

387652

PATENTE DE INVENCIÓN
O.Z. 26 577.

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I.P.C.
CLASE <u>C 01</u>
SUBCLASE <u>2</u>

387652



Memoria Descriptiva

sobre:

PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE LACTAMAS.

=====

Solicitante: BADISCHE ANILIN- & SODA-FABRIK AKTIENGESELLSCHAFT,
entidad alemana, residente en 6700 Ludwigshafen,
República Federal Alemana.

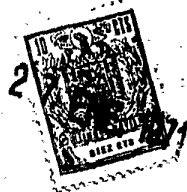
=====

La presente invención se refiere a la trans-
posición catalítica de oximas de cetonas cíclicas a
lactamas, en fase de vapor, con catalizadores sobre
soportes que contienen ácido bórico.

5. Es conocida la transposición catalítica de



- oximas de cetonas cíclicas a lactamas, a temperatura algo elevada con catalizadores constituidos principalmente por óxido bórico sobre soportes. Este procedimiento se lleva a cabo, preferentemente, empleando catalizadores en fluidización. La transposición de las oximas a las lactamas correspondientes es una reacción exotérmica. Para mantener la temperatura de reacción más ventajosa para la transposición, que está comprendida entre unos 210 y 450°C, es necesario, por consiguiente, refrigerar para eliminar el calor de reacción liberado. En los procedimientos conocidos, se refrigera indirectamente sea a través de las paredes del reactor, sea a través de un sistema tubular de refrigeración sumergido en la capa fluidizada. La transmisión del calor por las paredes constituye un inconveniente en tanto que con el aumento progresivo del reactor, el volumen crece en la tercera potencia mientras que las superficies sólo aumentan en la segunda de modo que resulta un déficit en superficies necesarias. Por otra parte, al emplear sistemas tubulares de refrigeración sumergidos en la capa fluidizada, se producen perturbaciones en esta última en forma de una conversión incompleta, es decir, se obtiene una lactama que conticne oxima o sea, resulta una disminución del rendimiento y asimismo de la calidad de la lactama formada.
- Encontrése ahora que se obtienen de manera muy ventajosa lactamas por transposición de cicloalcanonoximas a temperaturas comprendidas entre 210 y 450°C con catalizadores sobre soportes que contienen ácido bórico, en un lecho fluidizado, si se alimenta al lecho fluidizado, ya sea junto con la cicloalcanonoxima en caso dado exenta de



- agua y que contiene, en caso dado, ácido bórico, ya sea por separado de dicha oxima, un hidrocarburo alifático o cicloalifático, un hidrocarburo aromático en caso dado substituido por átomos de halógeno o un grupo nitro, o la misma lactama que se espera obtener.
5. Las condiciones de la transposición de oximas de cetonas cíclicas son, en principio, conocidas. El procedimiento según la presente invención es apropiado, por ejemplo, para cicloalcanonoximas con 5 hasta 12 átomos de carbono, tales como ciclopentanoxima, ciclohexanoxima, metilciclohexanoxima, ciclooctanoxima y ciclododecanonoxima. Tiene importancia especial para la transposición de la ciclohexanoxima. La cicloalcanonoxima se introduce en el lecho fluidizado, en donde se encuentra el catalizador calentado a la temperatura de reacción, en forma anhidra o en caso dado conteniendo agua, por ejemplo con un contenido en agua de hasta un 10%, y en caso dado conteniendo ácido bórico o trióxido de boro, añadido por ejemplo en una cantidad de hasta un 5%, referido a la cicloalcanonoxima, en forma de vapor, en forma líquida o sólida. La transposición se realiza a temperaturas comprendidas entre unos 210 y 450°C, preferentemente entre 270 y 370°C. El procedimiento se puede realizar a presión normal, reducida o a una ligera sobrepresión. En caso de operar a presión reducida, se prefiere el intervalo de presiones entre 20 y 200 Torr. Si se desea efectuar el procedimiento bajo sobrepresión, conviene, por regla general, aplicar presiones no superiores a 2 atms. Se puede realizar el procedimiento en presencia de gases inertes, por ejemplo anhídrido carbónico, argón, nitrógeno o etano. En muchos casos, el
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



gas inerte se utiliza para mantener el catalizador en fluidización. Resulta ventajoso partir de una cicloalcanonoxima de la que no se ha eliminado el agua de su propia producción, es decir, que contiene aún por ejemplo un 1 a 10% en peso de agua. Por regla general, se añade el gas inerte en una cantidad comprendida entre el 5 y el 70% en vol, referido a la mezcla de gases; la cantidad apropiada depende de si se realiza el proceso a presión normal, a sobrepresión o a presión disminuida, empleándose tanto más gas inerte cuanto mayor es la presión a la que se opera.

