

434229

F.C. 24-11-76

COFD

MEMORIA DESCRIPTIVA

PATENTE DE INVENCION

DURACION: 20 AÑOS

OBJETO: "PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE N,N-DIALILDICLOROACETAMIDA"

A favor de STAUFFER CHEMICAL COMPANY

Domicilio: WESTPORT, Connecticut 06880 (U.S.A.)

Nacionalidad: ESTADOUNIDENSE

-----  
Inventores: JILLY HUA-HIN CHAN  
JULES KALBFELD  
JOHN (Jack) ALBERT KOSTECKI  
DONALD LAWRENCE SEITES

OoOoOoOoOoOoOoOoOo

**POOR  
QUALITY**

5 La reacción de una amina con un cloruro  
ácido, para producir una amida, hace tiempo que es  
conocida por la técnica. Puesto que la reacción es  
exotérmica, ha sido a veces llevada a cabo en baños  
de hielo, o aparatos refrigerantes similares, que -  
eliminen el calor de reacción y minimicen el incre-  
mento de temperatura durante la misma. Tales reaccio-  
nes han sido también realizadas en presencia de sosa  
caústica, concretamente hidróxido sódico, para neutra-  
lizar el ácido clorhídrico producido durante las mis-  
mas y evitar que la mezcla reaccionante sea demasiado  
10 ácida. Los ejemplos de la Patente americana nº - -  
2.864.683 muestran diversas técnicas de este tipo de  
reacción, para producir amidas a partir de aminas y  
cloruros ácidos.

15 Las reacciones convencionales para la pro-  
ducción de amidas a partir de aminas y cloruros áci-  
dos, presenta dos problemas importantes. Primero, que  
tienden a producir una cantidad excesiva de sales amí-  
nicas, tales como clorhidratos amínicos, productos -  
derivados del ácido dicloroacético y otro, como sub-  
20 productos de la reacción y, segundo, que los cloruros  
ácidos reaccionan con el agua para dar lugar a la apa-  
rición de ácidos, con la lógica consecuencia de que  
tanto las aminas como el cloruro ácido, van siendo -  
25 eliminadas del sistema independientemente a causa de  
la formación de sub-productos no deseables, haciendo

así disminuir los rendimientos totales sobre el rendimiento teórico.

5 Se ha descubierto que las N,N-dialyldicloroacetamidas pueden conseguirse casi con rendimientos similares a los teóricos, sin producir en esencia sales amínicas y ácido dicloroacético como sub-productos y contaminantes del proceso de reacción, por medio de un proceso según el cual, un exceso de dialyamina se mezcla con cantidad suficiente de hidróxido sódico en solución acuosa de entre el 5 y 80 %, de forma que en 10 cualquier momento de la reacción, la mezcla permanezca con un pH por encima de 10, añadiendo luego con lentitud dicloroacetyl cloruro a la mezcla de dialyamina e hidróxido sódico acuosos violentamente agitada, al 15 tiempo que se mantiene la temperatura de la reacción entre - 10 y 100°C, produciéndose N,N-dialyldicloroacetamida con rendimientos superiores al 80% y sin casi sales amínicas y ácido dicloroacético como sub-productos y contaminantes.

20 El compuesto de N,N-dialyldicloroacetamida es útil como antídoto para la protección de ciertas plantas, de los daños causados por herbicidas a base de tiocarbamato, como puede verse en los ejemplos descritos y reivindicados por las Patentes americanas N<sup>o</sup> 25 2.913.327, 3.037.853, 3.175.897, 3.185.720, 3.198.786 y 3.582.314. En la fase de formulación al preparar el tiocarbamato y el antídoto N,N-dialyldicloroacetamida para la venta, se ha presentado un grave problema cual

es la formulación de un gel muy estable que además no se desintegra.

5 Se ha descubierto que el compuesto que provoca la formación del gel, es un elemento derivado de la reacción realizada para producir la N,N-dialyldicloroacetamida. Son sales amínicas, en las que el principal constituyente es el N,N-dialylaminadicloroacetato. Para evitar la formación de éste gel, a la formulación del tiocarbamato herbicida y del antídoto N,N-dialyldicloroacetamida, es necesario minimizar, si no eliminar completamente, la formación de sales amínicas durante el proceso de producción de éstas N,N-dialyldicloroacetamidas.

