

386744

P.- 46.660

1052/70

386744

27 ENE



Memoria descriptiva

SECCION TECNICA  
CLASIFICACION I. P. C.  
CLASE C07  
SUBCLASE C

para solicitar PATENTE DE INVENCION

por 20 años

a nombre de PIERREFITTE-AUBY

entidad / ~~de nacionalidad~~ francesa

con domicilio en 4 Avenue Vélasquez, París, Francia

por: "PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION POR SINTESIS DE  
AMINAS TERCIARIAS ALIFATICAS"

(Clase Internacional C07c)



El presente invento tiene como objeto la producción por síntesis de aminas terciarias alifáticas por aminación de halogenuros de alcohol.

5 Ya se conocen los siguientes procedimientos de síntesis de aminas terciarias:

a) Acción de formol y de ácido fórmico sobre una amina primaria grasa (reacción de Eschweiler Clarke). El ácido fórmico puede ser reemplazado por hidrógeno.

10 Esta reacción parece poseer un mecanismo complejo y el rendimiento máximo que se observa es de 80%.

b) Acción de formol y de hidrógeno sobre un nitrilo graso.

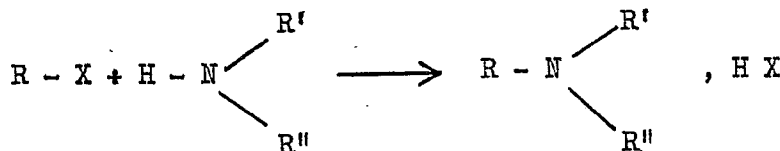
15 Esta reacción parte de una fase de fabricación anterior a la que se deduce del procedimiento a) anterior, es decir que se parte de un nitrilo en lugar de una amina. El rendimiento es del mismo orden de magnitud que el del procedimiento a).

c) Acción de dimetilamina sobre un alcohol graso.

20 Esta reacción tiene lugar bajo una presión muy elevada (200 a 300 bares).

d) Acción de una dialcoholamina y especialmente de dimetilamina sobre un halogenuro de alcohol.

25 Esta reacción, que es igualmente conocida desde hace muchísimo tiempo, se puede describir bajo la forma:



386744

27 EN



en la cual R es un grupo alcoholo, X es un halógeno, R' y R'' son radicales alcoholo de bajo peso molecular, tales como metilo, etilo, propilo, etc.

5 Esta se practica en general en medio acuoso a temperaturas comprendidas entre 50 y 190°C. La presión alcanzada en el curso de la reacción es en general de 40 a 50 bares y puede a veces ser superior de 80 bares. Esta reacción no es completa ni rápida más que con un importante exceso de dialcoholamina, del orden de 12 a 18 moles por mol de ha-  
10 logenuro de alcoholo.

Si el exceso de dialcoholamina no es más que de 2 a 3 moles por mol de halogenuro, la duración de la reacción es generalmente superior a 3 horas, lo cual perjudica a la economía del procedimiento y a la calidad de la amina terciaria alifática obtenida.  
15

Partiendo de este último procedimiento, el invento permite evitar los inconvenientes anteriores que residen esencialmente en la utilización de temperaturas y de presiones relativamente elevadas durante un período de tiempo importante.  
20

El procedimiento según el invento, para la producción por síntesis de aminas terciarias alifáticas por aminación de un halogenuro de alcoholo por medio de una amina secundaria alifática, está caracterizado por el hecho de que se realiza una mezcla de reacción compuesta por dos partes, la primera de las cuales se compone de al menos un halogenuro de alcoholo y está constituida en su mayor parte por halógeno 1-alcano, estando constituida la segunda parte por una amina secundaria alifática en el seno de un disolvente dipolar aprótico susceptible de disolver al haloge-  
25  
30

nuro y a la amina secundaria y de no disolver en frío, de modo notable, a la amina terciaria alifática formada.