Como catalizador, se emplean los tipos conocidos constituidos por óxido bórico o ácido bórico sobre soportes, en particular óxido de aluminio en sus diferentes modificaciones, como son la alúmina, el óxido γ -aluminico, el boehmito, o sobre ácido silícico o sobre dióxido de titanio, o mezclas de tales óxidos o de compuestos de los óxidos entre sí, por ejemplo sobre silicatos de aluminio. La relación de pesos de óxido bórico a soporte está comprendida por regla general, entre 1:9 y 1:1. En los catalizadores empleados con preferencia, la proporción de ácido bórico, calculado como óxido bórico, asciende al 25-50% en peso. Los catalizadores pueden estar modificados por aditivos, por ejemplo, manganeso, cobalto o sales de níquel, en una cantidad de hasta el 10% en peso. Los catalizadores se preparan de manera usual, por ejemplo impregnando los soportes con ácido bórico o solución de borato amónico, secando a 50-200°C y calcinando a continuación, para lograr la transformación de las sales aplicadas en las correspondientes fases mixtas con óxido bórico a temperaturas comprendidas entre 600 y 850°C. Los catalizadores

387652



5. se moldean de manera usual, por ejemplo amasando el catalizador y el soporte con algo de agua en una amasadora, moldeando la masa a hilos gruesos o pastillas, secando y calcinando a la temperatura indicada. Se opera convenientemente con granos de 0,05 a 1,5mm, especialmente de 0,2 a 1,0 mm. La altura del lecho catalítico se elige ventajosamente de manera que los tiempos de residencia de la oxima en contacto con el lecho catalítico estén comprendidos entre 0,01 y 30 segundos, preferentemente 0,1 y 5 segundos.

10. Conforme al presente invento, se alimenta al lecho fluidizado un disolvente en forma líquida, de preferencia de punto de ebullición entre 70 y 160°C, por ejemplo, hidrocarburos alifáticos o cicloalifáticos, hidrocarburos aromáticos en caso dado substituidos por átomos de halógeno y/o un grupo nitro, con temperaturas de ebullición inferiores a la temperatura de transposición elegida. Son apropiados, por ejemplo, alcanos de cadena ramificada o recta, por ejemplo con 4 hasta 20 átomos de carbono, especialmente con 6 hasta 12 átomos de carbono, cicloalcanos con 5 hasta 12 átomos de carbono, además hidrocarburos aromáticos que pueden contener hasta 3 grupos alquilo, cada uno con hasta 4 átomos de carbono, tales como benceno, tolueno, xilenos, naftaleno o hidrocarburos aromáticos substituidos por halógeno, especialmente substituidos por cloro o bromo, tales como clorobenceno, clorotolueno, bromobenceno o nitrobenceno o nitrotolueno. Existe también la posibilidad de utilizar la lactama obtenida de la transposición de la cicloalcanonoxima. El empleo de lactama ofrece, por un lado, la ventaja

15.

20.

25.

30.



de simplificar la elaboración ulterior, pero, por el otro lado, tiene el inconveniente de que de las lactamas se forman, en cierta medida, productos secundarios.

- Los hidrocarburos, en caso dado substituidos por grupos inertes, y las lactamas pueden ser introducidos en la capa de catalizador junto con las oximas, es decir, las oximas se introducen en forma de soluciones; estas soluciones se pueden emplear al 10-90%, según la temperatura con la que dichas mezclas se alimentan a la cámara de reacción. Por regla general, las soluciones, o bien mezclas, se introducen en el lecho fluidizado con una temperatura comprendida entre 10 y 360°C, preferentemente entre 80 y 150°C. No existe sin embargo, ningún inconveniente en alimentar la oxima y el disolvente por separado al lecho fluidizado, en cuyo caso se opera con relaciones de pesos similares, es decir, 1:9 hasta 9:1.