10 Se ha descubierto que la N,N-dialyldicloroacetamida libre de sales amínicas puede producirse por un proceso según el cual, un exceso de dialylamina (DAA) se mezcla con una cantidad suficiente de hidróxido sódico en solución acuosa de entre un 5 y un 80% de forma que en todo momento de la reacción para producir dicho amida, el pH de la mezcla reactiva permanezca por encima de 10, siguiéndose de la adición lenta de dicloroacetyl cloruro a la mezcla de hidróxido sódico y amina sometida a violenta agitación, mientras la temperatura se mantiene entre - 10 y 100°C, consiguiéndose así producir una N,N-dialyldicloroacetamida esencialmente libre de sales amínicas y rendimientos superiores al 80 % del teórico.

5 Según la técnica antigua, la mezcla reactiva con la amina y el cloruro ácido, se había formado en un disolvente orgánico apropiado, como por ejemplo etilen dicloruro o benceno, con suficiente hidróxido sódico diluido, como para mantener el pH aproximadamente en 8. El proceso del presente invento, utiliza un exceso de dialymina mezclada con hidróxido sódico en solución de entre el 5 y el 80% para minimizar el agua de la mezcla reactiva, disminuyendo así el volumen de la mezcla reactiva, así como los problemas de agitación y de transporte, al tiempo que se mantiene el pH por encima de 10. La solución acuosa de sosa puede añadirse a la dialymina en varias fracciones iguales o desiguales, siguiéndose de la adición a la mezcla reactiva, de una fracción igual o proporcional del dicloroacetyl cloruro, para así minimizar el agua existente en el sistema reactivo total, con lo que se hace disminuir las pérdidas de este producto provocadas por hidrólisis.

20 La concentración del hidróxido sódico es - preferible que esté entre el 15 y el 50% mejor aún entre el 17 y el 20% y que el pH de la mezcla reactiva resultante se mantenga entre 11 y 13.

25 La reacción puede realizarse a temperaturas de entre - 10 y 100°C, mejor entre 0 y 70°C, mejor aún entre 20 y 70°C, preferentemente entre 20 y 50°C

y mas preferentemente aún alrededor de los 30°C.

Cuando la temperatura de la reacción aumente, se requerirán aparatos de refrigeración menos sofisticados para mantener las condiciones de reacción deseadas.

5

De particular importancia para la separación final de la N,N-dialyldicloroacetamida a partir de la mezcla total reactiva, es la carga o cantidad añadida es muy importante, para la adecuada separación de fases de la mezcla reactiva, al completarse la reacción. Cuando la proporción molar de las cantidades de DCAC y DAA añadidas al recipiente de reacción, equivalente las preconizadas por la química estequiométrica, no se produce una separación de fases entre las porciones orgánicas y acuosa de la mezcla reactiva, tras completarse la reacción, complicándose la separación final por la emulsión que se produce entre ambas. Otro problema es que si la concentración de hidróxido sódico es demasiado alta, se precipitará a partir de la mezcla reactiva una tercera fase insoluble complicando así las técnicas de separación posteriores. Esta fase de sales precipitadas, puede disolverse por la adición de mas agua, al completarse la reacción.

10

15

20

25

Se ha descubierto que si las proporciones molares entre el dicloroacetyl cloruro y la dialylamina se encuentran entre 0'7: 1'0 y 0'95: 1'0, el exceso de dialylamina actua como diluyente y solvente

5 de la N,N-dialyldicloroacetamida formada por el proceso reactivo y la mezcla reactiva se separa por lo menos en dos fases. El cáustico añadido (NaOH) al reactor, puede oscilar entre 1'05 y 1'25, preferentemente entre 1'09 y 1'2, calculado como NaOH al 100%. La proporción de cantidades añadidas o carga mas aceptable es:

DCAC : DAA : NaOH 100%  
0'86 : 1'00 : 1'10

10 Debido a que tambien actua una reaccion colateral, en la cual el dicloroacetyl cloruro reaccionará con el agua presente en la solución acuosa de hidróxido sódico, debe conseguirse y mantenerse un mezclado completo y violento, durante la adición del dicloroacetyl cloruro, para de esta forma minimizar al máximo la  
15 citada reacción secundaria con el agua.

