añadiendo agua a una solución fría de los biperidilos mezclados, en un disolvente orgánico inmiscible en agua, como pueden por ejemplo obtenerse por el procedimiento de extracción antes citado.
10. El procedimiento a que este invento se refiere tiene la ventaja de simplificar la conversión de piridina en biperidilos, proporcionando en general una mayor facilidad de trabajo con respecto a los métodos de la técnica anterior. Además, se evitan muchos de los inconvenientes y riesgos asociados con los procedimientos primitivos, y en especial se evita la necesidad de una larga etapa de oxidación, el
15. 20. 25. 30.

28804A 14 MAR



5. peligro de formación de mezclas explosivas piridina-oxígeno, la pérdida de piridina y productos por volatilización en una corriente de agente oxidante gaseoso, y se reducen al mínimo las exigencias en cuanto a corrientes de gas inerte a través del aparato, y la formación de subproductos.

10. La mezcla bruta de biperidilos obtenida por el procedimiento de este invento contiene en algunos casos una proporción de isómero 4:4' más elevada que en el caso de los biperidilos preparados por técnicas convencionales de oxidación.

15. Este invento se aclara, sin limitarse en modo alguno, por los ejemplos siguientes en los que las partes y porcentajes son ponderales.

20. EJEMPLO 1.- Durante 45 minutos se añadieron 46 partes (2 equivalentes) de sodio metálico en forma de una dispersión en 92 partes de trimetilbenceno, a 632 partes (8 moles) de piridina, agitada en una atmósfera de nitrógeno, con refrigeración, de tal modo que la temperatura se conservó a 90°C. Después de la adición completa del
25. sodio, la temperatura de la mezcla se conservó a 90°C durante 15 minutos con agitación continua, y luego se añadió continuamente agua (80 partes, 2,2 moles por equivalente de sodio); el enérgico calor inicial de reacción se eliminó por refrigeración, de tal modo que la temperatura de la mez
- 30.

288044



- cla permaneció entre 85º y 90ºC. La adición de agua se realizó durante un período de 15 minutos, El color del producto de reacción pasó de negro a marrón durante la adición de agua. El
5. producto se calentó a continuación a 100ºC y se conservó a esta temperatura sin agitación, durante una hora; después de este período la - capa orgánica superior (740 partes) se separó de la capa acuosa inferior (125 partes). Des-
10. pués de la separación, en la capa superior per- maneció menos de una parte de las 80 partes de sosa cáustica que se formaron en la reacción, y con la capa acuosa inferior se arrastró menos de una parte de piridina.
15. La capa orgánica se destiló fraccio- nadamente a continuación y se recuperaron de - la misma 476 partes de piridina y una mezcla - constituida por 0,2 parte de 2:2'-bipiridilo, 5 partes de 2:4'-bipiridilo y 49 partes de 4:4'
20. -bipiridilo.
- EJEMPLO 2.- Se repitió el procedimiento del - Ejemplo 1, excepto que la interacción del so - dio y la piridina, y la adición subsiguiente - de agua, se realizaron a 100ºC. Los productos
25. recuperados fueron 471 partes de piridina, y una mezcla formada por 0,2 parte de 2:2'-bipi- ridilo, 4 partes de 2:4'-bipiridilo y 42 par - tes de 4:4'-bipiridilo.
- EJEMPLO 3.- Se calentó en condiciones de re -
30. flujo una mezcla de 12 partes de torneaduras de

286044



- 13 -

- magnesio y 395 partes de piridina; la interacción se inició por adición de 2 partes de una dispersión al 33% de sodio metálico en trimetilbenceno, y luego se continuó la interacción durante 2 horas, mientras se hizo pasar a través del recipiente de reacción una corriente de nitrógeno. Luego se añadieron durante 15 minutos, con agitación, 35 partes de agua (2 moles por equivalente de magnesio) y la mezcla resultante se agitó durante otros 15 minutos y luego se destiló fraccionadamente. Así se recuperaron 260 partes de piridina y una mezcla formada por 1 parte de 2:2'-bipiridilo, 3 partes de 2:4'-bipiridilo y 41 partes de 4:4'-bipiridilo. Este rendimiento de 4:4'-bipiridilo correspondía al 38% de la teoría, sobre la base de la piridina consumida.
- 5.
- 10.
- 15.

