

252070

P - 18.735.

1145 S

24 OCT. 1959

252070



MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

P A T E N T E   D E   I N V E N C I O N

e n

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de STAMICARBON N.V., entidad holandesa, establecida en 2 van der Maessenstraat, Heerlen, Holanda, por:

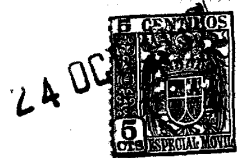
"UN PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR  $\alpha$ -AMINOLACTAMA".

La invención se refiere a la preparación de  $\alpha$ -aminolactamas.

Se ha propuesto anteriormente, en ciertos ácidos capróticos sustituidos, tales como ácido  $\alpha$ -cloro- $\omega$ -benzoilaminocaprótico, ácido  $\alpha$ -bromo- $\alpha$ -benzoilaminocaprótico y ácido  $\alpha$ -cloro- $\omega$ -acetilaminocaprótico, reemplazar el átomo de halógeno  $\alpha$  por un grupo amino mediante un tratamiento con amoníaco.

Sin embargo, las  $\alpha$ -aminolactamas no pueden obtenerse fácilmente de manera análoga partiendo de las correspondientes halógenolactamas, porque se produce rotura de anillo y se forman otros productos.

252070



Según una publicación aparecida en J. Chem. Soc., 1943, pág. 39, solamente se obtiene un pequeño rendimiento de  $\alpha$ -aminocaprolactama al calentar el ester lisinamético.

Se ha encontrado ahora que puede obtenerse un rendimiento elevado de las  $\alpha$ -aminolactamas difícilmente obtenibles, de una manera sencilla, por reducción de  $\alpha$ -nitrolactamas con hidrógeno.

Pueden prepararse  $\alpha$ -nitrolactamas hidrolizando 3-nitroazacicloalcanona-2-N-carbocloruros con agua a una temperatura de 50° C., por lo menos.

La reducción de las  $\alpha$ -nitrolactamas puede realizarse de diferentes maneras. Puede utilizarse, no solo hidrógeno molecular, sino también hidrógeno atómico, formado, por ejemplo, en una suspensión o solución de la nitrolactama. Además, la reducción puede hacerse con ayuda de catalizadores de hidrogenación, entre los cuales son ejemplos bien conocidos el níquel de Raney, el cobalto de Raney, el platino, paladio y otros metales o compuestos metálicos.

De acuerdo con un modo preferido para poner en práctica el proceso de acuerdo con la invención, una nitrolactama, dispersada en un líquido inerte, se reduce con hidrógeno bajo presión superior a la atmosférica, en presencia de un catalizador de hidrogenación. Se ha encontrado que de este modo puede obtenerse en corto tiempo una transformación prácticamente completa, por regla general en 15-30 minutos. La presión puede escogerse dentro de amplios límites, y puede ser, por ejemplo de 50, 80, 100, 150, 200 o 300 atm. o incluso más, si se desea. También puede disponerse de amplio margen en la temperatura de reacción. Puede ser, por ejemplo, 50, 70, 90, 100, 130 o 150° C. A temperaturas mayores aumenta el peligro de descomposición. Cuando se reduce la nitrolactama en un agente de dispersión, puede elegirse la temperatura y la presión de manera que haya presente una fase líquida.

Puede utilizarse como líquido inerte cualquier líquido que

252070

240



5 sea inerte en las condiciones de reacción, Preferiblemente, se utiliza como medio de dispersión agua y/o un alcohol miscible con agua, tal como etanol o isopropanol. Esto tiene la ventaja de que la  $\alpha$  aminolactama formada se disuelve en el medio de dispersión, de manera que el catalizador puede separarse del producto de reacción de un modo sencillo, por ejemplo, filtrando. Además, la fase líquida queda entonces homogénea durante la reducción, ya que el agua formada es retenida en la fase continua.

