

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 645 218**

51 Int. Cl.:

C07C 231/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **18.03.2006** E 06005589 (4)

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **26.07.2017** EP 1842844

54 Título: **Procedimiento continuo para la producción de alquilamidas de ácido monocarboxílico**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
04.12.2017

73 Titular/es:

**COGNIS IP MANAGEMENT GMBH (100.0%)
HENKELSTRASSE 67
40589 DÜSSELDORF, DE**

72 Inventor/es:

**BIGORRA LLOSAS, JOAQUÍN DR.;
RAYA, JAVIER;
BRAU BALAGUE, EMILIO;
SEVA, MANUEL;
FRANCIA, IVÁN y
VALLS, RAMÓN**

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

Observaciones:

Véase nota informativa (Remarks, Remarques o Bemerkungen) en el folleto original publicado por la Oficina Europea de Patentes

ES 2 645 218 T3

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).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento continuo para la producción de alquilamidas de ácido monocarboxílico

Objeto de la invención

5 La presente invención se refiere al área de disolventes verdes y cubre un procedimiento mejorado para la producción de alquilamidas de ácido monocarboxílico como se define en las reivindicaciones.

Estado de la técnica

10 Las alquilamidas de ácidos carboxílicos son intermedios bien conocidos para la fabricación de polímeros. Las alcanolamidas de ácidos grasos, que forman un subgrupo de esta especie, también se aplican como refuerzos de espuma en detergentes, mientras que particularmente amidas, que están basadas en dimetilamina y ácidos grasos de cadena media, se utilizan como los llamados disolventes "verdes" respetuosos con el medio ambiente, particularmente en la agricultura.

15 Normalmente, las alquilamidas de ácido carboxílico se obtienen a partir de la reacción de triglicéridos, ácidos carboxílicos, sus ésteres o haluros con alquil o alcohol aminas (véase, por ejemplo, US 5,388,644). Sin embargo, los haluros, particularmente los cloruros, son difíciles de manejar, altamente corrosivos y tóxicos. En el caso de ésteres o triglicéridos, se obtienen alcoholes o glicerol como un subproducto no deseado que necesita ser separado y por lo tanto hace el procedimiento costoso. La reacción entre ácidos carboxílicos y aminas suele tener lugar en la fase gaseosa, lo que hace necesario el uso de reactores cerrados y alta presión. Debido a la formación de sal, es necesario un exceso de amina para conseguir una conversión aceptable. Por lo tanto, o bien se ha de eliminar la amina que no ha reaccionado después de que se ha completado la amidación, lo que tiene un impacto negativo en los costes de fabricación, o se debe aceptar un cierto nivel de amina libre en el producto, lo que no siempre es posible, especialmente en casos en los que las amidas se utilizan como disolventes respetuosos con el medio ambiente. El documento WO 94/15905 describe un procedimiento para la amidación de ácidos carboxílicos utilizando un catalizador de metal de transición soportado. El documento RO 119 297 describe un procedimiento para obtener formamidas N-sustituidas, utilizadas como medios de reacción o intermedios en la síntesis orgánica. El documento US 6,723,877 B1 describe la síntesis de dimetilformamida por destilación reactiva de formiato de metilo y dimetilamina. Se divulga la síntesis de D2-oxazolininas y d2-tiazolidinas a partir de N-Acil-2-aminoetanolos en J. AM. Chem. Soc., Vol 57, 1935, páginas 1079 - 1080.

Descripción de la invención

30 La presente invención reivindica un procedimiento continuo para la producción de alquilamidas de ácido monocarboxílico, que se caracteriza porque:

(a) se coloca un ácido monocarboxílico fresco en un primer reactor (R1) equipado con una columna de destilación (C1) y sometido a una reacción con una alquilamina gaseosa para formar una premezcla que consiste en alquilamida de ácido monocarboxílico y ácido monocarboxílico sin reaccionar, mientras que se destila el agua de condensación;

35 (b) dicha premezcla se transfiere a un segundo reactor (R2) que también está equipado con una columna de destilación (C2) y sometido a una reacción adicional con alquilamina gaseosa para convertir sustancialmente todo el ácido monocarboxílico sin reaccionar en una alquilamida de ácido monocarboxílico; y

(c) toda la alquilamina gaseosa que no ha reaccionado se transfiere al primer reactor (R1) para iniciar la reacción de amidación;

40 En el que dichos ácidos monocarboxílicos y dichas alquilaminas reaccionan en cantidades estequiométricas; caracterizado porque se hacen reaccionar ácidos grasos C₆-C₂₂ con dimetilamina y se caracteriza porque la amidación se realiza a una presión en el intervalo de 1 a 5 bar.

