

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 382 651**

51 Int. Cl.:
C07C 229/12 (2006.01)
C07C 227/38 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **02775289 .8**
96 Fecha de presentación: **03.10.2002**
97 Número de publicación de la solicitud: **1435351**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **07.07.2004**

54 Título: **Disoluciones acuosas de alta concentración de N,N-dialquilglicina y procedimiento para la producción de las mismas**

30 Prioridad:
05.10.2001 JP 2001310377

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
12.06.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
12.06.2012

73 Titular/es:
KAO CORPORATION
14-10, Nihonbashi-Kayabacho 1-chome Chuo-ku
Tokyo 103-0025 , JP

72 Inventor/es:
UEDA, Takashi,;
SAITO, Makoto,;
KATOH, Tohru, y
INOUE, Katsuhisa,

74 Agente/Representante:
de Elzaburu Márquez, Alberto

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

ES 2 382 651 T3

DESCRIPCIÓN

Disoluciones acuosas de alta concentración de N,N-dialquilglicina y procedimiento para la producción de las mismas.

Campo técnico

5 La presente invención se refiere a una disolución acuosa de alta concentración de N,N-dialquilglicina (disolución acuosa de N,N-dialquilglicina de alta concentración) que es útil para productos intermedios de tensioactivos y productos intermedios medicinales y plaguicidas, y también se refiere a un procedimiento para producción de la misma. La presente invención facilita el uso industrial de N,N-dialquilglicina en diversos campos de aplicación proporcionando una disolución acuosa de alta concentración de N,N-dialquilglicina.

Antecedentes técnicos

10 Generalmente, se produce N,N-dialquilglicina cristalina por medio de la síntesis de una sal de metal alcalino de la N,N-dialquilglicina. Sin embargo, la sal de metal alcalino de N,N-dialquilglicina tiene baja solubilidad en agua. Por ejemplo, la sal de sodio de N,N-dialquilglicina tiene una solubilidad en agua del 25% en masa (20°C): no se puede conseguir una concentración más alta de la disolución acuosa de sal de metal alcalino de N,N-dialquilglicina. Como la disolución acuosa de sal de metal alcalino de N,N-dialquilglicina no se puede preparar a una concentración más
15 alta, el depósito de almacenamiento para almacenar la disolución acuosa deberá ser más grande y el gasto en transporte es más alto, lo que da inevitablemente como resultado un coste más alto.

Por otra parte, el procedimiento de preparación de una disolución acuosa de N,N-dialquilglicina disolviendo N,N-dialquilglicina cristalina tiene inconvenientes de coste más alto y mucho trabajo en cristalización y manejo de N,N-dialquilglicina. Por ejemplo, se puede preparar la N,N-dimetilglicina cristalina por medio de procedimientos complicados que incluyen extracción con disolvente orgánico y cristalización según se describe en la patente de EE.UU. 4968839. Además, la N,N-dimetilglicina obtenida es extremadamente higroscópica, lo que requiere baja
20 humedad para el tratamiento y almacenamiento de la misma, y hace su manejo más difícil.

Los inventores de la presente invención, después de un estudio exhaustivo para resolver los problemas anteriores, encontraron N,N-dialquilglicinas que tienen solubilidad en agua mucho más alta en comparación con las sales de metal alcalino de N,N-dialquilglicina que tienen baja solubilidad en agua, y han redactado la presente invención de la disolución acuosa de alta concentración de N,N-dialquilglicina y el procedimiento para producción de la misma.

La presente invención pretende proporcionar una disolución acuosa de alta concentración de N,N-dialquilglicina que sea manejable fácilmente y económica de almacenamiento, transporte y otros aspectos, y que sea útil como disolución de material básico para reacciones de química orgánica. La presente invención también pretende proporcionar un procedimiento para producción de la misma.

Descripción de la invención

(1) Una disolución acuosa de alta concentración de una N,N-dialquilglicina, producida a partir de una sal de metal alcalino de N,N-dialquilglicina como material básico, y que contiene la N,N-dialquilglicina que se representa mediante la Fórmula (I) a continuación:



(en la que R₁ y R₂ pueden ser iguales o diferentes y son respectivamente un alquilo lineal o un alquilo ramificado de 1-4 átomos de carbono) a una concentración que oscila desde 30% hasta 80% en masa, y una sal de ácido mineral y metal alcalino a una concentración que oscila desde 0,3% hasta 3% en masa.

