



PATENTE DE INVENCION

I.C.I. Case Nº MD.18204

32 4369

## *Memoria Descriptiva*

*sobre*

"Procedimiento para la separación de una mezcla de sales orgánicas"

-----

*Solicitante:* IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED,  
entidad británica, residente en  
Imperial Chemical House, Millbank,  
Londres, S.W.1., Inglaterra.

-----

Este invento se refiere a un procedimiento de separación útil para la producción de materiales herbicidas.

En la Solicitud de Patente Británica

5. nº 36.729/64, de los mismos solicitantes, se describe

324369

-2-



- un procedimiento para la producción de sales bis-cuaternarias de 4:4'-bipiridilo (que son útiles como materiales herbicidas) partiendo de un N:N'-dialquil-tetrahidro-4:4'-bipiridilo, una quinona y un ácido.
5. Este procedimiento produce pequeñas proporciones de una sal de N-alkuil piridinio como sub-producto. En lugar de las quinonas pueden utilizarse otros agentes oxidantes, pero la reacción en tal caso es, predominantemente, la de formación de la sal de N-metilpiridinio con relativamente poca sal bis-cuaternaria. En
10. estos procedimientos, es muy conveniente tener no solo un procedimiento para recuperar la sal bis-cuaternaria (que es un material comercialmente valioso), si no también un procedimiento que permita recuperar la sal
15. de N-alkuil piridinio.
- Así, de acuerdo con este invento, se proporciona un procedimiento para la separación de una sal de N:N'-dialquil-4:4'-bipiridilio, de una sal de N-alkuil piridinio, que comprende el extraer una mezcla de las sales haloideas sólidas, con cloroformo.
20. Se prefiere especialmente que las sales usadas para el fin de este invento, sean los cloruros, aunque si se desea pueden usarse también otras sales haloideas.
25. Las sales sólidas pueden obtenerse convenientemente evaporando prácticamente a sequedad la mezcla de reacción en la que se obtienen las sales. Los aniones distintos del haluro se separan convenientemente antes de esta operación, o se substituyen por aniones haluro utilizando cualquier técnica
- 30.



- convencional conveniente, por ejemplo cambio de aniones o metátesis química. Para mejorar la rapidez de separación, las sales mezcladas pueden desintegrarse o molerse para fomentar el íntimo contacto con el cloroformo.
5. Las sales de N:N'-dialquil-4:4'-bipiridilio, pueden ser en especial las sales de N:N'-dimetil-4:4'-bipiridilio, pero el procedimiento es también aplicable a compuestos que contengan sustituyentes alquílicos más elevados. Comúnmente, la sal de N-alkil piridinio, contiene el mismo sustituyente alquílico que la sal de N:N'-dialquil-4:4'-bipiridilio, aunque esto no es esencial, para el objeto de este invento.
10. El procedimiento de extracción, puede llevarse a cabo de cualquier modo conveniente y utilizar cualquier equipo convencional o cualesquiera técnicas adecuadas para el fin propuesto. Así, puede usarse en especial una forma de aparato de extracción continua tal como un aparato Soxhlet, en el que la mezcla de sales sólidas se extrae con el disolvente hasta que no se disuelva más sólido. Como variante, el procedimiento puede aplicarse utilizando una técnica discontinua, en la que las sales sólidas se digieren repetidamente con el disolvente. La mezcla de sales y cloroformo puede agitarse para favorecer la solución del componente soluble. La extracción puede llevarse a cabo más convenientemente a cualquier temperatura entre la ambiente y el punto de ebullición del cloroformo, especialmente entre 20 y 62°C. Las temperaturas inferiores tienden a proporcionar un
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.

324369

18



-4-

- grado de extracción más lento, mientras que las temperaturas superiores precisan una operación sometida a presión y por tanto son menos convenientes. La sal de biperidilo permanece prácticamente sin disolver y puede luego recuperarse secando el residuo sólido que permanece después de la extracción con disolventes, y la sal de piridinio se disuelve por el disolvente y puede recuperarse del mismo por cualquier método convencional o conveniente, por ejemplo por evaporación o por extracción con agua o con un disolvente polar inmiscible.
- 5.
- 10.

- El procedimiento de este invento tiene la ventaja de ser muy sencillo y fácil de aplicar, y puede llevar a cabo una separación muy buena de las dos sales. Es sorprendente que el cloroformo sea tan elevadamente eficaz y selectivo a este respecto, en comparación con otros disolventes, comercialmente disponibles (incluyendo otros disolventes de hidrocarburos clorados, por ejemplo cloruro de metileno), que se ha comprobado que no dan lugar a una separación tan elevada y clara. Los disolventes que captan el agua fácilmente o se mezclan con ella (por ejemplo etanol, metanol o acetona), no son adecuados en la práctica, dado que las trazas de agua (que se acumulan fácilmente en uso) aumentan grandemente la solubilidad de la sal de biperidilo impidiendo así la separación efectiva de las sales mezcladas.
- 15.
- 20.
- 25.

- Este invento se aclara, sin limitarse en modo alguno, por el Ejemplo siguiente en el que
- 30.



las partes y porcentajes son ponderales.

EJEMPLO -

- Una solución de 400 partes de dicloruro de N:N'-dimetil-4:4'-bipiridilio y 166 partes de cloruro de N-metil piridinio en 10.000 partes de agua, se evaporó prácticamente a sequedad a presión reducida. El residuo de las sales mezcladas, se extrajo tres veces con 20.000 partes de cloroformo; cada extracción se prolongó durante 24 horas a 20°C. El residuo sólido se comprobó, por análisis, que contenía 398 partes de la sal de bipiridilio y 1 parte de cloruro de metil piridinio. Los extractos clorofórmicos se combinaron y extrajeron con, en total, un volumen igual de agua; los extractos combinados acuosos, se comprobó a continuación por análisis, que contenían 163 partes de cloruro de metil piridinio.

- El procedimiento de este ejemplo se repitió en el punto de ebullición del cloroformo, y se obtuvieron resultados análogos.

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 cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una Solicitud de Patente presentada en Inglaterra nº 11771/65 de 19 de marzo de 1.965 acogiéndose, por lo tanto, a los be-

324369



-6-

5. neficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España: "PROCEDI-  
MIENTO PARA LA SEPARACION DE UNA MEZCLA DE SALES ORGANI-  
CAS"; caracterizándose por lo siguiente:
10. 1ª - Procedimiento para la separación de una mezcla de sales orgánicas, compuesta por una sal N:N'-dialquil-4:4'-bipiridilo de una sal de N-alkil-piridinio, obtenidas por la interacción de un N:N'-tetrahidro-4:4'-bipirilo y el tratamiento del producto de interacción ó por oxidación de un N:N'-dialquil-tetrahidro-4:4'-bipiridilo, caracterizado porque se extraen las mezclas de sus sales haloideas con cloroformo.
15. 2ª - Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque las sales usadas son los cloruros.
20. 3ª - Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque la extracción se realiza a una temperatura comprendida entre 20 y 62°C.
25. 4ª - Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque las sales mezcladas tratadas comprenden un haluro de N:N'-dimetil-4:4'-bipiridilo y un haluro de N-metil-piridinio.
- 5ª - Procedimiento para la separación de una mezcla de sales orgánicas, tal y como queda substancialmente descrito en la presente Memoria.

324369

18



-7-

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

Madrid,

18 MAR. 1966

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED,

GÓMEZ ACEDO Y MODEY  
P. Firmado F. Hernández Rula