De acuerdo con la presente invención, es posible por primera vez producir amidas de diversos tipos de ácidos monocarboxílicos y dimetilaminas

45

- o continuamente,
- o en un procedimiento cerrado sin generar subproductos no deseados, y
- o bajo condiciones estequiométricas y por lo tanto bastante económicas, lo que significa que ninguno de los compuestos se utiliza en exceso.

Ácidos monocarboxílicos

50 Una ventaja especial de la presente invención es producir amidas de ácidos grasos C₆-C₂₂ de cadena media y larga, tales como ácido caproico, ácido caprílico, ácido caprínico, ácido láurico, ácido mirístico, ácido palmítico, ácido palmoleico, ácido esteárico, ácido isoesteárico, ácido oleídico ácido elaídico, ácido linólico ácido linoleico, ácido

ricinólico, ácido 12-hidroxiesteárico, CLA, ácido gadoleico, ácido araquidónico, ácido behénico, ácido erúxico y sus mezclas técnicas, tales como ácido graso de coco, ácido graso de palmoil o ácido graso de sebo.

En la presente invención, los ácidos grasos C_6 - C_{22} se hacen reaccionar con dimetilamina (DMA).

Procedimiento de fabricación

5 El procedimiento de acuerdo con la presente invención se ilustra en la Figura 1, que muestra un ejemplo preferido para la producción de dimetilamidas de ácidos grasos. Una ventaja principal de la invención es que los socios de reacción se hacen reaccionar en cantidades estequiométricas, lo que significa que un mol de dimetilamina se hace reaccionar con un mol de ácidos grasos C_6 - C_{22} . Con la excepción del agua de condensación, que se separa de la mezcla de reacción para desplazar la balanza al lado del producto, tampoco hay subproductos formados, ni tampoco son necesarias las medidas necesarias para reciclar aminas o ácidos excesivos. La amidación tiene lugar en dos reactores correspondientes que forman un sistema cerrado. La reacción se realiza normalmente a una temperatura en el intervalo de 150 a 250 °C, y preferiblemente de 200 a 220 °C, mientras que la presión varía de 1 a 5, preferiblemente de 1,5 a 2 bar.

15 El primer reactor sirve para la producción de una premezcla de ácidos monocarboxílicos y sus alquilamidas. Para este fin, se colocan en el reactor (R1) ácido monocarboxílico fresco como se define en las reivindicaciones (o incluso sus mezclas). Se introduce DMA gaseoso en el reactor, preferiblemente por medio de boquillas, o simplemente por burbujeo a través del ácido líquido. La amidación tiene lugar bajo agitación vigorosa. El agua de condensación se destila por la columna C1 y se enfría fuera del reactor. Una vez que el número de ácido ha disminuido hasta un valor equivalente de 20 a 90 y preferiblemente de 40 a 70 % en peso, la premezcla así obtenida deja el reactor R1 y entra en la parte superior de la columna C2 que está conectada al reactor R2. Dicho reactor sirve para completar la amidación. Mientras la premezcla desciende a través de la columna C2, se conduce DMA gaseoso a contracorriente para reaccionar con el ácido graso libre como se define en las reivindicaciones en la premezcla. Las alquilamidas de ácido monocarboxílico como se definen en las reivindicaciones se recogen en el fondo del reactor y se pueden volver a reciclar al fondo de la columna C2 para asegurar que se ha convertido todo el ácido graso. El agua formada durante la condensación se destila por la columna C2. El producto sale del reactor hasta que el valor de ácido ha alcanzado el valor deseado, usualmente un número de menos de 6. Cualquier DMA gaseoso que no haya reaccionado con el ácido graso libre en la premezcla se utiliza para alimentar el reactor R1 para cerrar el círculo. La alquilamida de ácido monocarboxílico tal como se define en las reivindicaciones así obtenidas puede ser sometida a procedimientos de purificación convencionales, tales como lavado, desodorización, etc.