(2) La disolución acuosa de alta concentración de una N,N-dialquilglicina, indicada en el punto anterior (1), en la que la concentración de la N,N-dialquilglicina que se representa mediante la Fórmula (I) oscila desde 50% hasta 80% en masa.

(3) La disolución acuosa de alta concentración de una N,N-dialquilglicina, indicada en cualquiera de los puntos anteriores (1) - (2), en la que R₁ y R₂ son ambos grupos metilo.

(4) La disolución acuosa de alta concentración de una N,N-dialquilglicina, indicada en cualquiera de los puntos anteriores (1) - (2), en la que R₁ y R₂ son ambos grupos etilo.

(5) Un procedimiento para producir una disolución acuosa de alta concentración de una N,N-dialquilglicina, que se representa mediante la Fórmula (I) a continuación:



(en la que R_1 y R_2 pueden ser iguales o diferentes y son respectivamente un alquilo lineal o un alquilo ramificado de 1-4 átomos de carbono) a una concentración que oscila desde 30% hasta 80% en masa;

comprendiendo el procedimiento al menos las etapas de

- 5 (i) neutralizar una disolución acuosa de una sal de metal alcalino de N,N-dialquilglicina con un ácido mineral,
- (ii) condensar la disolución acuosa obtenida en la etapa anterior retirando agua, para producir una suspensión en la que la concentración de N,N-dialquilglicina se ajusta de modo que la concentración de N,N-dialquilglicina después de la siguiente etapa (iii) está en el intervalo de 30-80% en masa, y
- 10 (iii) separar, mediante separación sólido-líquido, la sal de ácido mineral y metal alcalino precipitada de la suspensión resultante de la disolución acuosa de N,N-dialquilglicina y la sal de ácido mineral y metal alcalino en la etapa anterior.
- (6) El procedimiento para producir una disolución acuosa de alta concentración de una N,N-dialquilglicina indicada en el punto anterior (5), en el que la sal de metal alcalino de N,N-dialquilglicina es una sal de sodio de N,N-dialquilglicina.
- 15 (7) El procedimiento para producir una disolución acuosa de alta concentración de una N,N-dialquilglicina indicada en el punto anterior (5), en el que el ácido mineral que se usa en la etapa (i) es ácido sulfúrico.
- (8) El procedimiento para producir una disolución acuosa de alta concentración de una N,N-dialquilglicina indicada en el punto anterior (6), en el que el ácido mineral que se usa en la etapa (i) es ácido sulfúrico.
- 20 (9) El procedimiento para producir una disolución acuosa de alta concentración de una N,N-dialquilglicina indicada en cualquiera de los puntos anteriores (5) - (8), en el que la disolución acuosa se neutraliza a pH 3-9 en la etapa (i).
- (10) El procedimiento para producir una disolución acuosa de alta concentración de una N,N-dialquilglicina indicada en cualquiera de los puntos anteriores (5) - (8), en el que la separación sólido-líquido en la etapa (iii) se lleva a cabo a una temperatura que oscila desde 10°C hasta 80°C.
- 25 (11) El procedimiento para producir una disolución acuosa de alta concentración de una N,N-dialquilglicina indicada en cualquiera de los puntos anteriores (5) - (8), en el que la sal de ácido mineral y metal alcalino separada se lava con agua para recuperar la N,N-dialquilglicina que se adhiere a la sal de ácido mineral y metal alcalino.
- (12) El procedimiento para producir una disolución acuosa de alta concentración de una N,N-dialquilglicina indicada en el punto (11), en el que el agua resultante después del lavado de la sal de ácido mineral y metal alcalino se añade a la disolución o suspensión antes de la etapa anterior (i) y/o la (ii) para recuperar la N,N-dialquilglicina que se adhiere a la sal de ácido mineral y metal alcalino.
- 30

Modo de llevar a cabo la invención

La presente invención proporciona una disolución acuosa de alta concentración de N,N-dialquilglicina, que contiene la N,N-dialquilglicina que se representa mediante la Fórmula (I) a continuación:



- 35 (en la que R_1 y R_2 pueden ser iguales o diferentes y son respectivamente un alquilo lineal o un alquilo ramificado de 1-4 átomos de carbono) a una concentración que oscila desde 30% hasta 80% en masa, según se definen anteriormente, y un procedimiento para producción de la misma.

