

PATENTE DE INVENCION



CIL Case No. 522.

F.C. 20-11-75

Int. Cl.º <u>C07F</u>

423382

Memoria Descriptiva

sobre:

PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE UNA AMIDA DE METAL
ALCALINO.

=====

Solicitante: CANADIAN INDUSTRIES LIMITED, entidad canadiense, residen-
te en Montreal 101, Province of Quebec, Canadá.

=====

Esta invención se relaciona con un procedimiento para la preparación de amidas de metales alcalinos y, más particularmente, a un procedimiento para preparar dichas amidas de metales alcalinos mediante el cual puede conseguirse una eficacia y un rendimiento mejorados.

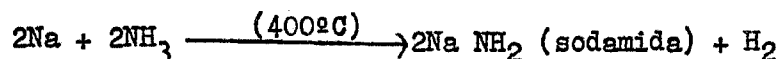
5.

423382

- 2 -



5. Tradicionalmente, el proceso empleado para la producción de una amida de metal alcalino implica la fusión de un metal alcalino el cual se hace reaccionar entonces con gas amoniaco anhidro a una temperatura elevada de aproximadamente 400°C. El proceso para la preparación de sodamida, por ejemplo, puede ilustrarse por la siguiente reacción:



10. Otro proceso mejorado que evita las elevadas temperaturas requeridas al emplear gas amoniaco, comprende la reacción de un metal alcalino particular con amoniaco líquido anhidro. Dicha reacción se describe, por ejemplo, por Acken et al. en la Patente USA No. 2.373.800, concedida el 17 de abril de 1.945. Generalmente, la reacción es catalizada por medio de compuestos de hierro ya que las reacciones no catalizadas proceden de forma muy lenta y comercialmente no son practicable. Acken et al. utilizan nitrato férrico como catalizador. J.A. Nieuwland, en la Patente USA No. 2.202.994, concedida el 4 de junio de 1.940, propone el empleo de una sal hidratada de hierro, cobalto o níquel como catalizador, mientras que otros investigadores han sugerido el empleo de hierro metálico en forma de polvo. El empleo de estos catalizadores de hierro o de sales metálicas, y a pesar de que incrementan la velocidad de reacción, no están libres de desventajas sustanciales a causa de la gran dificultad encontrada a la hora de filtrar el catalizador agotado. Generalmente, el catalizador agotado se deja en el producto de reacción en forma de un material viscoso similar a un lodo o en forma de un precipitado floculante fino que taponan rápidamente los filtros, válvulas, tuberías y bombas. La presencia de este material de di-
- 15.
- 20.
- 25.



fácil filtración es particularmente desventajosa en especial en aquellos casos en donde se realizan procesos de fabricación continuos.

5. Constituye el objeto de esta invención el proporcionar un proceso mejorado para la producción de amidas de metales alcalinos. En particular, el objeto de esta invención consiste en proporcionar una reacción catalizada mejorada entre un metal alcalino y amoniaco líquido anhidro, a temperaturas ordinarias, por medio de la cual se evitan las desventajas de las reacciones catalizadas con sal metálica o hierro de la
10. técnica anterior.

- De acuerdo con esta invención, se proporciona una mejora en la producción de una amida de metal alcalino, a partir de amoniaco líquido y un metal alcalino, que comprende
15. reaccionar amoniaco líquido y un metal alcalino, bajo presión moderada, en presencia de una azida de metal alcalino como catalizador.

- Sorprendentemente, se ha descubierto que la reacción entre un metal alcalino y amoniaco líquido anhidro puede
20. catalizarse por la adición de 1 a 35 % aproximadamente, basado en el peso de amoniaco líquido empleado, de una azida de metal alcalino, para proporcionar un incremento sustancial de la velocidad de reacción y un incremento útil en el rendimiento de producto.