- Al emplear hidrocarburos o bien hidrocarburos substituidos con temperaturas de ebullición inferiores a la temperatura de transposición de la cicloalcanonoxima, los disolventes se evaporan eliminando así el calor. Se sobreentiende que la cantidad del medio de refrigeración introducido se elige teniendo en cuenta la temperatura de entrada y el calor de evaporación del medio de refrigeración por un lado, y el calor de reacción, por el otro lado. En la condensación posterior que conviene realizar de forma fraccionada, condensando primero las lactamas de alto punto de ebullición y posteriormente, los componentes de más bajo punto de ebullición, se recuperan los disolventes los cuales pueden ser utilizados de nuevo, convenientemente después de ser sometidos a una opera-



5. ción de destilación, puesto que frecuentemente son separadas junto con ellos algunas impurezas volátiles. En caso de operar con lactama como disolvente, resulta muy fácil la elaboración ya que en tal caso se obtiene sólo la lactama correspondiente y, en caso dado, agua como condensado.

10. En todo caso han demostrado ser ventajosos también aquí los métodos de elaboración usuales en la transposición de cicloalcanonoximas en fase gaseosa. Existe, por ejemplo, la posibilidad de enfriar los gases que contienen la lactama, bruscamente con lactama líquida con lo que se condensa la cantidad total de lactama mientras que los componentes volátiles de momento permanecen gaseosos y posteriormente pueden ser condensados por enfriamiento. Otro método de separación consiste en inyectar, por toberas, agua o un disolvente orgánico de bajo punto de ebullición, por ejemplo, uno de los hidrocarburos o un alcohol inferior que ventajosamente no sea miscible con agua. Este procedimiento ofrece ventajas especialmente en el caso de conducir, conforme al presente invento, un hidrocarburo o un hidrocarburo substituido junto con la oxima por encima del catalizador e inyectar directamente agua para la condensación. Entonces se obtiene, al seguir enfriando después de la condensación fraccionada de la lactama, un condensado de una fase acuosa y una fase orgánica. La fase acuosa es prácticamente exenta de impurezas y puede ser añadida sin reparo alguno a las aguas residuales. La capa orgánica puede reutilizarse como disolvente después de ser

15.

20.

25.

30.



387652

- 8 -

sometida a una simple destilación.

Ejemplo 1:

- En un tubo vertical aislado, calentado eléctricamente, provisto abajo de una frita de vidrio, de 1400 mm de longitud y 100 mm de diámetro, se calientan, a 360°C, 1200 g de un catalizador constituido por una mezcla calcinada a 800°C de óxido de aluminio con un contenido en trióxido de boro del 50%, de una granulometría entre 0,5 y 1,0 mm. Una corriente de nitrógeno de 2700 Nl/hora, calentada a 360°C e insuflada desde abajo en la frita, fluidiza el catalizador. Una vez alcanzada la temperatura de reacción, se interrumpe la calefacción eléctrica y se introduce en el lecho de catalizador fluidizado, a través de una tobera para dos materiales dispuesta céntricamente en el tubo, a 90 mm de distancia por encima de la frita y dirigida hacia arriba, con la ayuda de una corriente de nitrógeno de 1500 Nl/hora calentada a 100°C, en el transcurso de una hora, una solución procedente de un recipiente de alimentación mantenido a 45°C, de 7350 g de ciclohexanonoxima que contiene todavía un 4,9% en peso de agua y un 0,6 % en peso de trióxido de boro, en 3240 g de tolueno. Simultáneamente, se introducen por hora unos 2400 g de catalizador nuevo en el lecho fluidizado y se descarga una cantidad correspondiente de catalizador usado. Durante este tiempo, la temperatura permanece en el intervalo de 350 a 360°C. En una columna de 10 platos de borboteo (diámetro: 100 mm; distancia entre los platos: platos 1 a 5, 90mm; platos 5 y 6, 350 mm; platos 6 a 10, 90 mm) se condensa la caprolactama de los vapores que salen del reactor, alimentado 1480 g de agua a la cabeza de la columna, y en un refrigerador intenso refrigerado