- EJEMPLO 4.- Se calentó sometida a las condiciones de reflujo, una mezcla de 36,4 partes de torneaduras de magnesio y 1.264 partes de piridina; la interacción se inició por adición de 3 partes de una dispersión al 33% de sodio metálico en trimetilbenceno, y la interacción se continuó durante 6 horas, entre 105°C y 110°C, mientras se hacía circular por el recipiente de reacción una corriente de nitrógeno. Luego se agregaron 120 partes de agua (2,2 moles por equivalente de magnesio metálico, con agitación durante 30 minutos, mientras la temperatura de la mezcla se mantenía de 105 a 110°C. Una parte del producto de reacción (la mitad, o sean 710 partes) se destiló
- 20.
- 25.
- 30.

280044



fraccionadamente y el producto obtenido consistió en 419 partes de piridina y una mezcla formada - por cuatro partes de 2:2'-bipiridilo, 12 partes - 2:4'-bipiridilo y 63 partes de 4:4'-bipiridilo.

5. El rendimiento de 4:4'-bipiridilo correspondió al 30% del teórico, sobre la base de la piridina con sumida.

EJEMPLO 5.- Se agitó y calentó en condiciones de reflujo, en una atmósfera de nitrógeno una mezcla de 132 g de piridina seca (el contenido de agua - se calculó en 0,01% por el método de Karl Fischer) y 4 g de torneaduras de magnesio, que luego se - trató con 2 ml de una dispersión al 25% de sodio en trimetilbenceno. El reflujo se prosiguió duran

10. te 85 minutos y luego la mezcla de reacción se en frió a 90°C y se añadieron 25 cc de agua durante 10 minutos. El análisis del producto acusó la pre sencia de 14,3 g de 4:4'-bipiridilo. Se recupera- ron también 100 g de piridina inalterada.

15. EJEMPLO 6.- Se repitió el procedimiento del ejem pló 5, excepto que se añadieron 200 cc de trime - tilbenceno seco exento de oxígeno (mezcla comer - cial de isómeros) a la mezcla de reacción calien - te, que luego se enfrió con agitación a la tempe -

20. ratura ambiente (alrededor de 20°C) y se trató - con 25 cc de agua. La cantidad de 4:4'-bipiridilo formada, se comprobó que era de 14,6 g. y se recu peraron 100 g de piridina inalterada.

EJEMPLO 7.- Se repitió el procedimiento del Ejem plo 1 hasta la terminación del reflujo, y luego,

25. 30.

283344

14 MAR



la mezcla de reacción se destiló a presión reducida hasta una temperatura de 80°C para eliminar la piridina inalterada, a la vez que se añadieron 200 cc de trimetilbenceno seco exento de oxígeno. La

5. mezcla resultante se enfrió a la temperatura ambiente, con agitación, y a esta temperatura se añadieron 25 cc de agua. La cantidad de 4:4'-bipiridilo, así formada, se comprobó que eran 14,6 g, y se recuperaron 98 g de piridina inalterada.

10. EJEMPLO 8.- La interacción de una mezcla de 10 g de polvo de aluminio y 399 g de piridina seca, se inició mediante 3 g de cloruro mercuríco y se continuó durante 3,75 horas a 116°C. A la mezcla resultante se le agregaron 25 g de agua. La cantidad de 4:4'-bipiridilo formada, fué de 14,3 g (correspondientes a una eficacia del 16% de la teoría con respecto al aluminio o de 17,4% en relación con la piridina consumida).

20. EJEMPLO 9.- La interacción de una mezcla de 10 g de polvo de aluminio y 150 g de piridina seca, se inició mediante 3 g de cloruro mercuríco, seguida por la adición de 150 g de N:N-dimetilanilina y se continuó el reflujo durante 3,75 horas a 116°C. La mezcla se trató a continuación con 25 g de agua.

25. La cantidad de 4:4'-bipiridilo así formada, se comprobó que era de 1,7 g (2% de eficiencia con respecto al aluminio usado, y 7% en relación con la piridina consumida).