Se ha observado en efecto que los disolventes dipolares apróticos solubilizan a la vez, y en cantidad importante, a los halogenuros de alcohol y a las aminas secundarias utilizadas para la síntesis de las aminas terciarias, y esto sin disolver de manera apreciable en frío a estas últimas. La reacción se efectúa por lo tanto en medio homogéneo, contrariamente a la mayor parte de los otros procedimientos precedentemente citados.

De la puesta en práctica del procedimiento, tal como se ha comprobado, se deduce especialmente que el empleo de este tipo de disolvente acelera considerablemente la velocidad de la reacción de aminación y permite, por consiguiente, trabajar a temperaturas y a presiones muchísimo menos elevadas que en los procedimientos ya citados.

Además, por ser insoluble en el medio, la amina terciaria que es producto de la reacción puede ser extraída por un procedimiento físico simple que consiste por ejemplo en una decantación seguida eventualmente por una destilación.

Según el invento, el halogenuro es un halógeno-alcano obtenido por hidrohalogenación de alfa-olefinas según una reacción de radicales, o reacción llamada "anormal". Comprende en general de 4 a 22 átomos de carbono y, preferentemente, 8 a 18. Se escogerán preferiblemente bromo-alcanos constituidos en su mayor parte por bromo-1-alcano. No obstante, los bromuros pueden ser reemplazados por los cloruros. Hay que hacer observar no obstante que la obtención de cloro-1-alcanos de calidad satisfactoria a partir de ma-

386744

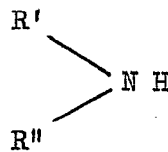
27 EN



terias primas de origen petrolífero es mucho más difícil.

Ventajosamente, dicha primera parte de la mezcla de reacción contiene al menos 85% en peso de halógeno-l-alcanos.

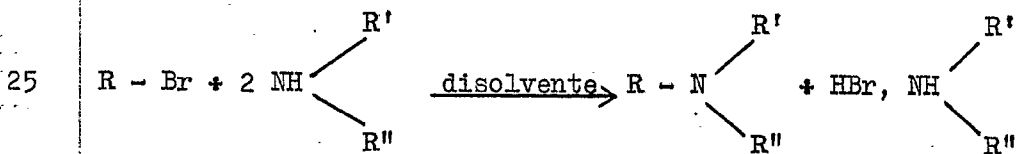
5 Las aminas secundarias utilizadas responden a la fórmula general:



en la cual R' y R'' son radicales alcohilo saturados o insaturados, que comprenden 1 a 18 átomos de carbono, preferentemente 1 a 4 átomos de carbono.

15 Estas aminas secundarias son simétricas o asimétricas. Son preferentemente dimetilamina, dietilamina, dialilamina, dipropilamina y dietanolamina.

20 Se emplea una proporción molar de 2 moles de dialcoholamina secundaria por 1 mol de bromuro (o cloruro) de alcoholilo, siendo suficiente este exceso para fijar el ácido bromhídrico (o clorhídrico) liberado en el curso de la reacción:



30 Los disolventes dipolares apróticos utilizables dentro del marco del invento son los disolventes que tienen como propiedades la de disolver en cantidades importantes



a las aminas secundarias y a los halogenuros de alcohol, y la de no disolver de modo notable en frío a las aminas terciarias, productos de la reacción, y son preferentemente dimetilformamida, hexametilfosforotriamida, tetrahydrofurano y N-metil-pirrolidona.

La proporción de disolvente utilizado con relación al halogenuro, se encuentra ventajosamente entre 0,6 y 2 partes en peso. Se pueden emplear cantidades diferentes de disolventes sin salirse del marco del presente invento.

La amina terciaria bruta obtenida está exenta de halogenuro de alcohol y tiene un grado de pureza generalmente superior a 90%; el producto es incoloro, y una simple purificación de las cabezas del producto por destilación proporciona una amina con un grado de pureza superior al 98%.

Hay que hacer observar igualmente que no se forma amonio cuaternario durante la reacción.

Finalmente, la reacción se lleva a cabo a una presión superior a la presión atmosférica, pero inferior a 4 bares.

Se dan a continuación, a título de ejemplo, varios modos de puesta en práctica del procedimiento según el invento. En los ejemplos, las partes o porcentajes se entienden que son en peso.