25. La amida de metal alcalino producida puede emplearse, por ejemplo, como materia prima para la preparación de la correspondiente azida de metal alcalino o puede emplearse convenientemente como un fuerte agente deshidratante para la síntesis de indigo o en la preparación de hidrazina pura. Constituye
30. también un intermediario para la preparación de cianuro só-



dico y encuentra aplicación como agente de aminación.

Una importante característica del proceso de esta invención es que pueden disolverse completamente hasta 52 partes en peso de una azida de metal alcalino en 100 partes en peso de amoniaco líquido.

5.

De este modo, puede observarse que cuando la amida de metal alcalino producida se ha de convertir ulteriormente a la correspondiente azida, por el método ya conocido de reacción con óxido nitroso, no es necesario eliminar el residuo catalítico de azida del producto de reacción de amida. Sin embargo, cuando es necesario que el producto de reacción de amida se utilice en forma pura, el residuo catalítico de azida puede eliminarse y recuperarse simplemente por filtración o centrifugación, o por otras operaciones convencionales de ingeniería química, y reciclarse para su ulterior empleo catalítico.

10.

Adicionalmente, y puesto que la presencia de una azida de metal alcalino en amoniaco líquido incrementa la solubilidad de una amida de metal alcalino en el amoniaco líquido en 20 - 30 veces, se incrementa también sustancialmente la posterior velocidad de conversión de la amida a la azida por el método convencional de adición de óxido nitroso.

15.

20.

En la práctica del proceso de la invención, una cantidad fija de metal alcalino metálico, por ejemplo, sodio, se extruye en forma de cinta, se corta en longitudes de aproximadamente 12,7 mm y se coloca en un recipiente reactor. En el reactor, se coloca, con el sodio metálico una cantidad de azida sódica pura, basado en la cantidad de amoniaco líquido a emplear. El amoniaco líquido anhidro se introduce lentamente en el reactor bajo presión, tras lo cual se agita el contenido del reactor. La temperatura del reactor se mantiene cons-

25.

30.



5. tante mediante una camisa adecuada de refrigeración/calentamiento, por un baño o por un serpentín igualmente adecuados. La presión se mantiene constante en el reactor mediante una ventilación controlada del gas hidrógeno formado. El gas hidrógeno se recoge en un recipiente, utilizándose la velocidad y cantidad de gas producido como una medida de la velocidad y eficacia de la reacción. Por cada mol de gas hidrógeno producido, se convierten 2 moles de sodio metálico a sodamida. El vapor amoniacal que se ventila junto con el gas hidrógeno, puede absorberse en ácido sulfúrico diluido. Una vez completa la reacción, la temperatura del reactor comienza a descender y la presión deja ya de incrementar. El reactor se ventila entonces y el producto de reacción se recoge para su ulterior procesamiento o utilización.

10. A pesar de que el proceso ha sido descrito con referencia al sodio como metal alcalino y a la azida sódica como azida de metal alcalino, debe entenderse que pueden emplearse también potasio, litio, rubidio y cesio, como metales, y azidas metálicas, como reactantes y catalizadores en la práctica de esta invención.

15. La invención se ilustra con referencia a los siguientes ejemplos.

EJEMPLO 1

25. Empleo de azida sódica como catalizador en la reacción de la amida

30. En un recipiente a presión, de acero suave, de 300 cm³, equipado con un agitador magnético, se introducen 8,02 g de sodio metálico puro, 120 g de amoniacal líquido anhidro puro y 36 g de azida sódica. La reacción de la amida se efectúa a 30°C, cuya temperatura se mantiene constante mediante un baño



de agua. La presión se mantiene constante en 21 kg/cm^2 des-
prendiendo continuamente el gas hidrógeno formado durante la
reacción, al interior de un recipiente, junto con algo de vapor
amoníaco que fué lavado inmediatamente con ácido sulfúrico di-
luido. La reacción se completa en 23 minutos. El volúmen total
de gas hidrógeno recogido es de 3.881 cm^3 , en condiciones nor-
males. A partir de este volúmen gaseoso recogido, el rendimien-
to en amida se estima en 99,3 %.

