

PATENTE DE INVENCION

SC 2769.

=====
331797

Memoria Descriptiva

sobre

"PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION
DE AMINO-NITRILOS ALIFATICOS"

Solicitante: RHONE-POULENC S.A., entidad francesa, residente
en 22 Avenue Montaigne, Paris 8e, Francia.

=====

La presente invención se refiere a un procedimien-
to de preparación de amino-nitrilos alifáticos a partir
de lactamas. Se refiere en particular a un procedimiento
de preparación del amino - 6 hexano nitrilo a partir de
caprolactama.

5.



Los ω -amino-nitrilos son productos interesantes porque constituyen una via de acceso ventajosa a las diaminas y a los ω -aminoácidos utilizados convenientemente en la fabricación de los polímeros.

- 5. Es conocido el preparar los ω -amino-nitrilos por diversos procedimientos (reducción selectiva de los dinitrilos, acción de amoniaco sobre los ω -cloro nitrilos). Es conocido igualmente el prepararlos haciendo reaccionar, en fase vapor, las lactamas correspondientes con amoniaco en presencia de un catalizador de deshidratación (patente francesa n^o 1163 699), siendo la condición imperativa de buena marcha de la reacción que este catalizador tenga una reacción neutra en el agua.

- 15. Ahora bien, ha sido encontrado que se pueden preparar ω -amino-nitrilos alifáticos de fórmula $H_2N-R-CN$ en la cual R es un radical alcohileno, cuando se hacen reaccionar lactamas con amoniaco a temperaturas del orden de 250 a 450°C y en presencia de un catalizador de deshidratación de reacción ácida en el agua.

- 20. Las lactamas que se pueden tratar según la invención responden a la fórmula general



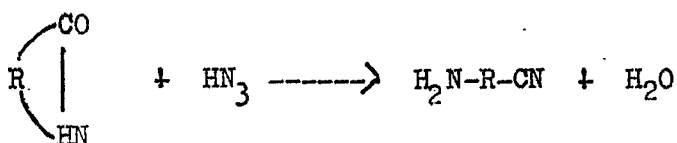
- 25. en la que R representa un agrupamiento $-(CH_2)_n-$, eventualmente sustituido, estando n comprendida entre 3 y 12. Se pueden tratar así por ejemplo la caprolactama, la caprilactama, la laurillactama.

- 30. Los catalizadores son catalizadores de reacción ácida en el agua tal como el ácido fosfórico sobre soporte, el fosfato de boro, las mezclas de ácidos -



minerales y/o de sus anhídridos. Se utilizan estos catalizadores bajo una forma granular, pudiendo variar el grosor de los granos de 1 a 10 mm, sin ser no obstante limitativa.

5. La reacción corresponde a la ecuación



10. Prácticamente, se pone una cantidad excesiva de amoníaco y utiliza preferentemente de 6 a 20 moles NH_3 por mol de lactama, porque un exceso de amoníaco favorece a un grado de transformación más elevado y evita la formación de productos secundarios.

15. La reacción es ventajosamente efectuada haciendo circular la mezcla de vapores de lactama y de amoníaco gaseoso sobre el catalizador llevado a la temperatura de 250-450° C y preferentemente de 350 - 410°C. La llegada de los productos reaccionantes en el reactor se hace con un gasto tal que su duración de contacto en la zona catalítica sea de algunos segundos. A la salida del reactor, se condensan los productos orgánicos y separa por destilación el amino-nitrilo buscado y la lactama no transformada.

20. Los ejemplos siguientes dados a título no limitativo, ilustran la invención y muestran como puede ser puesta en práctica.

EJEMPLO 1

25. En un tubo de vidrio "pyrex" que tiene un diámetro de 40 mm y una altura de 740 mm. se cargan en la zona media 126 g de un catalizador (altura

30.