- 40 En el procedimiento de la presente invención, la disolución acuosa de sal de metal alcalino de N,N-dialquilglicina se neutraliza con un ácido mineral y se condensa para que precipite una sal de ácido mineral permitiendo con ello que se mantenga disuelta la mayor parte de la N,N-dialquilglicina, y se retira la sal de ácido mineral mediante separación sólido-líquido para obtener la disolución acuosa de alta concentración de N,N-dialquilglicina. La disolución acuosa de alta concentración de N,N-dialquilglicina obtenida contiene la sal de ácido mineral y metal alcalino formada a partir del ácido mineral y del material básico empleados para la neutralización a una concentración de sal que oscila desde 0,3% hasta 3% en masa.

Los sustituyentes R_1 y R_2 en la N,N-dialquilglicina que se representa mediante la Fórmula (I) anterior pueden ser iguales o diferentes, y son preferiblemente un alquilo lineal o un alquilo ramificado de 1-4 átomos de carbono, respectivamente. El compuesto incluye específicamente, N,N-dimetilglicina, N-etil-N-metilglicina, N,N-dietilglicina, N-isopropil-N-metilglicina, N-isopropil-N-etilglicina, N,N-diisopropilglicina, N,N-dibutilglicina, N-butil-N-metilglicina, y N-butil-N-etilglicina, pero no se limita a estas.

La N,N-dialquilglicina tiene una solubilidad en agua extremadamente alta, lo que facilita la preparación de una disolución acuosa de concentración tan alta como 80% en masa o más en el punto neutro o alrededor del mismo. Sin embargo, la disolución acuosa de concentración más alta que 80% en masa tiene viscosidad alta, no siendo adecuada como material básico para síntesis ni para otros usos. Por otra parte, la disolución acuosa que tenga concentración más baja que 30% en masa es desventajosa en el uso de N,N-dialquilglicina en una síntesis posterior u otros usos debido a la baja concentración como material básico que se puede asociar con la dificultad en la retirada de agua. A la concentración de 30% en masa o inferior de la N,N-dialquilglicina, las solubilidades de la sal de ácido mineral e impurezas son más altas, de modo que se rebaja la pureza de la disolución acuosa de N,N-dialquilglicina. Por lo tanto, la concentración de la disolución acuosa de alta concentración de N,N-dialquilglicina está preferiblemente en el intervalo de 30-80% en masa, más preferiblemente de 50-80% en masa en consideración al uso o manejo como material básico en la reacción química orgánica.

La concentración de la sal de ácido mineral y metal alcalino que queda sin retirar en la disolución acuosa de alta concentración de N,N-dialquilglicina varía con la concentración de N,N-dialquilglicina según se describe anteriormente así como con el tipo de ácido mineral y con la clase de metal alcalino de la sal de metal alcalino de N,N-dialquilglicina. La concentración aceptable de la sal de ácido mineral y metal alcalino que queda depende del uso en las reacciones de síntesis y otros campos de aplicación, y se puede decidir en consideración al trabajo y el coste para reducir la cantidad de sal que queda y para elevar la pureza de la disolución acuosa de alta concentración de la N,N-dialquilglicina. Generalmente, la concentración aceptable de la sal que queda, deseablemente no es mayor de 3% en masa, preferiblemente 0,3-3% en masa, más preferiblemente 0,3-2,5% en masa, todavía más preferiblemente 0,7-2,3% en masa.

La disolución acuosa de sal de metal alcalino de N,N-dialquilglicina como material básico para producir la disolución acuosa de alta concentración de N,N-dialquilglicina de la invención se puede preparar con cualquier procedimiento sin limitación. El procedimiento se ejemplifica mediante producción de sal de sodio de N,N-dialquilglicina por reacción de ácido bromoacético con una dialquilamina (publicación de patente japonesa 58-34478); producción de sal de sodio de N,N-dialquilglicina por reacción de formalina, cianuro de sodio, y una dialquilamina en presencia de hidrogenosulfato de sodio para obtener un N,N-dimetilacetronitrilo como producto intermedio para la sal de sodio de N,N-dialquilglicina, e hidrólisis del producto intermedio por un metal alcalino (patente de EE.UU. 4968839); producción de sal de sodio de N,N-dialquilglicina por reacción de una dialquilamina, formalina, y cianuro de sodio en condiciones alcalinas mediante reacción de Stretcker (patente DD 292239); y otros.