#### Ejemplo 1.

En un reactor que puede soportar una presión de 2 bares, se hace reaccionar una solución de 360 partes de dimetilamina en 1200 partes de dimetilformamida con 1100 partes de bromo-1-tetradecano, preparado por hidrobromación de tetradeceno-1. La temperatura se eleva espontáneamente en el espacio de 15 minutos hasta 80°C. Entonces se lleva la tem-

386744

27 ENE



peratura a 150°C en el espacio de 45 minutos, no pasando la presión de 1 bar en el curso de este período, y se deja enfriar hasta la temperatura ambiente. La mezcla de reacción se separa espontáneamente en dos capas. Después de la  
5 eliminación de la capa inferior, se recogen 993 partes de un producto incoloro y transparente, que contiene 90,2% de N-dimetiltetradecilamina, 9% de hidrocarburos y 0,5% de dimetilamina. Este producto está exento de bromoalcano que no ha reaccionado, de sales de amonio cuaternario y de  
10 ácido bromhídrico, y puede ser purificado con facilidad por una simple purificación por destilación de las cabezas bajo presión reducida, suministrando de este modo N-dimetiltetradecilamina con un grado de pureza superior a 98%.

15 Ejemplo 2.

En un procedimiento análogo al descrito en el Ejemplo 1, la dimetilformamida ha sido reemplazada en las mismas proporciones por hexametilfosforotriamida. A partir de las mismas cargas de dimetilamina y de bromuro de tetradecilo,  
20 se han recogido, después de retirar la capa inferior, 990 partes de amina bruta que contiene 89,7% de N-dimetiltetradecilamina, 0,6% de dimetilamina y 9,1% de hidrocarburos.

Ejemplo 3.

25 En un reactor que puede soportar una presión de 2 bares, se agita una mezcla de 1100 partes de un bromuro de tetradecilo que contiene 95% de bromo-1-tetradecano y 1180 partes de una solución al 32% de dimetilamina en N-metilpirrolidona. La temperatura se eleva espontáneamente hasta  
30 80°C, elevándose la presión en el interior del reactor



hasta 0,5 bares; se hace cesar entonces la agitación y se deja enfriar hasta la temperatura ambiente; se aísla entonces, después de retirar la capa inferior que se separa espontáneamente por decantación, un producto transparente e incoloro que contiene 76,6% de N-dimetiltetradecilamina, 1% de dimetilamina, 8,1% de hidrocarburos y 6,1% de bromuro de tetradecilo.

#### Ejemplo 4.

En un procedimiento análogo al descrito en el ejemplo 1, y utilizando bromuro de n-decilo y dimetilamina en solución en dimetilformamida, empleándose los productos que entran en reacción en las mismas proporciones molares que en el Ejemplo 1, se ha aislado por decantación un producto transparente e incoloro, el cual purificado por destilación de las cabezas bajo presión reducida, ha proporcionado N-dimetildecilamina prácticamente pura con un rendimiento de 86% con relación al bromuro de alcoholilo.

#### Ejemplo 5.

En un matraz de fondo redondo provisto de un agitador se introducen 97 g (1 mol) de dialilamina, 100 g de dimetilformamida y 138,5 g (0,5 moles) de bromuro de tetradecilo. Se calienta agitando hasta 150°C en el espacio de dos horas. La mezcla de reacción, que era homogénea, se separa en dos fases. Se enfría hasta la temperatura ambiente y se hace cesar la agitación. La capa superior constituida en su mayor parte por N-dialiltetradecilamina, sometida a una destilación fraccionada bajo presión reducida, ha proporcionado con buen rendimiento N-dialiltetradecilamina con

38674427 EN



un grado elevado de pureza.

En los ejemplos que anteceden, el halogenuro de alcohol utilizado es un bromuro. Resultados interesantes pueden obtenerse igualmente a partir de cloruros, tal como lo muestra el ejemplo siguiente.

Ejemplo 6.