Para ser comercialmente viable, la adición del dicloroacetyl cloruro debe ser bastante rápida y se ha podido comprobar, que la mezcla del hidróxido sódico dialyamina utilizando una bomba centrífuga de alta capacidad, consigue el efecto deseado al tiempo que permite la rápida adición del dicloroacetyl cloruro a través de la admisión de la bomba centrífuga. Esta técnica permite una rápida y completa reacción del  
20 dicloroacetyl cloruro con la dialyamina, al tiempo - que se mantiene el pH por encima de 10 y evita la reacción secundaria de la dialyamina para formar clorhidratos amínicos. Comercialmente, el ritmo de adición de  
25

DCAC debería ser rápida como fuera posible, al tiempo que se mantiene la temperatura de reacción y pH deseado. Cualquiera que sea el ritmo de adición, un factor crítico para conseguir rendimientos buenos, es el mantenimiento de un perfecto mezclado.

5

Una vez completada la fase de separación, se desecha la fase acuosa, mientras que la fase orgánica es agotada (extraída), de preferencia a una presión absoluta de 100 mm de Hg y a temperatura de 80°C durante una hora o menos, para eliminar el agua soluble o el agua retenida y el exceso de diluyente dialy-lamina, de la N,N-dialyldicloroacetamida sin refinar (cruda). La N,N-dialyldicloroacetamida es recuperada con una pureza en exceso del 95%, con dialy-lamina como contaminante mas importante y sin contener esencialmente sales amínicas. La N,N-dialyldicloroacetamida se recoge en cantidad superior a un 80% de la teórica en cuanto a rendimiento, con respecto a la dialy-lamina añadida y, normalmente en cantidad superior al 80% del rendimiento teórico con respecto al dicloroacetyl cloruro. La fase de agotamiento o extracción se realiza para recuperar el exceso de DAA no utilizado y para purificar posteriormente la N,N-dialyldicloroacetamida para su utilización comercial. La extracción puede llevarse a efecto con un equipo de extracción convencional que eliminará un máximo de DAA y agua, al tiempo que minimiza la temperatura a la que se ha de hacer la extracción y el tiempo de la misma.

10

15

20

25

Esta invención puede ser mejor y más a fondo comprendida por los siguientes ejemplos:

EJEMPLO 1

5 En un reactor de 1'8925 metros cúbicos bien protegido y agitado, con circuito de bomba alrededor que contenga un termocambiador de haces de tubos recubierto, para eliminar el calor de reacción, se añadieron 0'722035 metros cúbicos de agua del proceso. A 10 continuación se puso en marcha la bomba y el agitador. Después se añadieron 0'262950 metros cúbicos de NaOH al 50 %. El calor producido por la dilución se eliminó por el termocambiador externo. Cuando la temperatura quedó reducida a menos de 30°C, se añadió a la vasija 15 reactiva una cantidad de 0'109765 metros cúbicos de dialyamina, compuesta por un 71 % en peso de dialyamina y 20% en peso de agua recuperada de otra mezcla procesada anteriormente. A continuación se añadieron 20 386 kilos de dialyamina recientemente preparada y luego 589 kilos de DCAC a través del orificio de succión de la bomba, al ritmo necesario para mantener la temperatura de reacción en el punto de descarga de la citada bomba, en 30°C o inferior. Cuando se terminó de añadir DCAC, el pH era de 13. Después, la mezcla de las dos fases, la acuosa y la inorgánica se dejó 25 separar durante una hora. A continuación, se extrajo por destilación la fase acuosa, que se desechó. La fase orgánica superior, conteniendo el producto crudo,