El procedimiento para producir la disolución acuosa de alta concentración de N,N-dialquilglicina de la presente invención comprende al menos las etapas de

(i) neutralizar una disolución acuosa de una sal de metal alcalino de N,N-dialquilglicina con un ácido mineral,

(ii) condensar la disolución acuosa resultante de la etapa (i) anterior retirando agua, y

(iii) separar, mediante separación sólido-líquido, la sal de ácido mineral y metal alcalino precipitada de la suspensión resultante de la disolución acuosa de N,N-dialquilglicina y la sal de ácido mineral y metal alcalino de la etapa anterior,

para producir una disolución acuosa de alta concentración de la N,N-dialquilglicina que se representa mediante la Fórmula (I) a continuación:



(en la que R_1 y R_2 pueden ser iguales o diferentes y son respectivamente un alquilo lineal o un alquilo ramificado de 1-4 átomos de carbono) a una concentración que oscila desde 30% hasta 80% en masa.

Este procedimiento da una disolución acuosa de alta concentración de N,N-dialquilglicina que contiene la N,N-dialquilglicina a una concentración de 30-80% en masa, junto con la sal de ácido mineral y metal alcalino a una concentración de 0,3-3% en masa.

En el procedimiento para producir la disolución acuosa de alta concentración de N,N-dialquilglicina de la presente invención, se llevan a cabo las etapas (i) y (ii) para obtener una suspensión que contiene la disolución acuosa de N,N-dialquilglicina y la sal de ácido mineral y metal alcalino, y a las que sigue la etapa (iii). En este procedimiento, en primer lugar, se somete una disolución acuosa de sal de metal alcalino de N,N-dialquilglicina como material básico a

la etapa (i) de neutralización de la sal de metal alcalino de N,N-dialquilglicina con un ácido mineral y a la etapa (ii) de condensación retirando agua de la disolución acuosa resultante. Habitualmente, las etapas (i) y (ii) se llevan a cabo en este orden preferiblemente. Sin embargo, la etapa (ii) se puede llevar a cabo en primer lugar, y después de ella se puede seguir con la etapa (i). Opcionalmente, las etapas (i) y (ii) se pueden llevar a cabo repetidamente.

Así, una suspensión que comprende la disolución acuosa de N,N-dialquilglicina y la sal de ácido mineral y metal alcalino se produce por medio de las etapas (i) y (ii) tratando la disolución acuosa de sal de metal alcalino de N,N-dialquilglicina. A continuación, se obtiene la disolución acuosa de alta concentración de N,N-dialquilglicina llevando a cabo la etapa (iii) de separación sólido-líquido de la sal de ácido mineral y metal alcalino precipitada de la suspensión de la disolución acuosa de N,N-dialquilglicina y la sal de ácido mineral y metal alcalino. Después de esta etapa (iii), se pueden llevar a cabo además las etapas (i), (ii) y (iii) repetidamente según sea necesario.

Según el procedimiento para producir una disolución acuosa de alta concentración de N,N-dialquilglicina de la presente invención, se puede obtener la disolución acuosa de N,N-dialquilglicina de alta concentración sin aislar la N,N-dialquilglicina como un sólido puro a partir de la sal de metal alcalino de N,N-dialquilglicina. En otras palabras, la presente invención proporciona N,N-dialquilglicina en forma de una disolución de material básico utilizable, tal como está, como material intermedio de síntesis sin que se requiera una etapa de preparar el cristal sólido de la misma para un procedimiento de síntesis posterior.

La disolución acuosa de sal de metal alcalino de N,N-dialquilglicina como material básico incluye disoluciones acuosas de sales de sodio, potasio, y litio. De estas, se prefieren particularmente las sales de sodio en vista del coste y la solubilidad de las sales de ácidos minerales en la etapa posterior.

En la etapa (i), se usa un ácido mineral como ácido para neutralización. El ácido mineral incluye ácido sulfúrico, ácido clorhídrico, ácido nítrico, y ácido fosfórico. De estos ácidos, se prefiere ácido sulfúrico en consideración a la solubilidad y otras propiedades de la sal de ácido mineral y metal alcalino resultante. Por lo tanto, la sal de ácido mineral es particular y preferiblemente una combinación de ácido sulfúrico y sodio, en concreto sulfato de sodio.