- 9 - 387652



5. con agua y conectado detrás de la columna mencionada, se condensan 3110 g de tolueno que contienen 83,3 g de impurezas de temperatura de ebullición inferior a la de la ϵ -caprolactama, así como 1805 g de agua. La caprolactama en bruto se vuelve a destilar, con lo que se obtienen 6575 g de ϵ -caprolactama, esto es, el 94,6 %, referido a la ciclohexanonoxima de partida, calculada como sustancia anhidra. El tolueno puede utilizarse de nuevo después de liberarse del agua y someterse a una simple destilación.

10.

Se obtiene un resultado análogo si se introduce la cicloalcanonoxima con una temperatura de 90°C y el tolueno, por separado, con una temperatura de 45°C, en el lecho fluidizado.

Ejemplo 2:

15. En un reactor del tipo descrito en el ejemplo 1, se calientan a 360°C, 1200 g de catalizador constituido por una mezcla calcinada a 800°C de óxido de aluminio con un contenido en trióxido de boro del 50% en peso, de una granulometría entre 0,5 y 1,0 mm. El catalizador se

20. fluidiza por una corriente de nitrógeno calentada a 360°C, de 3500 NI/hora, insuflada desde abajo en la frita. Una vez lograda la temperatura de reacción, se interrumpe la calefacción eléctrica y entonces se introduce en el lecho de catalizador fluidizado, a través de una tobera para dos materiales, dispuesta, con dirección hacia arriba, céntricamente en el reactor, a 90 mm de distancia por encima de la frita, con la ayuda de una corriente de nitrógeno de 1500 NI/hora calentada a 100°C, en el transcurso de una hora, una solución procedente de un recipiente mantenido a 45°C, de 5550 g de ciclohexanonoxima

25.

30.

387652



- 10 -

- que contiene un 5% en peso de agua y un 0,6% en peso de trióxido de boro, en 1860 g de clorobenceno. Durante este tiempo se alimentan simultáneamente 1500 g de catalizador nuevo en el reactor y se descarga una cantidad correspondiente de catalizador usado. La temperatura de reacción se mantiene durante este tiempo entre 350 y 360°C. Los vapores lactámicos que salen del reactor, se condensan en una columna de platos de borboteo, según los descritos en el ejemplo 1, alimentado 880 g de agua al plato superior de la columna. La lactama se descarga como producto de colas de la columna. En un refrigerador intenso refrigerado con agua, y conectado detrás de la columna, mencionada, se obtienen de los vapores de escape de la columna de platos de barboteo 1770 g de clorobenceno que contienen 26,9 g de impurezas de temperatura de ebullición inferior a la de la caprolactama. Además, se obtiene 1090 g de agua. Destilando la caprolactama en bruto se obtienen 4930 g de ϵ -caprolactama, esto es, un 94,2%, referido a la ciclohexanonoxima de partida.
5. Los vapores lactámicos que salen del reactor, se condensan en una columna de platos de borboteo, según los descritos en el ejemplo 1, alimentado 880 g de agua al plato superior de la columna. La lactama se descarga como producto de colas de la columna. En un refrigerador intenso refrigerado con agua, y conectado detrás de la columna, mencionada, se obtienen de los vapores de escape de la columna de platos de barboteo 1770 g de clorobenceno que contienen 26,9 g de impurezas de temperatura de ebullición inferior a la de la caprolactama. Además, se obtiene 1090 g de agua. Destilando la caprolactama en bruto se obtienen 4930 g de ϵ -caprolactama, esto es, un 94,2%, referido a la ciclohexanonoxima de partida.
10. Destilando la caprolactama en bruto se obtienen 4930 g de ϵ -caprolactama, esto es, un 94,2%, referido a la ciclohexanonoxima de partida.
15. Destilando la caprolactama en bruto se obtienen 4930 g de ϵ -caprolactama, esto es, un 94,2%, referido a la ciclohexanonoxima de partida.