una pequeña cantidad de agua de solución y retenida y el exceso de dialylamina, se transfirió a un recipiente intermedio, antes de proceder a la fase de extracción. El producto crudo sirvió entonces para alimentar un evaporador de película líquida descendente, trabajando a presión absoluta de 100 mm de Hg, con temperatura de salida de 80°C. La Mezcla de vapor y líquido resultante fué entonces enviada de forma continua a una columna de lecho compacto, en la que el agua restante y la dialylamina se separaron de la N,N-dialyldicloroacetamida, por contacto de contracorriente con nitrógeno a una presión absoluta de una 100 mm de Hg y, utilizando un refrigerante a 5°C, el condensado que contendrá fundamentalmente agua y dialylamina puede recuperarse y servirnos para posteriores adiciones a la reacción. El producto que sale de la parte inferior de la columna, es refrigerado a la temperatura del agua de fabricación, filtrado para eliminar las partículas sólidas y almacenado. El análisis del producto dió, un 97 % de N,N-dialyldicloroacetamida, 0'06 % de agua y 1'0 % de dialylamina. El rendimiento total del proceso fué del 82 %, para cada uno de los productos de procedencia. El producto formuló sin formación de gal.

25

EJEMPLO 2

En un matraz de vidrio protegido, de fondo redondo y 3 litros de capacidad, colocado en un baño

de agua helada, se colocaron 1450 gr. de NaOH al 17%.  
A continuación, 545 gr. de dialylamina. Se inició la  
agitación tanto en el matraz reactor como en el baño  
de agua helada. Cuando la temperatura de la mezcla de  
5 NaOH y dialylamina, fué inferior a la temperatura de-  
seada para la reacción (29°C), se introdujo dicloroa-  
cetil cloruro por medio de un embudo cuentagotas y tu-  
bo de inmersión subsuperficial, al ritmo necesario para  
que la temperatura de la reacción se mantuviera a los  
10 29°C citados. De esta forma se añadieron a la vasija  
de reacción, 748 gr. de dicloroacetil cloruro. La -  
proporción molar de los productos añadidos fué:

Dicloroacetyl cloruro: dialylamina: NaOH 100%  
0'947 : 1'00 : 1'09

15 Cuando se completó la carga de dicloroace-  
tyl cloruro, el pH de la fase acuosa fué de 13'0 a  
13'5. La mezcla acuosa y orgánica de dos fases resul-  
tante, se dejó para que se produjera la separación.  
Tras ésta separación, la fase acuosa inferior se reti-  
20 ró y fué desechada, mientras que la fase orgánica su-  
perior (el productos crudo), se pasó a un matraz de  
fondo redondo, de vidrio, de tres cuellos y 1 litro  
de capacidad, para la extracción total. Se calentó -  
el producto crudo a 70°C por medio de un baño de tem-  
25 peratura constante. El matraz se evacuó a presión ab-  
soluta de 10-20 mm de Hg, añadiendo el nitrógeno ex-

tractor durante una hora y a ritmo alto, aunque siempre por debajo del que hiciera retener el líquido en el gas exterior. El agua de solubilización y retenida, es extraída del producto crudo junto con el exceso de dialyamina reaccionante, en ésta fase. El vapor superior se condensó por intercambio calorífico con agua, siguiendo otro intercambio calorífico con hielo seco inmerso en solución de alcohol isopropanol. El condensado se compone primordialmente de agua y dialyamina, que pueden ser reutilizadas en el ciclo de producción siguiente, o bien descartados. El producto extraído se refrigeró a temperatura ambiente y se filtró a través de un filtro de papel de Whatman / 5, para eliminar las partículas sólidas. El producto filtrado se analizó, resultando 97'8% en peso de N,N-dialyldicloroacetamida, 0'3% en peso de dialyamina y 0'04% en peso de agua. El rendimiento total del proceso, sobre la base de los reactivos añadidos, fué del 80'6% en peso referido al dicloroacetil cloruro añadido y 91'1% en peso referido a la dialyamina. El producto se formula sin formación de gel.