- del lecho catalítico 160 mm) que ha sido obtenido -
calcinando durante una hora a 600°C una mezcla de
376 g de ácido fosfórico al 86% y 186 g de ácido bó-
rico y después triturado en granos de 1,25 mm-2 mm.
5. Encima del lecho catalítico, que reposa sobre un -
enrejado, se dispone un lecho de anillos Raschig de
vidrio sobre una altura de 280 mm que sirven para el
precalentamiento de los reactivos. En la parte super-
rior del tubo se alimenta simultáneamente amoniaco
10. precalentado a 370°C, cuyo gasto, medido a 20°C y
bajo presión normal, es de 200 l/hora, y caprolac-
tama líquida precalentada a 100°C, cuyo gasto es
de 60 g/hora. La duración de contacto vapor/cata-
lizador es así de 1,4 segundos y la relación molar
amoniaco/ caprolactama : 15,5. El tubo se calienta
15. con ayuda de un horno y las temperaturas son de 317
a 382°C en la zona de precalentamiento y de 382 a
402°C en el lecho de catalizador. Los productos sa-
lientes del tubo son recibidos en una ampolla refri-
gerada, en la cual se condensan los productos de la
reacción, mientras que el amoniaco que se separa de
ellos y se escapa a la parte superior de la ampolla
es, a continuación absorbido en una columna rellena
de anillos Raschig regada continuamente por alcohol
20. etílico. Al cabo de 3 horas, se para la operación, -
habiendo tratado así 182 g de caprolactama.

Se reunen entonces los productos con-
densados en la ampolla con el alcohol de lavado, ex-
pulsando el alcohol etílico por evaporación y destila-
30. el producto restante. Se aísla así una primera frac-



5. $Eb_{14} = 105-120^{\circ} C$ que pesa 117,9 g y una segunda - fracción $Eb_{0,1} = 87-112^{\circ} C$ que pesa 59,1 g que es únicamente caprolactama no transformada. Una dosificación por cromatografía en fase gaseosa indica que la primera fracción está constituida por 114 g de ϵ -amino-capronitrilo, 2,7 g de hexeno-5 nitrilo y 1,2 g de caprolactama.

10. El rendimiento en ϵ -amino-capronitrilo es así del 94,3% sobre la caprolactama desaparecida, siendo el grado de transformación de la caprolactama del 67%.

EJEMPLO 2 a 5

15. Operando según el ejemplo anterior, pero haciendo varias ciertas condiciones de reacción, se han obtenido los resultados resumidos en la tabla siguiente:



Ej.	Granulometria del catalizador	Gasto de amoniaco	Gasto de caprolactama	Temperatura	Grado de transformación	Rendimiento
2	4-6 mm	200 l/h	60 g/h	343-377°C	44%	97%
3	1,25-2 mm	"	"	360-365°C	37%	97%
4	"	"	120 g/h	370-403°C	52,5%	94,5%
5	4-6 mm	"	60 g/h	401-406°C	54%	93,5%

Ejemplo 6

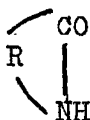
En un aparato idéntico al del ejemplo 1, se introducen 156 g de un catalizador constituido por ácido fosfórico depositado sobre Kieselghur (título en P_2O_5 57%) de grosor de granos de 6-8 mm. Estando mantenido el tubo a 360-367°C, se hace reaccionar caprolactama y amoniaco en las condiciones del ejemplo 1. Se obtiene ω -amino-capronitrilo con un rendimiento del 90% para un grado de transformación del 20%, y solamente 3% de hexeno-5 nitrilo.



N O T A

Descrita suficientemente la naturaleza -
del invento así como la manera de realizarlo en la
práctica, debe hacerse constar que las disposiciones
5. anteriormente indicadas son susceptibles de modifica-
ciones de detalle en cuanto no alteren su principio -
fundamental. También se hace constar que el invento
se refiere a una Solicitud de Patente presentada en
Francia nº. PV. 33 322 de 30 de Septiembre de 1965,
10. acogándose por lo tanto, a los beneficios que conce-
den los Convenios Internacionales en vigor, siendo -
lo que constituye la esencia del referido invento y
por lo que se solicita Patente de Invención por 20 -
años en España: "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION
15. DE AMINO-NITRILOS ALIFATICOS" caracterizándose por lo
siguiente:

1. "Procedimiento para la preparación de
amino-nitrilos alifáticos de fórmula $H_2N-R-CN$ en la
que R representa un radical alcohileno eventualmen-
20. te sustituido, caracterizado porque se hace reaccio-
nar una caprolactama de fórmula



25. con amoniaco, a una temperatura de 250 a 450° C, en
presencia de un catalizador de deshidratación que da
una reacción ácida en medio acuoso.

2. "Procedimiento para la preparación de
amino-nitrilos alifáticos", tal y como queda sustan-



cialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de ocho hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, J. GOMEZ ACEBO Y MODEI
Firmado: F. Hernández Ruiz

RHONE-POULENC S.A.

J. GOMEZ ACEBO Y MODEI
Firmado: F. Hernández Ruiz