Ejemplo 3:

20. Según lo descrito en el ejemplo 1 se calientan en un reactor a 360°C, 1200 g de catalizador constituido con óxido de aluminio con un 50% de óxido bórico, de 0,1 a 1 mm de granulometría y se fluidiza por medio de una corriente de nitrógeno de 3500 Nl/hora calentada a 360°C, insuflada desde abajo a través de la frita. Una vez calentado el reactor a la temperatura de reacción, se introduce en el lecho de catalizador fluidizado, a través de una tobera para dos materiales, de la disposición ya descrita con la ayuda de una corriente de nitrógeno de 1500 Nl/hora, calentada a 100 °C en el transcurso de una hora, una
25. Una vez calentado el reactor a la temperatura de reacción, se introduce en el lecho de catalizador fluidizado, a través de una tobera para dos materiales, de la disposición ya descrita con la ayuda de una corriente de nitrógeno de 1500 Nl/hora, calentada a 100 °C en el transcurso de una hora, una
30. Una vez calentado el reactor a la temperatura de reacción, se introduce en el lecho de catalizador fluidizado, a través de una tobera para dos materiales, de la disposición ya descrita con la ayuda de una corriente de nitrógeno de 1500 Nl/hora, calentada a 100 °C en el transcurso de una hora, una

387652



- 11 -

- solución de 6500 g de ciclohexanonoxima que contiene todavía un 5% en peso de agua y un 0,6% de ácido bórico, en 2900 g de benceno. La temperatura se mantiene entre 350 y 360°C. Simultáneamente se alimentan al lecho fluidizado 2000 g de catalizador y una cantidad correspondiente de catalizador usado se descarga de la zona de reacción. Los vapores de lactama que salen del reactor se condensan en una columna de platos de borboteo de la construcción descrita en el ejemplo 1, alimentando 1200 g de agua al plato superior de la columna, con lo que la lactama se obtiene como producto de colas de la columna. En dos refrigeradores intensos refrigerados con agua y salmuera de más 6°C, respectivamente, se obtienen de los vapores de escape de la columna de platos de borboteo 2705 g de benceno que contienen unos 72 g de impurezas de temperatura de ebullición inferior a la de la caprolactama; como fase inferior se obtienen 1485 g de agua con un contenido en componentes orgánicos del 0,8%. Al destilar se obtienen 5820 g de ϵ -caprolactama, esto es, un 94,9%, referido a la ciclohexanonoxima de partida (calculada como sustancia anhidra).

Ejemplo 4:

- En un tubo vertical, calentado eléctricamente, provisto en su parte inferior de una frita de vidrio de 1400 mm de longitud y 100 mm de diámetro se calientan a 360°C, 1200 g de catalizador constituido por una mezcla calcinada a 800°C de óxido de aluminio con un 50% de óxido bórico de granos de un tamaño comprendido entre 0,5 y 1 mm. Una corriente de nitrógeno de 2700 NI/hora calentada a 360°C se sopla desde abajo a través de la frita con lo que el catalizador se fluidiza. A través de una tobera



- para dos materiales dispuesta, con dirección hacia arriba, centricamente en el tubo a 90 mm de distancia por encima de la frita, se introducen en la capa de catalizador fluidizada con la ayuda de una corriente de nitrógeno precalentada a 100°C de 1500 NI/hora, en el transcurso de una hora desde un recipiente de alimentación mantenido a 80°C, 7350 g de ciclohexanonoxima en forma de una solución de borato amónico que contiene aún un 4,9% de agua y un 0,6% en peso de trióxido de boro, así como 3240 g de caprolactama. Simultáneamente se introducen en el reactor en el transcurso de una hora, 2400 g de catalizador y se descarga la cantidad correspondiente de catalizador usado. La temperatura se mantiene a 350-360°C.

- Los vapores lactámicos que abandonan el reactor se condensan en una columna de 10 platos de borboteo conectada detrás del reactor alimentando 1700 g de agua a la cabeza de la columna, y se descargan como producto de colas de la columna mientras que en un dispositivo de refrigeración intensa conectado detrás se condensan 160 g de una fase orgánica y 2025 g de agua.