En un reactor que puede soportar una presión de 2 bares, se agita una mezcla de 1100 partes de un cloruro de dodecilo que contiene 93% de cloro-1-dodecano preparado por cloración de alcohol dodecílico y de 1120 partes de una solución al 40% de dimetilamina en dimetilformamida. Se aumenta la temperatura hasta 150°C, elevándose entonces la presión en el reactor hasta 0,7 bares. Se hace cesar la agitación y se deja enfriar el líquido hasta la temperatura ambiente.

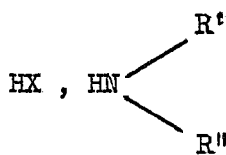
Después de decantación y de retirada de la capa inferior, se recoge un producto transparente e incoloro, el cual después de purificación por destilación de las cabezas, proporciona N-dimetildodecilamina con un grado de pureza superior al 98% y con un rendimiento de 88% con relación al cloruro de alcohol.

El procedimiento y sus ejemplos de puesta en práctica que se acaban de describir permiten una preparación discontinua de aminas terciarias, es decir por operaciones independientes. Ahora bien, se ha buscado aprovechar la separación relativamente fácil del producto de la reacción, para realizar ésta de una manera continua.

No obstante, se ha comprobado que, a medida que avanza la reacción, el aumento de la concentración de halo-



drato de amina secundaria



5

entraña una disminución importante de la solubilidad del halogenuro de alcoholilo que no ha reaccionado y de la amina terciaria formada, de modo que estos dos compuestos tienen tendencia a separarse conjuntamente del medio de reacción, solubilizándose el halogenuro en la amina terciaria. Se deduce de ello que la terminación de la reacción necesita una enérgica agitación, se efectúa en fase heterogénea y conduce a un porcentaje indeseable de halogenuros de amonio cuaternario.

15

Ahora bien, se ha descubierto que este inconveniente es evitado si se compensa la disminución de solubilidad del halogenuro de alcoholilo y de la amina terciaria con una elevación progresiva de la temperatura en el curso de la reacción.

20

Por otra parte, se ha descubierto igualmente que la cantidad de disolvente empleado debe ser tal que todos los productos y subproductos de la reacción permanecen en solución por toda la duración de la reacción, de lo que se deduce que, por enfriamiento y decantación, el producto recogido está constituido casi en su totalidad por la amina terciaria alifática formada. Este resultado se alcanza cuando la cantidad de disolvente utilizado con relación al halogenuro de alcoholilo es, en peso, de 2/1 a 5/1.

25

30

El invento se extiende por lo tanto igualmente a un

26.1.71

386744

27 EN



procedimiento que permite ejecutar la preparación de aminas terciarias de manera continua, estando caracterizado este procedimiento por el hecho de que se hace circular la mezcla de reacción, porque se somete a ésta, en el curso de su paso, a una temperatura progresivamente creciente y porque se utiliza una cantidad de disolvente con relación al halogenuro de alcoholilo en la proporción, en peso, de 2/1 a 5/1, siendo a continuación el producto de la reacción enfriado y después decantado en una cuba de decantación que funciona de modo continuo.

Así, la disminución de la solubilidad de la amina terciaria formada y del halogenuro de alcoholilo que no ha reaccionado en función del aumento de la concentración de halohidrato de amina secundaria, se encuentra compensada de modo gradual por el aumento de solubilidad debido al aumento progresivo de la temperatura y, por otra parte, el aumento de la tensión de vapor de la amina secundaria debida a la disminución de la solubilidad de ésta cuando aumenta la temperatura, se encuentra compensado por su consumo a medida que avanza la reacción bajo el efecto mismo de este aumento de temperatura.

En las condiciones de reacción así establecidas, la amina terciaria bruta que se separa espontáneamente de la mezcla de reacción no contiene halogenuro de alcoholilo ni sal de amonio cuaternario ni halohidrato de amina secundaria. Además, su coloración es inferior a 1 Gardner (según la norma E.U. de América ASTM D155-Gardner Color Standards, 1953).

Además, la presión puede ser mantenida inferior a 2 bares, lo cual permite un simplificación del material y



procura, en particular, la importante ventaja de poder

trabajar en una instalación de aparatos de vidrio o de material plástico apropiada, y de poder evitar de este modo contaminaciones con sales metálicas.