Con fines comparativos en cuanto al rendimiento y
velocidad de la reacción de la amida, los siguientes ejemplos
ilustran la preparación de amida sódica utilizando polvo de
hierro reducido como catalizador en presencia de azida sódica
y en ausencia de esta última.

EJEMPLO 2

15. Empleo de polvo de hierro reducido como catalizador en la
reacción de la amida, en presencia de azida sódica

En el mismo recipiente, resistente a la presión,
de 300 cm^3 , se introducen 8 g de sodio metálico puro, 120 g
de amoniaco líquido puro, 36 g de azida sódica y 0,08 g de
catalizador de polvo de hierro reducido. La temperatura y pre-
sión del reactor se mantienen constantes en 30°C y 21 kg/cm^2
relativos, respectivamente. El tiempo total de reacción es de
17 minutos y el volúmen de gas hidrógeno recogido es de
 3.600 cm^3 en condiciones normales. El rendimiento en amida se
estima en 91,4 %.

Puede observarse que a pesar de que se mejora el
tiempo de reacción por la presencia de catalizador de hierro,
el rendimiento en amida se reduce en comparación al obtenido
en el ejemplo 1.

EJEMPLO 3Empleo de polvo de hierro reducido como catalizador en la reacción de la amida, en ausencia de azida sódica

5. En el mismo reactor de 300 cm³, se colocan 8,03 g de sodio metálico puro, 120,5 g de amoniaco líquido puro y 0,241 g de catalizador de polvo de hierro reducido. La temperatura y presión del reactor se mantienen en los mismos valores que en los ejemplos anteriores. La reacción total se completa en el espacio de 155 minutos y el volumen de gas hidrógeno recogido es de 3.713 cm³ en condiciones normales. El rendimiento en la formación de amida se estima en 94,9 %.
- 10.

Puede observarse que el tiempo de reacción se prolongó sustancialmente en ausencia del catalizador de azida y que los rendimientos no mejoraron.

15. EJEMPLO 4

Ausencia de catalizador de polvo de hierro producido y ausencia de azida sódica

- En el mismo reactor de 300 cm³, se introducen 8,06 g de sodio metálico puro y 120 g de amoniaco líquido puro.
20. Las condiciones experimentales, tales como temperatura y presión, son idénticas a las empleadas en los ejemplos anteriores. Después de 7 horas de reacción, solamente se recogen 2.054 cm³ de gas hidrógeno. Tras examinar el contenido del reactor, después de la evaporación del amoniaco, se encontró que una pequeña cantidad del sodio metálico estaba sin convertir. Basado en el volumen del gas hidrógeno recogido, se estimo que solamente se había convertido un 52,4 % de sodio, pero la reacción no se había completado. La velocidad de reacción con respecto a la desaparición del sodio, fué muy
- 25.
30. lenta en comparación al ejemplo anterior.

423382

- 8 -



NOTA

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

5.

Inglaterra con el nº 7990/73 de 19 de febrero de 1.973, acciéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE UNA AMIDA DE METAL ALCALINO; caracterizándose por lo siguiente:

10.

1.- Procedimiento para la obtención de una amida de metal alcalino, mediante reacción de amoniaco líquido con un metal alcalino, caracterizado porque comprende realizar dicha reacción en presencia de una azida de metal alcalino como catalizador.

15.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se emplea de 1 a 35 % aproximadamente, basado en el peso de amoniaco líquido empleado, de un catalizador de azida de metal alcalino.

20.

3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el catalizador de azida de metal alcalino se elige del grupo consistente en azida de potasio, azida de sodio, azida de litio, azida de rubidio y azida de cesio.

25.

4.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la reacción se efectúa a presión superatmosférica.

30.

129



5.- Procedimiento para la obtención de una amida de metal alcalino, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 9 hojas escritas a máquina por una sola cara.

5.

Madrid, 19 FEB. 1974

CANADIAN INDUSTRIES LIMITED.

J. GOMEZ ACEBO Y MOJET

p. p. Firmado: L. Gato Fernández