En la neutralización, se lleva el pH al intervalo de 3-9. A pH más alto, se precipitará la sal de metal alcalino de N,N-dialquilglicina en la etapa de condensación, mientras que a pH más bajo, una parte del sulfato de sodio se puede convertir en hidrogenosulfato de sodio que tiene solubilidad más alta que va a deteriorar la calidad de la disolución acuosa de N,N-dialquilglicina. El pH está más preferiblemente en el intervalo de 5-8. En el caso en que se repiten las etapas (i) y (ii), el pH final se ajusta preferiblemente dentro de este intervalo.

La condensación de la disolución mediante retirada de agua en la etapa (ii) se puede llevar a cabo según cualquier procedimiento conocido. Por ejemplo, es conveniente la evaporación mediante calentamiento a presión reducida. Esta operación de condensación permite que la sal de ácido mineral formada precipite de modo que la disolución llegue al estado de suspensión. El contenido de la N,N-dialquilglicina en la suspensión después de la condensación se ajusta de modo apropiado en consideración a la concentración requerida de la disolución acuosa de N,N-dialquilglicina y la concentración aceptable de la sal de ácido mineral y metal alcalino como impureza en la síntesis posterior. La concentración de la N,N-dialquilglicina en la disolución acuosa después de la retirada de la sal de ácido mineral y metal alcalino está preferiblemente en el intervalo de 30-80% en masa. A una concentración de N,N-dialquilglicina inferior a 30% en masa, la concentración de la sal de ácido mineral y metal alcalino en la disolución acuosa resultante será más alta, y nunca inferior a 3% en masa, mientras que a una concentración de N,N-dialquilglicina más alta de 80% en masa, la viscosidad de la suspensión será más alta, lo que hace difícil la separación sólido-líquido en la etapa siguiente. Por lo tanto la concentración está preferiblemente en el intervalo de 30-80% en masa.

La presente invención utiliza el hecho de que las N,N-dialquilglicinas tienen una solubilidad en agua mucho más alta que la de las sales de metales alcalinos de N,N-dialquilglicinas. No precipitará ningún cristal de N,N-dialquilglicina incluso con condensación hasta un nivel alto, y como consecuencia se forma una disolución acuosa de alta concentración de N,N-dialquilglicina. Más aun, la solubilidad de la sal de ácido mineral y metal alcalino que se forma en la neutralización de la sal de metal alcalino de N,N-dialquilglicina con el ácido mineral disminuye debido a una clase de efecto salino con el aumento de la concentración de N,N-dialquilglicina. Esto facilita la formación de la disolución acuosa de N,N-dialquilglicina de alta pureza después de la separación sólido-líquido. La separación sólido-líquido en la etapa (iii) se puede llevar a cabo por cualquier medio convencional de separación sólido-líquido, como se ejemplifica por la filtración con un filtro tal como un embudo de Buchner, y la separación por centrifugación.

La separación sólido-líquido anteriormente mencionada se lleva a cabo preferiblemente a una temperatura dentro del intervalo de 10-80°C, aunque la temperatura no está limitada a este. A una temperatura más alta de 80°C, la solubilidad de la sal de ácido mineral aumenta con la temperatura, de modo que aumentan las impurezas disueltas, rebajando la calidad de la disolución acuosa de N,N-dialquilglicina. Por otra parte, a una temperatura inferior a 10°C, la viscosidad de la disolución acuosa de N,N-dialquilglicina es más alta, lo que requiere un tiempo más prolongado para la separación de la sal de ácido mineral y metal alcalino. Por lo tanto la separación se lleva a cabo más favorablemente a una temperatura dentro del intervalo de 30-70°C.

La concentración de la disolución acuosa de alta concentración de N,N-dialquilglicina después de la separación

sólido-líquido depende del grado de la condensación. La concentración se puede ajustar mediante adición de agua según sea necesaria para una concentración deseada. La concentración está preferiblemente en el intervalo de 30-80% en masa según se ha mencionado anteriormente. En consideración al uso para reacciones de síntesis y facilidad de manejo, la concentración está preferiblemente en el intervalo de 40-80% en masa, más preferiblemente 50-80% en masa.