5 A título de ejemplo, el procedimiento de preparación continua conforme al invento se puede llevar a la práctica en una instalación tal como la que se ha representado de manera esquemática en el dibujo anejo.

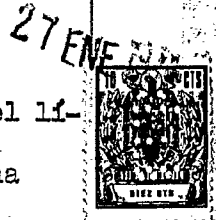
10 Esta instalación comprende un reactor 1 constituido por una columna vertical 2 de vidrio al borosilicato de 4 metros de altura y de un diámetro de 0,10 m. La columna 2 está equipada con varios elementos calefactores 3, tales como serpentines, repartidos en el sentido de la altura de la columna y alimentados con fluidos calefactores de diferentes temperaturas de tal manera que la temperatura se 15 acrecienta de abajo a arriba en el reactor. Ventajosamente, la columna 2 contiene cuerpos de relleno no representados, tales como anillos Raschig.

20 La columna 2 es alimentada por la parte inferior de tal manera que el bromuro de alcoholo penetra por un conducto 4, la dimetilformamida por un conducto 5, y la dimetilamina por un conducto 6, desembocando este último en el conducto 5.

25 Un conducto 7 abandona la parte superior de la columna 2, desciende por un dispositivo de enfriamiento 8 constituido por un intercambiador de superficie atravesado por un fluido refrigerante y desemboca en un decantador 9.

30 El decantador 9 es un recipiente cerrado que presenta en un punto de posición elevada una tubería de evacuación 10 para dimetilamina en exceso en estado gaseoso, lateral-

386744



mente en su parte superior y sensiblemente al nivel del líquido contenido, una tubería de salida 11 para la amina terciaria bruta líquida formada y, partiendo del fondo, una tubería 12 en forma de S recostada que permite evacuar hacia la parte inferior una solución de bromhidrato de dimetilamina en dimetilformamida. Un pequeño tubo vertical 13 abierto a la atmósfera parte de un punto de posición elevada de esta tubería 12 y permite evitar que ésta actúe como sifón.

10 Los accesorios corrientes de ingeniería química apropiados para este género de instalación, tales como soportes, bombas, aparatos dosificadores, órganos de grifería, de medición y de regulación, entre otros, no han sido representados.

15 Para la puesta en práctica de la instalación anterior, los elementos calefactores 3 aseguran la calefacción de la columna 2 según un gradiente de temperatura que se escalona en escalones regulares, desde abajo hacia arriba, de 20 a 150°C.

20 El bromuro de alcoholilo y la amina secundaria, en solución en el disolvente, son introducidos por la parte inferior de la columna 2 por los conductos 4, 5 y 6, siendo regulados los caudales por medio de bombas dosificadoras no representadas. La mezcla de reacción es recogida en la parte superior de la columna y es dirigida a través del refrigerante 8 hacia la cuba de decantación 9 que funciona de modo continuo, donde la amina es recuperada en la fase superior, con un grado de pureza próximo a 90%, proviniendo las impurezas esencialmente de las materias primas.

30 El caudal de introducción de las materias primas co-



responde a una duración de reacción de 4 a 15 minutos.

Las proporciones molares de amina secundaria/halogenuro de alcoholilo son de 2/1 a 4/1.

5 Las cantidades de disolvente utilizadas son, en peso, con relación al halogenuro de alcoholilo, de 2/1 a 5/1.

Aunque sea relativamente pequeño el exceso de amina secundaria a emplear en este procedimiento, la velocidad de reacción es rápida.

10 A la salida de las tuberías 12 y 10, los subproductos de la reacción, así como el disolvente, son recuperados y recirculados por cualquier medio conocido, que queda fuera del invento.

15 La tabla siguiente proporciona los datos numéricos de ocho ensayos del procedimiento de producción continua de una amina terciaria según el invento, siendo dimetilformamida el disolvente utilizado y siendo dimetilamina la amina secundaria.