### EJEMPLO 3

El ejemplo 3 se preparó como el Ejemplo 2 antes citado, con la diferencia de que la carga de la vasija de reacción fué de 1580'8 gr. de NaOH al 17% 545'9 gr. de dialyamina y 573'16 gr. de dicloroace-

5           til cloruro. La proporción molar de la carga fué:  
          0'7: 1'00 : 1'2. La temperatura se mantuvo durante  
          la reacción a 28°C y el pH fué de 13'5 a 14. La ex-  
          tracción con nitrógeno se llevó a cabo a 67°C, duran-  
10          te una hora. El producto resultante se analizó, re-  
          sultando 97% en peso de N,N-dialyldicloroacetamida,  
          1'1 % en peso de dialyamina y 0'04 en peso de agua.  
          El rendimiento total del proceso, sobre la base de -  
          los reactivos añadidos fué del 71<sup>±</sup> 8 % del dicloroa-  
          cetyl cloruro añadido y del 87'4 % de la dialyamina.  
          El producto se formula sin formación de gel.

#### EJEMPLO 4

15           El procedimiento de éste Ejemplo fué condu-  
          cido como en el Ejemplo 2 con la excepción de que las  
          cargas de la vasija de reacción fueron, 1550'9 gr. de  
          NaOH al 16%, 544'8 gr. de dialyamina y 710'4 gr. de  
          dicloroacetyl cloruro. La proporción molar de las car-  
          gas fué: 0'86: 1'00: 1'10. La temperatura de reacción  
          fué de 29°C y el pH final, de 13 a 13'5. El producto  
20          crudo resultante fué extraído a 70°C durante una hora  
          con nitrógeno. Los resultados del análisis tras la  
          extracción, dieron un 94 % en peso de N,N-dialyldi-  
          cloroacetamida, 4'3 % en peso de dialyamina y 0'04%  
          en peso de agua. El rendimiento total del proceso ba-  
25          sado sobre la cantidad de dicloroacetyl cloruro aña-  
          dido, fué del 80'4 %. El producto se formula sin for-  
          mación de gel.

EJEMPLO 5

Las reacciones del Ejemplo 5 se llevaron a cabo como en el Ejemplo 2, con la diferencia de que las cargas de la vasija de reacción fueron 1552'1 gr. de NaOH al 16%, 546'1 gr. de dialylamina y 709'9 gr. de dicloroacetyl cloruro. La proporción molar de las cargas fué: 0'86: 1'0: 1'09. La temperatura de reacción se mantuvo a 51°C y el pH final entre 13 y 13'5. El producto crudo se extrajo durante 30 minutos a 71°C con nitrógeno. Los resultados del análisis tras la extracción, dieron un 98 % en peso de N,N-dialyldicloroacetamida, 1'1% en peso de dialylamina y 0'01% en peso de agua. El rendimiento total del proceso basado sobre el dicloroacetyl cloruro añadido, fué de 79'0%. El basado sobre la dialylamina añadida, fué de 95'1%. El producto se formula sin formación de gel.

EJEMPLO 6

El Ejemplo 6 fué conducido como el Ejemplo 2, con la excepción de que las cargas de la vasija de reacción fueron, 1551'5 gr. de NaOH al 17'6 % 546 gr. de dialylamina y 710'7 gr de dicloroacetyl cloruro. La proporción molar de las cargas fué: 0'86 : 1'0: 1'21. La temperatura se mantuvo a 70°C y el pH final a 13 o 13'5. El producto crudo fué extraído a 72°C durante 33 minutos, con nitrógeno. Los resultados del análisis dieron un 95% en peso de N,N-dialyldicloroacetamida, 2% en peso de dialylamina y 0'04% en peso

de agua. El rendimiento total del proceso basado sobre el dicloroacetyl cloruro añadido, fué del 73'9%. El rendimiento total del proceso basado sobre la dialyamina añadida, fué de 88'2%. El producto formula sin formación de gel.

