

P-37.067

1943 S/RAP

348306

Memoria descriptiva

19 FEB 1968



para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de STAMICARBON N.V.

entidad / ~~de nacionalidad~~ holandesa

con domicilio en van der Maesenstraat 2, Heerlen, Holanda

por: "UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE ALFA-AMINO-
OMEGA-LACTAMAS" (Clase Internacional C07d)



Este invento se refiere a un procedimiento de preparar alfa-amino-omega-lactamas por hidrogenación catalítica de sales solubles en agua de la forma "aci" de las correspondientes alfa-nitro-omega-lactamas.

5 Se han propuesto anteriormente para dicho procedimiento un cierto número de catalizadores de hidrogenación. La elección de un catalizador particular depende de la -- conversión requerida.

10 Si el catalizador que se utiliza es níquel Raney, - se puede obtener una excelente eficacia de conversión, pe ro hasta ahora este tipo de catalizadores ha adolecido de una velocidad de desgaste bastante alta en el procedimien to, debido al hecho de que una porción considerable del - catalizador se disuelve en el medio de reacción.

15 Se ha encontrado ahora que, sin disminuir la muy al ta eficacia de conversión, se puede reducir considerable mente la disolución del catalizador en el medio de reac-- ción si se utiliza un catalizador Raney que consiste sus tancialmente en níquel aleado con al menos 0'1% en peso - de cromo.

20 Por lo tanto, el invento consiste en un procedimien to para la preparación de alfa-amino-omega-lactamas por - hidrogenación catalítica de una sal soluble en agua de la forma "aci" de las correspondientes alfa-nitro-omega-lac tamas, en que dicha hidrogenación se efectúa en la presen cia de un catalizador Raney que comprende níquel aleado - con al menos 0'1% en peso de cromo, basado en el níquel.

25 Además del menor grado de solubilidad del cataliza dor en el medio de reacción, el procedimiento de acuerdo con el invento tiene la importante ventaja de que la velo



cidad de hidrogenación es considerablemente más alta.

Preferiblemente, se utiliza en el catalizador que se ha de emplear de acuerdo con el invento, desde 0'5 a 5% en peso de cromo, basado en el níquel. El catalizador puede ser preparado por cualquiera de los modos conocidos, obteniéndose resultados particularmente buenos por eliminación, con solución alcalina, del contenido de aluminio de una aleación de aluminio, níquel y cromo que contiene de 55 a 65% en peso de aluminio. Un ejemplo de un catalizador de esta clase es conocido como catalizador de níquel y cromo Raney número 24 vendido por la Raney Catalyst Company of Chattanooga, Tennessee, USA. Este catalizador es preparado a partir de una aleación que contiene 57% en peso de aluminio, 42% en peso de níquel, y 1% en peso de cromo.

Se presenta el siguiente ejemplo del invento:

7'5 kg. de un catalizador de níquel y cromo Raney número 24, vendido por la Raney Catalyst Company, y 150 litros de agua, fueron introducidos en un autoclave de 600 litros equipado con un poderoso agitador de turbina. Una mezcla de hidrógeno y nitrógeno, que contenía 85% en volumen de hidrógeno, fué hecha pasar después de esto a través de la suspensión de catalizador en el autoclave, y la presión del autoclave fué llevada hasta 20 atmósferas manométricas por medio de una válvula de purga o evacuación. Con esta presión, la temperatura de la suspensión del catalizador fué llevada hasta 85°C con agitación. Después de esto, se bombearon dentro del autoclave, con agitación, durante un periodo de tiempo de 0'5 horas, 90 kg. de alfa-nitro-epsilon-caprolactama disueltos en 220 kg.



de amoniaco acuoso al 5% en peso. Después que se hubo aña
 dido toda la cantidad de la nitro-caprolactama, se conti-
 nuó la agitación bajo presión de hidrógeno durante 5 minu-
 tos mas, con el fin de efectuar o realizar la hidrogena-
 ción completa para formar alfa-amino-epsilon-caprolacta-
 ma.