- Se obtienen en total 9810 g de lactama en bruto. Después de separar la lactama utilizada como producto de partida, resultan 6570 g de lactama en bruto (contenido en lactama: 98,5%), esto es, un 93,0% de lactama pura, referido a ciclohexanonoxima anhidra de partida.

Ejemplo 5:

- En un reactor de la construcción descrita en el ejemplo I, 1200 g de catalizador indicado en el ejemplo 1 se calientan a 300 °C y se mezclan con 3500 NI/hora de nitrógeno. A través de una tobera para dos materiales, se



- inyectan en la capa fluidizada 300 g/hora de ciclooctano-
noxima líquida de un 8,06% de agua procedentes de un reci-
pientes de alimentación mantenido a 70°C, con la ayuda
de una corriente de nitrógeno calentada a 200°C. Se con-
ducen además 2000g/hora de catalizador a través del reac-
tor de fluidización. Para mantener la temperatura a un
nivel constante se introducen a través de una tobera sepa-
rada, por encima del plato de entrada, del reactor, 1200
g/hora de benceno con una temperatura de 50°C. Los vapores
que salen de la cámara de reacción se enfrían. Del pro-
ducto de reacción condensado se obtienen, al destilar,
1950g/hora de capril-lactama (65% de la teoría referido
a la ciclooctanonoxima) y 1140 g de benceno.

Ejemplo 6:

- En el reactor descrito en el ejemplo 1, se calientan
a 370°C, 1200 g del contacto indicado en el ejemplo
1 y se fluidizan a una presión de aproximadamente 350 Torr,
con la ayuda de 600 NI/hora de nitrógeno calentado a
370°C. En el transcurso de 74 min. se inyecta luego en el
lecho de catalizador fluidizado, a través de una tobera
para dos materiales y con la ayuda de una cantidad de ni-
trógeno precalentado a 140°C de 545 NI/hora, una solu-
ción de 100°C de 4,3 Kg de metilciclohexanonoxima con un
8,5% de agua en 1,8 Kg de tolueno. Durante el proceso de
transposición se introducan 1400 g de contacto nuevo y se
descarga la cantidad correspondiente de catalizador usado
a través de un tubo de rebose. Los productos de reacción
se condensan y dan, al destilar, 3340 g de metilcaprolac-
tama (85% de la teoría, referido a metilciclohexanonoxima
anhidra) y 1,6 Kg de tolueno.

Ejemplo 7:

- Según lo descrito en el ejemplo 1, se calientan a

387652



- 14 -

- 360°C en un reactor, 1900 g de catalizador formado por una mezcla calentada a 80°C de dióxido de titanio con un 16% de B_2O_3 , de una granulometría entre 0,3 y 0,8 mm. y se fluidizan con una corriente de nitrógeno calentada a 360°C, de 4000 NI/hora. En el lecho fluidizado se introducen luego, a través de una tobera para dos materiales, según se ha descrito ya arriba, 7,2 Kg/hora de una masa fundida de ciclohexanonoxima ($T = 90^\circ C$) con un contenido en agua del 5,3% y que contiene un 0,6% de B_2O_3 , con la ayuda de una corriente de nitrógeno de 1400 NI/hora calentada a 100°C. A través de una segunda tobera para dos materiales, también dispuesta encima del plato de entrada, se introducen 3,2 kg/h de ciclohexano con una temperatura de 50°C con lo que la temperatura de reacción se mantiene a 360°C. Se alimentan además al lecho fluidizado 2400 g/hora de catalizador descargando a la vez la cantidad correspondiente de catalizador usado de la zona de reacción. Los vapores de lactama se condensan, según lo descrito en el ejemplo 1. De la destilación se obtienen 6,4 Kg/h de ξ -caprolactama (93,8% de la teoría, referido a ciclohexanonoxima anhidra), además de 2,7 Kg de ciclohexano.
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.

Ejemplo 8:

- Según lo descrito en el ejemplo 1, se calientan en un reactor 1200 g del catalizador indicado en el ejemplo 1, a 360°C y se fluidizan con 2700 NI/hora de nitrógeno de 360°C. A través de la tobera para dos materiales ya mencionada se introducen en el lecho fluidizado, en el transcurso de 79 min., 9,5 kg de una masa fundida de ciclohexanonoxima de 95°C, que contiene un 4,8% de agua, con la ayuda de una corriente de nitrógeno de 1500 NI/hora calen-
- 25.
- 30.