La sal de ácido mineral y metal alcalino que se separa en la etapa (iii) anterior retiene agua adherida u ocluida que contiene en la misma N,N-dialquilglicina disuelta. Esta N,N-dialquilglicina que se adhiere a la sal de ácido mineral y metal alcalino separada se puede recuperar lavando con agua la sal de ácido mineral y metal alcalino, añadiendo el agua de lavado resultante que contiene la N,N-dialquilglicina a la disolución acuosa de sal de metal alcalino de N,N-dialquilglicina o a la suspensión constituida por la disolución acuosa de N,N-dialquilglicina y la sal de ácido mineral y metal alcalino antes o durante la etapa (i) y/o la etapa (ii) de la siguiente repetición, y llevando a cabo la etapa posterior. De este modo, se puede aumentar la tasa de recuperación de la N,N-dialquilglicina.

Las operaciones de condensación, separación, lavado, y recuperación de la disolución de lavado se pueden llevar a cabo consecutivamente o separadamente. En el procedimiento de producción de la presente invención, la organización de las etapas que incluye el orden, repetición, y recuperación, y las condiciones tales como la concentración de la disolución acuosa de N,N-dialquilglicina, la cantidad de sal de ácido mineral y metal alcalino y otros aspectos se ajustan adecuadamente para satisfacer los campos de aplicación y las necesidades.

Ejemplos

La presente invención se describe más específicamente mediante referencia a Ejemplos sin intención de limitar la invención en modo alguno.

En el procedimiento de producción que se describe a continuación, se usó agua desionizada como agua de proceso.

Ejemplo de referencia 1

Una disolución acuosa al 20% en masa de sal de sodio de N,N-dimetilglicina que se había sintetizado a partir de dimetilamina, formalina, y cianuro de sodio mediante reacción de Strecker se condensó a 80°C a presión reducida. Se continuó la condensación hasta que la concentración de la sal de sodio de N,N-dimetilglicina alcanzó el 30% en masa. La disolución acuosa al 30% en masa de sal de sodio de N,N-dimetilglicina así obtenida se dejó en reposo a temperatura ambiente. De este modo, se precipitó sal de sodio de N,N-dimetilglicina cristalina. Se encontró que la solubilidad de la sal de sodio de N,N-dimetilglicina en agua era de 25% en masa (20°C).

Ejemplo 1

A 20 kg de una disolución acuosa al 20% en masa de sal de sodio de N,N-dimetilglicina que se había sintetizado de la misma manera que en el Ejemplo de referencia 1, se añadió ácido sulfúrico del 95% en masa para ajustar el pH de la disolución a 5,0. La disolución acuosa resultante se condensó a 80°C a presión reducida hasta que la concentración de N,N-dimetilglicina alcanzó el 60% en masa. La disolución condensada se enfrió a 50°C y se agitó durante una hora. El sulfato de sodio cristalino precipitado se retiró por centrifugación. De este modo, se obtuvo una disolución acuosa al 60% en masa de N,N-dimetilglicina en una cantidad de 4,7 kg. La disolución acuosa de N,N-dimetilglicina contenía sulfato de sodio a una concentración de 2,3% en masa.

Ejemplo 2

A 20 kg de una disolución acuosa al 20% en masa de sal de sodio de N,N-dimetilglicina que se había sintetizado de la misma manera que en el Ejemplo de referencia 1, se añadió ácido sulfúrico del 95% en masa para ajustar el pH de la disolución a 7,0. La disolución acuosa resultante se condensó a 80°C a presión reducida hasta que la concentración de N,N-dimetilglicina alcanzó el 65% en masa. La disolución condensada se enfrió a 50°C y se agitó durante una hora. El sulfato de sodio cristalino precipitado se retiró por centrifugación. De este modo, se obtuvo una disolución acuosa al 65% en masa de N,N-dimetilglicina en una cantidad de 4,3 kg. La disolución acuosa de N,N-dimetilglicina contenía sulfato de sodio a una concentración de 1,2% en masa. A la disolución acuosa al 65% en masa de N,N-dimetilglicina, se añadió agua pura para producir una disolución acuosa al 60% en masa de N,N-dimetilglicina. Esta disolución acuosa se dejó en reposo a 0°C durante 10 días, pero no se observó precipitado cristalino.