El rendimiento indicado en esta tabla ha sido calculado de la manera siguiente:

20

Peso total de amina terciaria pura contenida en la amina bruta obtenida x 100

---

Peso de amina que debe ser obtenida teóricamente a partir del bromo-1-alcano contenido en la cantidad de bromuro de alcoholilo bruto empleado.

386744



386744

## TABELA

Número del ensayo	Número de átomos de carbono del radical alcohilo	Cantidad de bromo -l-alcano en % en peso	Caudal de bromuro de alcohol en kg/hora	Proporción molar de dimetil-amina/bromuro de alcohol	Proporción en peso de dimetil-formamida/bromuro de alcohol	Temperatura en °C	Caudal de amina bruta en kg/hora	Composición centesimal de la amina terciaria bruta		Rendimiento en %	
								Amina	Bromuro de amonio cuaternario		
1	14	92	15	3/1	2,2/1	20 a 120	13	85,6	2,8	0	90
2	14	92	15	4/1	3,8/1	20 a 140	12,15	88,7	0	0	95
3	14	91,2	15	2,1/1	2,2/1	20 a 140	13,1	88,2	Vestigios	0	94
4	14	91,2	15	2,1/1	4,3/1	20 a 140	12,9	88,8	0	0	94
5	14	92,6	15	2,3/1	3,25/1	20 a 120	13,05	86,3	1,4	0	91
6	18	88	10	3,2/1	3/1	20 a 140	8,65	87,6	0	0	94,8
7	10	94,4	15	2,9/1	3/1	20 a 140	12,6	88,1	0	0	94,2
8	12	93,4	15	3/1	3/1	20 a 140	13	88,0	0	0	95,1

386744

TABLA

Número del ensayo	Número de átomos de carbono del radical alcohilo	Cantidad de bromo -l-alcano en % en peso	Caudal de bromuro de alcoholo en kg/hora	Proporción molar de dimetil-amina/bromuro de alcoholo	Proporción en peso de dimetil-formamida/bromuro de alcoholo	Temperatura en °C
1	14	92	15	3/1	2,2/1	20 a 120
2	14	92	15	4/1	3,8/1	20 a 140
3	14	91,2	15	2,1/1	2,2/1	20 a 140
4	14	91,2	15	2,1/1	4,3/1	20 a 140
5	14	92,6	15	2,3/1	3,25/1	20 a 120
6	18	88	10	3,2/1	3/1	20 a 140
7	10	94,4	15	2,9/1	3/1	20 a 140
8	12	93,4	15	3/1	3/1	20 a 140

386744

BLA

ción o de l- ida/ o de lo	Tempe- ratura en °C	Caudal de amina bru- ta en kg/ hora	Composición centesimal de la amina terciaria bruta			Rendi- miento en %
			Amina	Bromuro de alcoholo .	Sales de amonio cuater- nario	
1	20 a 120	13	85,6	2,8	0	90
1	20 a 140	12,15	88,7	0	0	95
1	20 a 140	13,1	88,2	Vestigios	0	94
1	20 a 140	12,9	88,8	0	0	94
/1	20 a 120	13,05	86,3	1,4	0	91
	20 a 140	8,65	87,6	0	0	94,8
	20 a 140	12,6	88,1	0	0	94,2
	20 a 140	13	88,0	0	0	95,1



Esta solicitud que corresponde a la presentada en Francia, el día 23 de Diciembre de 1969, bajo el N° 44604 y el día 9 de Diciembre de 1970, bajo el N° 70/44332, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

- REIVINDICACIONES -

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

1.- Procedimiento para la producción por síntesis de aminas terciarias alifáticas por la aminación de un halogenuro de alcoholo por medio de una amina secundaria alifática, caracterizado por el hecho de que se realiza una mezcla de reacción compuesta por dos partes, la primera de las cuales se compone de al menos un halogenuro de alcoholo y está constituida en su mayor parte por halógeno-1-alcano, estando constituida la segunda parte por una amina secundaria alifática en el seno de un disolvente dipolar aprótico susceptible de disolver al halogenuro y a la amina secundaria y de no disolver en frío, de modo notable, a la amina terciaria alifática formada.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que dicha primera parte contiene al menos 85% en peso de halógeno-1-alcano.

