

201297

P - 9.528.-

Nº 60.792 Case
2 - 230 - A .-

MALA REPRODUCCION
POR DEFECTO DEL ORIGINAL

201297



- 7 ENE. 1952

- 7 ENE. 1952

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

PATENTE DE INVENCION

en

ESPAÑA

por VEINTE años

a nombre de MATHIESON CHEMICAL CORPORATION, entidad norteamericana, establecida en Ten Light Street, Baltimore, Maryland, Estados Unidos de América, por:

" UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE
OXIMA DE CICLOHEXANONA POR REDUCCION DE NITROCICLOHEXANO " .-

Es sabido que, en un medio ácido, con cloruro estannoso el nitrociclohexano puede reducirse a oxima de ciclohexanona. Con rendimiento muy bajo, del nitrociclohexano también puede obtenerse oxima de ciclohexanona mediante el empleo de agentes reductores que desprenden hidrógeno nascente en un medio alcalino. Por último, se obtiene oxima de ciclohexanona



por la reducción catalítica de nitrociclohexano con hidrógeno en presencia de catalizadores que, además de plata y posiblemente cobre, contienen cromo y cinc.

5 Se ha descubierto que puede obtenerse con buen rendimiento oxima de ciclohexanona del nitrociclohexano en presencia de catalizadores de níquel mediante su tratamiento con amoníaco. Se sabe que, en las mismas condiciones, se forman solamente vestigios de oxima de ciclohexanona en presencia de hidrógeno. La reducción puede efectuarse también en presencia de materias orgánicas, posiblemente con soluciones o diluyentes miscibles con agua, por ejemplo, alcoholes. Con preferencia se hace actuar el amoníaco sometiénolo a elevación de presión y elevación de temperatura. Como catalizadores son especialmente adecuados los que tienen armazón de níquel, como los que se obtienen, por ejemplo, tratando las aleaciones de níquel y aluminio con álcalis, y también los catalizadores portadores de níquel, como los que se preparan por conocidos procedimientos, precipitando metal activo, por ejemplo sobre piedra pomez, piezas de arcilla, óxido aluminico o tierra de infusorios.

Los catalizadores, según la invención, pueden también contener adiciones de cobalto, cinc, magnesio o cobre y metales alcalinotérreos o alcalinos.

25 La oxima de ciclohexano así obtenida es un valioso producto intermedio para la preparación de superpoliamidas.

E J E M P L O I.

100 partes en peso de nitrociclohexano y 10 par-

201297



ENE. 195

tes en peso de catalizador de armazón de níquel que contenga pequeñas cantidades de álcali se mezclan en una autoclave a alta presión con 250 partes en peso de amoniaco líquido, y se agitan durante 8 horas a una temperatura de 120-140 grados.

5 El residuo que queda después de la evaporación del exceso de amoniaco se separa del catalizador por filtrado, después de dilución con metanol, y se divide mediante destilación fraccionada en el vacío. De la fracción con punto de ebullición 90-110°, al refrigerar se separa oxima de ciclohexanona con punto
10 de fusión a 87-88 grados.

E J E M P L O 2.

15 50 partes en peso de nitrociclohexano y 10 partes en peso del catalizador citado en el ejemplo 1 se diluyen en 500 partes en peso de metanol saturado con amoniaco, y se remueven en autoclave a alta presión durante 8 horas a 110-120 grados. Después de refrigerar, la mezcla de reacción se trabaja como se ha explicado en el ejemplo 1, con lo cual se obtie
20 ne oxima de ciclohexanona cristalizada con punto de fusión a 88 grados.

E J E M P L O 3.

25 100 partes en peso de nitrociclohexano y 10 partes en peso de un catalizador de níquel-cromo que se precipita sobre piedra pómez molida se remueven con 200 partes en peso de alcohol y 50 partes en peso de amoniaco líquido en una autoclave a alta presión durante 12 horas a 100-130 grados. Des-



pués de evaporar el exceso de amoniaco y de separar por filtra-
do el catalizador, se destila el disolvente y se fracciona el
residuo en el vacío, con lo cual la fracción con punto de ebu-
llición 86-96 grados se solidifica casi exclusivamente en oxima
de ciclohexanona pura.

La presente solicitud, que corresponde a la pre-
sentada en Alemania Occidental, con fecha 26 de Enero de 1.951
bajo el número W 5050 IVc/120, se acoge a los beneficios del
Artículo 51 del vigente Estatuto-Ley sobre Propiedad Industrial.

- N O T A -

Los puntos de invención propia y nueva que se
presentan para que sean objeto de la presente solicitud de Pa-
tente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguien-
tes:

1º.- Procedimiento para la presentación de
oxima de ciclohexanona por reducción de nitrociclohexano, que
se caracteriza por que la reducción se efectúa por medio de
amoniaco en presencia de catalizadores de niquel bajo presión
y aumento de temperatura.

2º.- Procedimiento, según la reivindicación 1,
que se caracteriza por el empleo de catalizadores de niquel pre-
parados por tratamiento alcalino de una aleación de niquel con

201297

7 ENE.



un metal soluble en hidróxido alcalino acuoso.

3º.- Procedimiento, según la reivindicación 1ª, caracterizado por el empleo de catalizadores portadores de níquel.

5 4º.- Procedimiento, según las reivindicaciones 1ª a 3ª, caracterizado por el empleo de catalizadores de níquel que contienen adiciones de cobalto, cromo, zinc, manganeso o cobre.

10 5º.- Un procedimiento para la preparación de oxima de ciclohexanona por reducción de nitrociclohexanona.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y para los fines que se han especificado.

La presente Memoria consta de cinco hojas escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid,

7 ENE. 1952

P. A.

Alfonso de Elzaburu
Por Poder,