Después de esto, el catalizador fué separado del lí-
 quido de reacción por sedimentación, al mismo tiempo que
 se mantenía la presión de hidrógeno. Se retiró suficiente
 cantidad de líquido de reacción desde el autoclave para -
 dejar 150 litros de líquido en el autoclave, además del -
 catalizador sedimentado.

Subsiguientemente, varias cargas mas de 90 kg. de -
 alfa-nitro-epsilon-caprolactama fueron hidrogenadas en el
 autoclave bajo las mismas condiciones, dejándose en el --
 autoclave, después de cada experimento, una cantidad de -
 150 litros de líquido, además del catalizador sedimentado.
 Con el fin de mantener siempre la velocidad de hidrogena-
 ción aproximadamente en el mismo valor, era suficiente --
 añadir 1 kg. de catalizador de nueva aportación después -
 de cada 10 cargas. El consumo de catalizador implicado --
 con ello ascendió a 1 g. por kg. de alfa-nitro-epsilon-ca-
 prolactama.

Experimento comparativo. En el autoclave utilizado en el
 ejemplo, se introdujeron 7'5 kg. de catalizador de níquel
 Raney que se podía obtener en el comercio, preparado por
 eliminación del aluminio con una solución alcalina desde
 una aleación de aluminio y níquel con 50% en peso de alu-
 minio y 50% en peso de níquel, y 150 litros de agua.

Bajo las mismas condiciones que se mencionan en el



anterior ejemplo, una carga idéntica, a saber 90 kg. de -
alfa-nitro-epsilon-caprolactama, fué bombeada en el auto-
clave en un tiempo de 0'5 horas. Después de la adición de
la nitrolactama, fue necesario continuar la agitación ba-
5 jo presión de hidrógeno durante 10 minutos más, para efec-
tuar la hidrogenación completa.

Después de completarse la reacción, se encontró --
que el 30% del catalizador se había disuelto en el medio -
de reacción. El resto del catalizador pudo ser utilizado
10 de nuevo una vez más para la hidrogenación completa de --
una subsiguiente carga de 90 kg. de alfa-nitro-epsilon-ca-
prolactama, bombeando la nitrolactama en el autoclave du-
rante un periodo de una hora, y continuando después de es-
to la agitación bajo presión de hidrógeno durante 20 minu-
15 tos más. El consumo de catalizador ascendió a 40 g. por -
kg. de alfa-nitro-epsilón-caprolactama.

El favorable comportamiento del catalizador utiliza-
do de acuerdo con el procedimiento del invento es sorpren-
dente en vista del hecho de que cuando se utilizó para la
20 hidrogenación catalítica de fenol, no se observó diferen-
cia de actividad entre cuando se utilizó un catalizador -
Raney que contenía cromo y cuando se utilizó un cataliza-
dor Raney de níquel puro.

Esta solicitud que corresponde a la presentada en -
25 Holanda el 16 de Diciembre de 1966, con el número 6617681
se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Es-
tatuto sobre Propiedad Industrial.



19

N O T A

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

1.- Un procedimiento para la preparación de alfa-amino-omega-lactamas por hidrogenación catalítica de una sal soluble en agua de la forma "aci" de las correspondientes alfa-nitro-omega-lactamas, en que dicha hidrogenación se efectúa en la presencia de un catalizador Raney que comprende níquel aleado con al menos 0'1% en peso de cromo, basado en el níquel.

2.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en que el catalizador contiene desde 0'5 a 5% en peso de cromo, basado en el níquel.

3.- Un procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 ó 2, en que el catalizador ha sido preparado a partir de una aleación de aluminio, níquel y cromo que contiene de 55 a 65% en peso de aluminio, por eliminación del aluminio desde la misma.

4.- Un procedimiento para la preparación de alfa-amino-omega-lactamas.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede.

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

Madrid,

P.A.

19 FNE 1968

Alberto de Heredia

MLG.

16-1-68