5

EJEMPLO 7

El Ejemplo 7 fué conducido como el Ejemplo 2, excepto en que las cargas de la vasija de reacción fueron, 1449'7 gr. de NaOH al 16'6 %, 545'2 gr. de dialyamina y 785'0 gr. de dicloroacetyl cloruro. La proporcion molar de las cargas fué: 0'95 : 1'0 : 1'10. La temperatura de reacción se mantuvo a 0°C y el pH final de 11 a 11'5. El producto crudo se extrajo durante una hora a 67°C. con nitrógeno. Los resultados del análisis dieron un 98% en peso de N,N-dialyldicloroacetamida, 0'2 % en peso de dialyamina y 0'01 % en peso de agua. El rendimiento total del proceso basado sobre el dicloroacetyl cloruro añadido, fué de 74'7 y el basado sobre la dialyamina, de 92'5 %. El producto formula sin formación de gel.

10

15

20

EJEMPLO 8

El Ejemplo 8 fué conducido como el Ejemplo 2, excepto en que solo se añadió a la dialyamina, la mitad del caústico, añadiendo mas tarde a la vasija de reacción la mitad del dicloroacetyl cloruro, siguiendo la adición de la otra mitad del caustico y luego la otra mitad del dicloroacetyl cloruro. Las -

25

5 cargas de la vasija de reacción fueron, 511 gr. de NaOH al 48'5 %, 544'4 gr. de dialylamina y 786'98 gr. de dicloroacetyl cloruro. La proporción molar de las cargas fué: 0'95 : 1'00 : 1'11. La temperatura de reacción se mantuvo en 30°C y el pH final de 13 a 13'5. Se añadieron 949'9 gr de agua para disolver el precipitado de sales y formar una mezcla de dos fases. El producto crudo se extrajo durante una hora a 70°C, con nitrógeno. Los resultados del análisis dieron un rendimiento de 97% en peso de N,N-dialyldicloroacetamida, 0'6 % en peso de dialylamina y 0'04 % en peso de agua. El rendimiento total del proceso, basado sobre el dicloroacetyl cloruro añadido, fué de 88'2 %. El producto formula sin formación de gel.

10

15

#### EJEMPLO 9

El Ejemplo 9 fué conducido como el Ejemplo 8, excepto en que las cargas de la vasija de reacción fueron, 508'9 gr. de NaOH al 48'5 % 544'5 gr de dialylamina y 784'5 gr de dicloroacetyl cloruro. La proporción molar de las cargas fué: 0'95: 1'00: 1'10. La temperatura de reacción se mantuvo a 50°C y el pH final en 13'0 o 13'5. Se añadieron 941'2 gr de agua al producto crudo. Este fue luego extraído. Los resultados del análisis dieron un rendimiento del -

20

25

96% en peso de N,N-dialyldicloroacetamida y 0'01 % en peso de agua. El rendimiento total del proceso, basado sobre el dicloroacetyl cloruro añadido, fué del 87'2 %. El producto formula sin formación de gel.

5

EJEMPLO 10

Este Ejemplo está estudiado para tratar el problema de la gelificación, asociado al producto fabricado a diversos niveles de pH.

10

En el equipo del Ejemplo 2 se colocaron - 595 gr. de dialylamina, y 596 gr. de NaOH al 50% en peso (7'45 moles) diluidos con agua destilada hasta 1420 gr para así producir una solución de NaOH al 21 % en peso. La mezcla se refrigeró hasta unos 25°C.

15

Se comenzó entonces la adición escalonada de dicloroacetyl cloruro (DCAC) agitando continuamente. Se interrumpió la adición de DCAC a diversos niveles - de pH, a medida que este iba descendiendo a causa de la reacción, tomándose muestras de la mezcla a aquellos diferentes niveles. Cada muestra se desecó con MgSO<sub>4</sub> y se filtró. Se hicieron formulaciones de prueba del producto a cada nivel de pH, para estudiar la formación del gel. Los resultados se figuran en la Tabla I, que se inserta a continuación.

20

25

TABLA I

	<u>Muestra nº</u>	<u>pH</u>	<u>Formación de gel</u>
	1	12	Ninguna
	2	11	Ninguna
	3	10	Ninguna
5	4	9	Formación de gel ligero
	5	8	Formación de gel ligero
	6	7	Formación de gel ligero
	7	6	Formación de gel ligero
	8	5	Formación de gel ligero

10

Descrita suficientemente la naturaleza de la presente Patente de Invención, se hace constar expresamente que cualquier modificación de detalle que pudiera introducirse, se considerará incluida dentro de la misma, en tanto no altere o modifique sustancialmente sus características fundamentales.