Ejemplo 3

A 20 kg de una disolución acuosa al 20% en masa de sal de sodio de N,N-dimetilglicina que se había sintetizado de la misma manera que en el Ejemplo de referencia 1, se añadió ácido sulfúrico del 95% en masa para ajustar el pH de la disolución a 7,0. La disolución acuosa se condensó a 80°C a presión reducida hasta que la concentración de N,N-dimetilglicina alcanzó el 70% en masa. La disolución condensada se enfrió a 50°C y se agitó durante una hora. El sulfato de sodio cristalino precipitado se retiró por centrifugación. De este modo, se obtuvo una disolución acuosa al 70% en masa de N,N-dimetilglicina en una cantidad de 4,0 kg. La disolución acuosa de N,N-dimetilglicina contenía sulfato de sodio a una concentración de 0,7% en masa. A la disolución acuosa al 70% en masa de N,N-

dimetilglicina, se añadió agua pura para obtener una disolución acuosa al 60% en masa de N,N-dimetilglicina. Esta disolución acuosa se dejó en reposo a 0°C durante 10 días, pero no se observó precipitado cristalino.

Ejemplo 4

5 A 20 kg de una disolución acuosa al 20% en masa de sal de sodio de N,N-dimetilglicina que se había sintetizado de la misma manera que en el Ejemplo de referencia 1, se añadió ácido sulfúrico del 95% en masa para ajustar el pH de la disolución a 7,0. Separadamente, el sulfato de sodio cristalino obtenido en el Ejemplo 2 se lavó con igual peso de agua. El agua de lavado así obtenida se mezcló con la disolución anterior que tenía el pH ajustado a 7,0 por adición de ácido sulfúrico. Esta mezcla se condensó a 80°C a presión reducida hasta que la concentración de N,N-dimetilglicina alcanzó el 65% en masa. La disolución condensada se enfrió a 50°C y se agitó durante una hora. El sulfato de sodio cristalino precipitado se retiró por centrifugación. De este modo, se obtuvo una disolución acuosa al 60% en masa de N,N-dimetilglicina en una cantidad de 4,9 kg. La disolución acuosa de N,N-dimetilglicina contenía sulfato de sodio a una concentración de 1,2% en masa. El sulfato de sodio lavado contenía N,N-dimetilglicina con un contenido de 0,6% en masa.

Ejemplo 5

15 Se disolvió sal de sodio de N,N-dietilglicina sólida en polvo (producida por Tokyo Kasei Kogyo K.K. Japón) en agua desionizada. La solubilidad en agua de la sal de sodio de N,N-dietilglicina era de 34% en masa (20°C). A 342 g de esta disolución acuosa al 34% en masa, se añadió ácido sulfúrico del 98% en masa para ajustar el pH a 6,6. Esta disolución acuosa se condensó a 90°C a presión reducida hasta que la concentración de la sal de sodio de N,N-dietilglicina alcanzó el 67% en masa. La disolución condensada se enfrió a 40°C y se agitó durante una hora. El sulfato de sodio cristalino precipitado se retiró a 40°C usando un filtro de vacío de Buchner. De este modo, se obtuvo una disolución acuosa al 67% en masa de N,N-dietilglicina en una cantidad de 125 g. La disolución acuosa de N,N-dietilglicina contenía sulfato de sodio a una concentración de 0,9% en masa.

Ejemplo 6

25 A 342 g de la disolución acuosa al 34% en masa de N,N-dietilglicina que se había preparado de la misma manera que en el Ejemplo 5, se añadió ácido sulfúrico del 98% en masa para ajustar el pH a 5,0. Esta disolución acuosa se condensó a 80°C a presión reducida hasta que la concentración de la sal de sodio de N,N-dietilglicina en la disolución alcanzó el 67% en masa. La disolución condensada se enfrió a 60°C y se agitó durante una hora. El sulfato de sodio cristalino precipitado se retiró a esta temperatura usando un filtro de vacío de Buchner. De este modo, se obtuvo una disolución acuosa al 67% en masa de N,N-dietilglicina en una cantidad de 121 g. La disolución acuosa de N,N-dietilglicina contenía sulfato de sodio a una concentración de 0,9% en masa.

30 La disolución acuosa de alta concentración de dialquilglicina de la presente invención facilita la reducción del coste de almacenamiento y transporte. Esta disolución acuosa de alta concentración de N,N-dialquilglicina es conveniente para uso como material básico para reacción de síntesis en comparación con N,N-dialquilglicina cristalina.

35 La disolución de alta concentración de N,N-dialquilglicina se puede usar, tal como está, en un procedimiento de síntesis posterior. De este modo se mejora la eficacia de la reacción y se aumenta la productividad.