27 ENE. 197

387652



- 15 -

- tada a 100°C. A través de una tobera para un solo material, también dispuesta encima del plato de entrada, se inyectan 4,3Kg de N-hexano en el lecho fluidizado para mantener constante la temperatura. Durante el ensayo se alimentan al lecho fluidizado en total 3,1 Kg de catalizador nuevo y se descarga la cantidad correspondiente de contacto usado. Los vapores lactámicos se condensan, según lo descrito en el ejemplo 1. De la destilación se obtienen 8,51 Kg de ϵ -caprolactama (94% de la teoría, referido a ciclohexanonoxima anhidra) y 3,6 Kg de N-exano.
- 5.
- 10.

Ejemplo 9:

La reacción se realiza según lo escrito en el ejemplo 1, pero, a título de comparación, sin la adición de un disolvente.

- 1200 g del catalizador empleado en el ejemplo 1 se calientan en el reactor a 360°C y se fluidizan con la ayuda de una corriente de nitrógeno de 2700 NI/hora también calentada a 360°C. Una vez alcanzada la temperatura de reacción, se inyectan en el lecho de catalizador fluidizado, con la ayuda de una corriente de nitrógeno de 1500 NI/hora calentada a 100°C, en el transcurso de una hora, 7350 g de ciclohexanonoxima que contienen aún un 4,9% de agua y un 0,6% de óxido de boro. En el lecho fluidizado se introducen además 2400 g de catalizador nuevo y se descarga la cantidad correspondiente de catalizador usado. Mediante un reglaje de la calefacción, se mantiene la temperatura en el reactor entre 350 y 360°C. Los vapores lactámicos que salen del reactor se condensan en la columna de platos de borboteo descrita por alimentación de 1480 g de agua a la cabeza de la columna, y se obtienen como producto de colas de dicha columna. En un re-
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



387652

frigerador intenso conectado detrás de la columna, se condensan 1795 g de agua con un contenido en componentes orgánicos del 3,6%.

5. De la destilación siguiente se obtienen 6525 g de ξ -caprolactama, esto es, un 93,8%, referido a ciclohexanonoxima anhidra de partida.

NOTA

10. Descrita suficientemente la naturaleza del invento así como la manera de realizarse en la práctica debe hacerse constar, que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de Patente presentada en Alemania con el número y fecha siguiente: nº P 20 03 460.0 de 27 de enero de 1.970, acciéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento, y por lo que se solicita una Patente de Invención sobre: PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE LACTAMAS, caracterizándose por lo siguiente:
15. 20.

25. 1.- Procedimiento para la obtención de lactamas, por transposición de cicloalcanonoximas, a una temperatura comprendida entre 210 y 450°C, con catalizadores sobre soportes que contienen ácido bórico, en un lecho fluidizado, caracterizado porque junto con la cicloalcanonoxima, o separado de la misma, se introduce, en el lecho fluidizado un hidrocarburo alifático o cicloalifático, un hidrocarburo aromático en caso dado substituido por átomos de halogeno y/o un grupo nitro, o la lactama.

30. 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, ca-

Hy.



racterizado porque se introduce la cicloalcanonoxima conjuntamente con el hidrocarburo, o bien la lactama, en el lecho fluidizado, empleando una solución oximica al 10-90% en peso, preferentemente al 20-80% en peso.

5. 3.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 ó 2, caracterizado porque se emplea tolueno como hidrocarburo.

10. 4.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 ó 2, caracterizado porque se emplea un hidrocarburo halogenado.

5.- Procedimiento para la obtención de lactamas, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

15. Esta Memoria consta de 17 páginas escritas a máquina por una sola cara.

27 ENE. 1971

Madrid,
BADISCHE ANILIN- & SODA-FABRIK
AKTIENGESELLSCHAFT.

s. GOMEZ ACEBO Y MOJEBY
s. n. Firmador F. Hernández Ruiz