3.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 ó 2,

386744 27 ENE



caracterizado por el hecho de que el disolvente se escoge en el grupo de disolventes constituido por dimetilformamida, hexametilfosforotriamida, tetrahidrofurano y N-metilpirrolidona.

5           4.- Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho de que el halogenuro de alcoholo está escogido en el grupo de halogenuros de alcoholo constituido por bromuros y cloruros de alcoholo que presentan de 4 a 22 átomos de carbono.

10           5.- Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho de que el halogenuro de alcoholo comprende de 4 a 22 átomos de carbono.

15           6.- Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho de que el halogenuro es un halógeno-alcano obtenido por hidrohalogenación de alfa-olefinas según una reacción de radicales.

20           7.- Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho de que cada uno de los radicales alcoholo de la amina secundaria comprende 1 a 18 átomos de carbono.

25           8.- Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho de que la proporción de amina secundaria y de halogenuro de alcoholo puestos en presencia en el disolvente es tal que se tiene una proporción molar de al menos 2 moles de amina secundaria por 1 mol de halogenuro de alcoholo, con un exceso de amina secundaria suficiente para fijar el ácido halohídrico liberado en el curso de la reacción.

30           9.- Procedimiento según una cualquiera de las reivin-



dicaciones precedentes, caracterizado por el hecho de que el halogenuro de alcoholo y la amina secundaria comprenden respectivamente 8 a 18 y 1 a 4 átomos de carbono, siendo la proporción molar de estos compuestos puestos en presencia en el disolvente, de 2 moles de amina secundaria por 1 mol de halogenuro de alcoholo.

10.- Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho de que la proporción de disolvente utilizado con relación al halogenuro de alcoholo está comprendida entre 0,8 y 2 partes de peso.

11.- Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho de que la reacción se lleva a cabo a una presión superior a la presión atmosférica e inferior a 4 bares.

12.- Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9 caracterizado por el hecho de que con vistas a ejecutar la preparación de modo continuo, se hace circular la mezcla de reacción, que se somete a ésta, en el curso de su paso, a una temperatura progresivamente creciente y se utiliza una cantidad de disolvente con relación a dicha primera parte en la proporción, en peso, de 2/1 a 5/1, siendo a continuación el producto de reacción enfriado y luego decantado en una cuba de decantación que funciona de modo continuo.

13.- Procedimiento según la reivindicación 12, caracterizado por el hecho de que dicha temperatura está comprendida entre 20 y 150°C.

14.- Procedimiento según las reivindicaciones 12 ó 13, caracterizado por el hecho de que la mezcla de reacción es

mantenida a una presión relativa inferior a 2 bares mientras que está sometida a la temperatura progresivamente creciente.



5 15.- Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 12 a 14, caracterizado por el hecho de que se introduce la amina secundaria en el seno de un disolvente dipolar aprótico y dicha primera parte por la base en un reactor vertical dentro del cual se calienta la mezcla de reacción, de que se desplaza de abajo a arriba, por 10 medio de elementos calefactores superpuestos cuya temperatura es tanto más elevada cuanto más elevada sea la altura a la que están situados, pasando a continuación el producto de la reacción desde la parte superior del reactor a un dispositivo de enfriamiento y finalmente a un recipiente 15 de decantación desde el que se extrae por arriba la amina secundaria en exceso al estado gaseoso, y por el fondo una solución de halógeno-hidrato de la amina secundaria en dicho disolvente y, al nivel del líquido contenido en el recipiente de decantación, la amina terciaria alifática.

20 16.- Procedimiento según la reivindicación 15, caracterizado porque el reactor es de vidrio al borosilicato.

17.- Procedimiento para la producción por síntesis de aminas terciarias alifáticas.

25 Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en los dibujos que se acompañan y con los fi-

386744

27 ENE



nes que se han especificado.