30 En una realización preferida, la alquilamina gaseosa se produce in situ a partir de su solución acuosa. Con este fin, dicha solución acuosa, por ejemplo, una solución acuosa de DMA que comprende aproximadamente 60 % de en peso, de agua, se introduce en el medio de una columna de fraccionamiento estándar. Normalmente, las condiciones dentro de la columna son de 120 a 140°C y de 1,5 a 2,5 bar, mientras que la temperatura en la parte superior de la columna está en el intervalo de 50 a 60°C. Mientras que el agua se recoge en la parte inferior, el DMA gaseoso sale de la parte superior de la columna y se introduce directamente en el reactor R2.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento continuo para la producción de alquilamidas de ácido monocarboxílico, **caracterizado porque:**
- 5 (a) se coloca un ácido monocarboxílico fresco en un primer reactor (R1) conectado con una columna de destilación (C1) y se somete a una reacción con una alquil amina gaseosa para formar una premezcla que consiste en alquilamida de ácido monocarboxílico y ácido monocarboxílico sin reaccionar, mientras que se destila el agua de condensación;
- (b) dicha premezcla se transfiere a un segundo reactor (R2) equipado también con una columna de destilación (C2) y sometida a una reacción adicional con alquilamina gaseosa para convertir sustancialmente todo el ácido monocarboxílico sin reaccionar en una alquil amida de ácido monocarboxílico; y
- 10 (c) toda la alquil amina gaseosa que no ha reaccionado se transfiere al primer reactor (R1) para iniciar la reacción de amidación;
- en el que dichos ácidos monocarboxílicos y dichas alquilaminas reaccionan en cantidades estequiométricas; **caracterizado porque** se hacen reaccionar ácidos grasos C₆-C₂₂ con dimetilamina y se **caracteriza porque** la amidación se lleva a cabo a una presión en el intervalo de 1 a 5 bar.
- 15 2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado porque** la amidación se lleva a cabo a una temperatura en el intervalo de 150 a 250 °C.
3. Procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 o 2, **caracterizado porque** la alquilamina gaseosa se genera in situ por fraccionamiento de la solución acuosa respectiva.
- 20 4. Procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado porque** la premezcla que deja el reactivo R1 contiene entre 10 y 60 % en peso de alquilamida de ácido monocarboxílico.
5. Procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado porque** dicha premezcla y dicha alquilamina gaseosa se conducen a contracorriente para formar las alquil amidas en el reactor R2.
6. Procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, **caracterizado porque** dicha alquilamina gaseosa que no ha reaccionado se extrae de la mezcla de reacción en el reactor R2 a través de la columna C2.
- 25

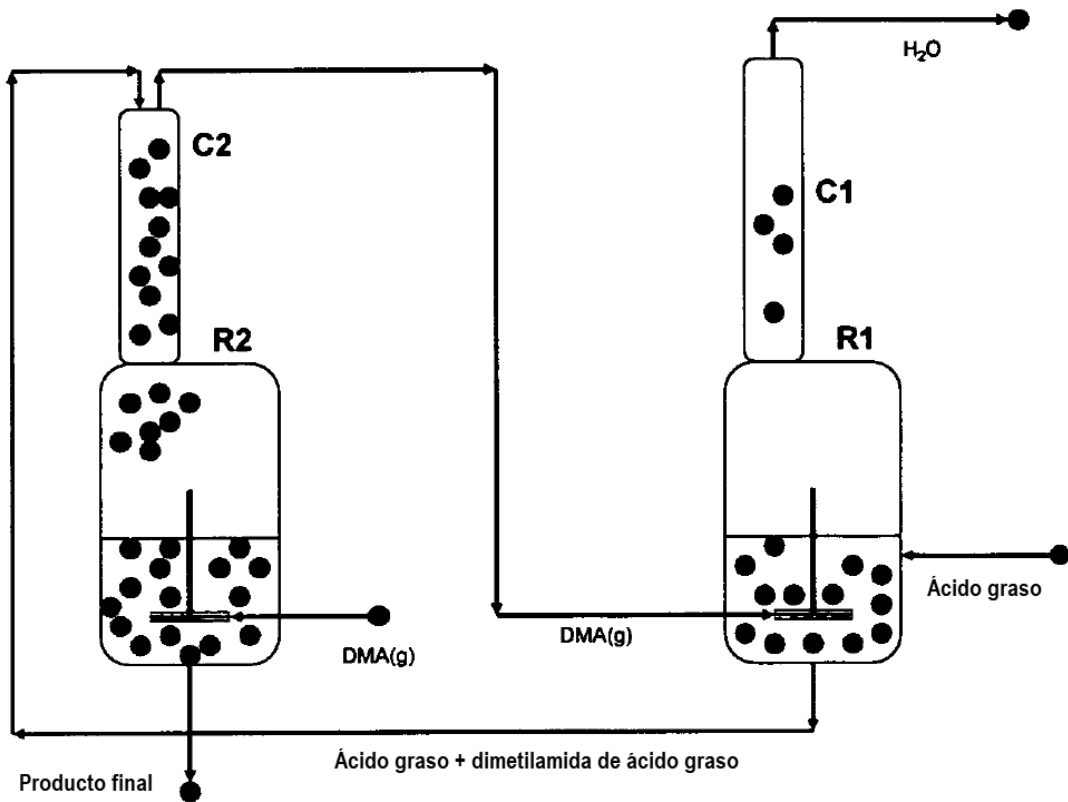


Figura 1

Esquema de flujo para la amidación de un ácido graso con dimetilamina (DMA)