30. EJEMPLO 10.- La interacción de una mezcla de 10 g de polvo de aluminio, 150 g de piridina seca y 250 g de N:N'-dimetilanilina, se inició con 3 g de clo

286044



ruro mercurico, y la mezcla se sometió a reflujo durante 3,75 horas a 116°C. La mezcla resultante se trató con 25 g de agua. La cantidad de 4:4'-bipiridilo así formada, fué de 2,9 g. (correspondientes al 3% de eficiencia con respecto al aluminio, o al 5% en relación con la piridina consumida).

10. EJEMPLO 11.- La interacción de una mezcla de 10 g de polvo de aluminio y 528 g de piridina en seco, se inició mediante 3 g de cloruro mercurico, seguido por 2 g de sodio. La mezcla se sometió a reflujo durante 2,5 horas y luego se trató con 15 g de agua. La cantidad de 4:4'-bipiridilo así formada fué de 14,3 g correspondientes a 16% de la teoría sobre la base del aluminio, o al 18 % de la teoría en relación con la piridina consumida.

N O T A

20. 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 cuanto no alteren su principio fundamental. Tambien se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de patente presentada en Inglaterra con fecha 14 de marzo de 1962. bajo el nº 9805/62 accogiéndose, por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor y

25. siendo lo que constituye la esencia del referido

30.

286044



17 -

invento y por lo que se solicita Patente de Inven-
ción por 20 años, en España "Procedimiento de ob-
tención de bases orgánicas"; caracterizándose por
lo siguiente:

5. 1ª.- "Procedimiento de obtención de bases orgáni-
cas" especialmente de biperidilos, caracterizado -
por comprender el tratar con agua un producto de
interacción metal-piridina que se ha calentado a
una temperatura elevada, en presencia de piridina
10. libre.
- 2ª.- Procedimiento según reivindicación 1ª, ca-
racterizado. porque el producto de interacción me-
tal-piridina, empleado es tal que se ha calentado
con piridina libre y a una temperatura de 70°C co-
15. mo mínimo.
- 3ª.- Procedimiento según reivindicación 1ª, o 2ª
caracterizado. porque se utiliza un producto de
interacción metal-piridina del que no se ha reti-
rado antes del tratamiento con agua, el exceso de
20. piridina usado en su obtención.
- 4ª.- Procedimiento según cualquiera de las rei-
vindicaciones 1ª a 3ª, caracterizado porque el -
tratamiento con agua se realiza a una temperatura
superior a 40°C y, con preferencia entre 80°C y
25. 120°C.
- 5ª.- Procedimiento según cualquiera de las rei-
vindicaciones 1ª a 4ª, caracterizado porque la
proporción de agua usada es, por lo menos, 1 mol
y, con preferencia, entre 1,75 y 2,5 moles, por
30. cada equivalente de metal en el producto de inte-

286041
racción metal-piridina.



- 6.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 5ª, caracterizado porque el producto de interacción metal-piridina es un producto de interacción magnesio-piridina.
5. 7.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 5ª, caracterizado porque el producto de la interacción metal-piridina es un producto de interacción aluminio-piridina.
10. 8.- Procedimiento según reivindicación 1ª a 5ª caracterizado porque el producto de interacción metal-piridina es un producto de interacción sodio-piridina.
15. 9.- Procedimiento según reivindicación 8ª, caracterizado porque la proporción de agua empleada es prácticamente de 2,2 moles por cada equivalente de sodio del producto de interacción sodio-piridina.
20. 10.- Procedimiento según reivindicación 9ª, caracterizado por recuperarse una fase orgánica líquida que contiene los biperidilos, por separación del producto tratado con agua, a una temperatura superior a 80°C y con preferencia, a unos 100°C, en dos fases líquidas, y eliminando la fase hidróxido sódico acuoso.
25. 11.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 10ª, caracterizado porque la piridina es la verdadera piridina.
30. 12.- "Procedimiento de obtención de bases orgánicas", tal y como queda substancialmente descrito.

286044

ta en la presente Memoria.



Esta memoria consta de diecinueve ho-
jas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid.

14 MAR. 1963

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES
LIMITED.

J. GOMEZ ACEBO Y MODESTO