10 La aminolactama puede separarse de la solución alcohólica o acuosa, por ejemplo, evaporando el disolvente.

15 En el procedimiento de acuerdo con la invención, las  $\alpha$ -nitrolactamas se convierten en las correspondientes  $\alpha$ -aminolactamas. Por ejemplo, partiendo de  $\alpha$ -nitro-valerolactama, puede obtenerse la  $\alpha$ -aminovalerolactama; de la  $\alpha$ -nitro-caprolactama, la  $\alpha$ -aminocaprolactama y de la  $\alpha$ -nitro-enantolactama, la  $\alpha$ -aminoenantolactama. Igualmente, las  $\alpha$ -nitrolactamas que contengan un número mayor de átomos de carbono en la molécula, por ejemplo 11, 12 13 ó más, se reducen a las correspondientes  $\alpha$ -aminolactamas.

20 Las  $\alpha$ -aminolactamas obtenidas son importantes como productos de partida para la preparación de materias alimenticias albuminoideas, tales como lisina.

#### Ejemplo 1

25 En un autoclave cilíndrico de  $\frac{1}{2}$  litro, provisto de agitador magnético, se ponen en suspensión 50 gr. de  $\alpha$ -nitro-caprolactama y 5 gr. de catalizador paladio-carbono en 250 ml. de etanol de 96% en peso.

30 La reducción se realiza entonces a una temperatura de 80° C. y una presión inicial de hidrógeno de 150 atmósferas. Después de 30 minutos, la reducción está terminada y el autoclave se enfría



252070

hasta la temperatura ambiente.

El catalizador se separa de la mezcla de reacción filtrando y lavando con etanol. De la solución resultante, se obtienen 40 gr. de  $\alpha$ -aminocaprolactama después de haber evaporado el disolvente. Rendimiento 98,8%.

#### Ejemplo 2

Utilizando el mismo procedimiento descrito en el Ejemplo 1, se realiza ahora la reducción a una temperatura de 140° C.

Al cabo de 15 minutos la reducción está ya terminada y el autoclave se enfría.

Se obtienen 40,1 gr. de  $\alpha$ -aminocaprolactama, lo que corresponde a un rendimiento de 99%.

#### Ejemplo 3

En un autoclave de 2 litros, provisto de un agitador magnético, se suspenden 237 gr. de  $\alpha$ -nitrocaprolactama y 4,5 gr. de catalizador de níquel de Raney, en 1,2 litros de isopropanol acuoso al 70% en peso.

La reducción se realiza a una temperatura de 97-100° C. y una presión inicial de hidrógeno de 150 atm.

Después de 20 minutos, se enfría el autoclave hasta 30° C. y se abre después de haber relajado la presión.

El catalizador se separa por filtración y lavando con agua a 30° C. El agua de lavado se añade sobre el filtrado y, de la solución resultante se obtienen 189 gr. de  $\alpha$ -aminocaprolactama después de evaporar el líquido. Rendimiento: 98,4 %.

#### Ejemplo 4

En un autoclave de 5 litros provisto de agitador magnético se suspenden 553 gr. de  $\alpha$ -nitrocaprolactama y 12 gr. de catali-



24 00

252070

zador de níquel de Raney en 3 litros de agua.

La reducción se realiza a una temperatura de 105° C. y una presión inicial de hidrógeno de 130 atmósferas.

Después de 20 minutos la reducción está terminada y el autoclave se enfría a 50° C.

La suspensión resultante de la reacción se filtra en caliente y la masa de catalizador se lava con agua caliente.

De la solución acuosa se obtienen 445 gr. de  $\alpha$ -aminocaproactama, o sea, un rendimiento de 99,3%.

Esta solicitud que corresponde a la presentada en Holanda, con fecha 15 de Octubre de 1.958, bajo el número 232.315, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

- N O T A -

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

1.- Un procedimiento para preparar  $\alpha$ -aminolactama, que comprende reducir una  $\alpha$ -nitrolactama con hidrógeno.

2.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la nitrolactama se reduce mientras está dispersada en un líquido inerte, bajo presión superior a la atmosférica y en presencia de un catalizador de hidrogenación.

3.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 o la 2, en el que la nitrolactama se reduce mientras está dispersada en agua y/o un alcohol miscible con agua.



24 D

252070

4.- Un procedimiento para preparar  $\alpha$ -aminolactama.

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

La presente Memoria consta de seis hojas escritas a máquina por una sólo cara.

5

Madrid, 24 OCT. 1959

P. A.

Alberto de Elzaburu  
Por Poder

MCR/.