15

Por último se declaran de novedad las siguientes

REIVINDICACIONES

20

1ª) "PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE N,N-DIALILDICLOROACETAMIDA", que comprende la formación de una mezcla de dialilamina y un solvente inerte adecuado tal como cloruro de etileno, el enfriamiento de dicha mezcla a -10°C y la lenta adición posterior de dicloroacetil cloruro a dicha mezcla, con agitación para formar una mezcla de reacción y para efectuar la

25

reacción del dicloroacetil cloruro con la dialilamina comprendiendo la mejora la formación de una mezcla de dialilamina en exceso y de aproximadamente 5 hasta - alrededor de 80% de NaOH acuosa en ausencia de dicho solvente inerte de modo que durante todo el tiempo - mientras tiene lugar la reacción, el pH de la mezcla permanece por encima de un pH de 10, y añadiendo el cloruro de dicloroacetil bajo violentas condiciones - de agitación, mientras se mantiene la temperatura de dicha mezcla de reacción entre - 10°C aprox. hasta - aprox. 100°C con lo cual se produce N,N-dialyldicloroacetamida.

2ª) "PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE N,N-DIALILDICLOROACETAMIDA", según la reivindicación 1ª en el que el ratio de masa de carga de dicloroacetil cloruro a dialilamina a 100% NaOH va de aprox. 0.7: 1.00: 1'05 hasta prox. 0'95: 1'00: 1'25.

3ª) "PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE N,N-DIALILDICLOROACETAMIDA", según la reivindicación 2ª en el cual el procedimiento lleva a cabo a una temperatura de aprox. 0°C hasta alrededor de 70°C.

4ª) "PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE N,N-DIALILDICLOROACETAMIDA", según la reivindicación 2ª en el que el procedimiento se lleva a cabo a una temperatura que va desde aprox. 20°C hasta alrededor de 70°C.

129

5 5ª) "PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE N,N-DIALILDICLOROACETAMIDA", según la reivindicación 2ª, en el cual dicho procedimiento se lleva a cabo a una temperatura que va desde aprox. 20°C hasta alrededor de 50°C.


6ª) "PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE N,N-DIALILDICLOROACETAMIDA", según la reivindicación 2ª, en el cual dicho procedimiento tiene lugar a una temperatura de alrededor de 30°C.

10 7ª) "PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE N,N-DIALILDICLOROACETAMIDA", según la reivindicación 2ª, en el que el mentado procedimiento se lleva a cabo a un ratio de masa de carga de 0'86 : 1'00 : 1'10, el NaOH acuoso es desde alrededor de 18% hasta aprox. 20% NaOH y el pH de punto final de la mezcla de reacción va desde aprox. 11 hasta alrededor de 13.

15 8ª) "PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE N,N-DIALILDICLOROACETAMIDA", según la reivindicación 1ª en el que el ratio de masa de carga de dicloroacetil cloruro a dialilamina a 100% NaOH es desde alrededor de 0'7 : 1'00 : 1'05 hasta aprox. 0'95 : 1'00 : 1'25 y la concentracion acuosa NaOH va desde alrededor de 15 hasta aprox. 50%.

20 9ª) "PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE N,N-DIALILDICLOROACETAMIDA", según la reivindicación 8ª en el que el procedimiento se lleva a cabo a una

25



temperatura que va desde alrededor de 0°C hasta alrededor de 70°C.

5 10ª) "PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE N,N-DIALILDICLOROACETAMIDA", según la reivindicación 8ª en el cual el procedimiento es llevado a cabo a una temperatura desde aprox. 20°C hasta aprox. 70°C.

10 11ª) "PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE N,N-DIALILDICLOROACETAMIDA", según la reivindicación 8ª en el que el procedimiento se lleva a cabo a una temperatura desde aprox. 20°C hasta alrededor de - 50°C.