REIVINDICACIONES

1. Una disolución acuosa de alta concentración de una N,N-dialquilglicina, producida a partir de una sal de metal alcalino de N,N-dialquilglicina como material básico, y que contiene la N,N-dialquilglicina que se representa mediante la Fórmula (I) a continuación:



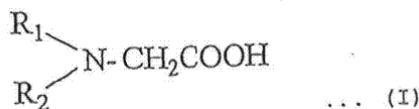
(en la que R_1 y R_2 pueden ser iguales o diferentes y son respectivamente un alquilo lineal o un alquilo ramificado de 1-4 átomos de carbono) a una concentración que oscila desde 30% hasta 80% en masa, y una sal de ácido mineral y metal alcalino a una concentración que oscila desde 0,3% hasta 3% en masa.

2. Una disolución acuosa de alta concentración de una N,N-dialquilglicina según la reivindicación 1, en la que la concentración de la N,N-dialquilglicina que se representa mediante la Fórmula (I) oscila desde 50% hasta 80% en masa.

3. La disolución acuosa de alta concentración de una N,N-dialquilglicina según la reivindicación 1 o la 2, en la que R_1 y R_2 son ambos grupos metilo.

4. La disolución acuosa de alta concentración de una N,N-dialquilglicina según la reivindicación 1 o la 2, en la que R_1 y R_2 son ambos grupos etilo.

5. Un procedimiento para producir una disolución acuosa de alta concentración de una N,N-dialquilglicina, que se representa mediante la Fórmula (I) a continuación:



(en la que R_1 y R_2 pueden ser iguales o diferentes y son respectivamente un alquilo lineal o un alquilo ramificado de 1-4 átomos de carbono) a una concentración que oscila desde 30% hasta 80% en masa; comprendiendo el procedimiento al menos las etapas de:

(i) neutralizar una disolución acuosa de una sal de metal alcalino de N,N-dialquilglicina con un ácido mineral,

(ii) condensar la disolución acuosa obtenida en la etapa anterior retirando agua para producir una suspensión en la que la concentración de N,N-dialquilglicina se ajusta de modo que la concentración de N,N-dialquilglicina después de la siguiente etapa (iii) está en el intervalo de 30-80% en mas, y

(iii) separar, mediante separación sólido-líquido, la sal de ácido mineral y metal alcalino precipitada de la suspensión resultante de la disolución acuosa de N,N-dialquilglicina y la sal de ácido mineral y metal alcalino en la etapa anterior.

6. El procedimiento para producir una disolución acuosa de alta concentración de una N,N-dialquilglicina según la reivindicación 5, en el que la sal de metal alcalino de N,N-dialquilglicina es una sal de sodio de N,N-dialquilglicina.

7. El procedimiento para producir una disolución acuosa de alta concentración de una N,N-dialquilglicina según la reivindicación 5, en el que el ácido mineral que se usa en la etapa (i) es ácido sulfúrico.

8. El procedimiento para producir una disolución acuosa de alta concentración de una N,N-dialquilglicina según la reivindicación 6, en el que el ácido mineral que se usa en la etapa (i) es ácido sulfúrico.

9. El procedimiento para producir una disolución acuosa de alta concentración de una N,N-dialquilglicina según cualquiera de las reivindicaciones 5 a 8, en el que la disolución acuosa se neutraliza a un pH de 3 a 9 en la etapa (i).

10. El procedimiento para producir una disolución acuosa de alta concentración de una N,N-dialquilglicina según cualquiera de las reivindicaciones 5 a 8, en el que la separación sólido-líquido en la etapa (iii) se lleva a cabo a una temperatura que oscila desde 10°C hasta 80°C.

11. El procedimiento para producir una disolución acuosa de alta concentración de una N,N-dialquilglicina según cualquiera de las reivindicaciones 5 a 8, en el que la sal de ácido mineral y metal alcalino separada se lava con agua para recuperar la N,N-dialquilglicina que se adhiere a la sal de ácido mineral y metal alcalino.

12. El procedimiento para producir una disolución acuosa de alta concentración de una N,N-dialquilglicina según la reivindicación 11, en el que el agua resultante después del lavado de la sal de ácido mineral y metal alcalino se añade a la disolución o suspensión antes de la anterior etapa (i) y/o (ii) para recuperar la N,N-dialquilglicina que se adhiere a la sal de ácido mineral y metal alcalino.