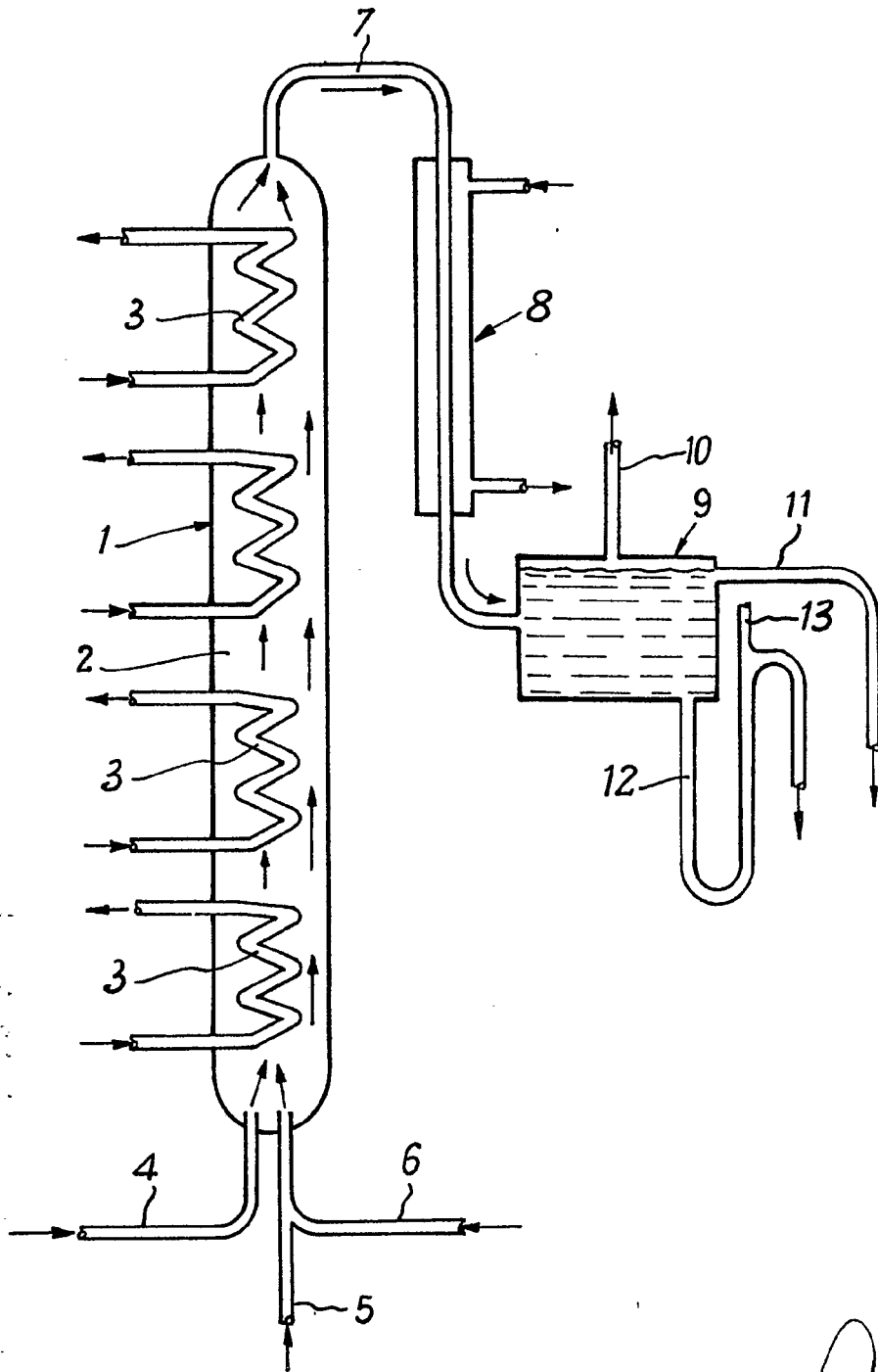
Esta Memoria consta de veinte hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 27 ENE 1944

P.A.

Attestado  
For Files  
*[Handwritten Signature]*

386744



ALBON & COMPANY  
FOR ENGINEERS