15 12ª) "PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE N,N-DIALILDICLOROACETAMIDA", según la reivindicación 8ª en el que el procedimiento tiene lugar a una temperatura de aprox. 30°C.

20 13ª) "PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE N,N-DIALILDICLOROACETAMIDA", según la reivindicación 1ª en que el ratio de masa de carga de dicloroacetyl cloruro a dialilamina a 100% NaOH va desde alrededor de 0'7 : 1'00: 1'05 hasta aprox. 0'95: 1'00: - 1'25 y la concentración acuosa de NaOH es de alrededor de 17 hasta alrededor del 20%.

25 14ª) "PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE N,N-DIALILDICLOROACETAMIDA", según la reivindicación 13ª, en el cual el procedimiento se lleva a cabo a una temperatura desde aprox. 0°C hasta aprox. 70°C.

15<sup>a</sup>) "PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE N,N-DIALILDICLOROACETAMIDA", según la reivindicación 13<sup>a</sup> en el cual el procedimiento se lleva a cabo a una temperatura desde aprox. 20°C hasta aprox. 70°C.

5

16<sup>a</sup>) "PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE N,N-DIALILDICLOROACETAMIDA", según la reivindicación 13<sup>a</sup> en que el procedimiento tiene lugar a una temperatura que va desde aprox. 20°C. hasta alrededor de 50°C.

10

17<sup>a</sup>) "PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE N,N-DIALILDICLOROACETAMIDA", según la reivindicación 13<sup>a</sup> en que dicho procedimiento se verifica a una temperatura de alrededor de 30°C.

15

18<sup>a</sup>) "PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE N,N-DIALILDICLOROACETAMIDA", según la reivindicación 1<sup>a</sup> en que el NaOH acuoso se añade a la dialilamina en cuando menos dos fracciones, yendo seguida cada fracción de NaOH por la adición de una fracción equivalente del dicloroacetyl cloruro.

20

19<sup>a</sup>) "PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE N,N-DIALILDICLOROACETAMIDA", según la reivindicación 18<sup>a</sup> en el que el procedimiento se lleva a cabo a una temperatura que va desde alrededor de 0°C hasta aprox. 70°C.

25

20<sup>a</sup>) "PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE N,N-DIALILDICLOROACETAMIDA", según la reivindicación 18<sup>a</sup> en que el procedimiento tiene lugar a una tempe-

ratura que va desde aprox. 20°C. hasta 70°C.

21ª) "PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE N,N-DIALILDICLOROACETAMIDA", según la reivindicación 18ª que se lleva a cabo a una temperatura que va desde aprox. 20°C. hasta 50°C.

22ª) "PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE N,N-DIALILDICLOROACETAMIDA", según la reivindicación 18ª que se lleva a cabo a una temperatura de alrededor de 30°C.

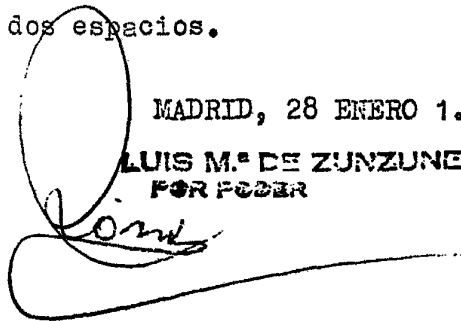
23ª) "PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE N,N-DIALILDICLOROACETAMIDA", según la reivindicación 18ª que se lleva a cabo a un ratio de masa de carga de 86: 1'00: 1'09 - 1'10, el NaOH acuoso va desde alrededor del 18% hasta alrededor del 20% NaOH y el pH del punto final de la mezcla de reaccion va desde alrededor de 11 hasta aprox. 13.

24ª) "PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE N,N-DIALILDICLOROACETAMIDA".

Todo ello, tal y como queda expuesto en la presente memoria descriptiva, que consta de veintitres hojas foliadas y mecanografiadas por una sola de sus caras y a dos espacios.

MADRID, 28 ENERO 1.975

LUIS M.º DE ZUNZUNEGUI  
FOR FORER



**POOR  
QUALITY**