

424957

27



P.- 57.285

Nº 90836

Canadian Appln.

089.085

Case 2688

MEMORIA DESCRIPTIVA

Int. Cl. C07c, B01J

para solicitar PATENTE DE INTRODUCCION por diez años

a nombre de NALCO CHEMICAL COMPANY

entidad norteamericana

con domicilio en 180 North Michigan Avenue, Chicago,
Illinois, Estados Unidos de América.

por: "UN PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE UNA AMIDA"

(Clase Internacional C07c)



Este invento se refiere a un procedimiento para la producción de acrilamida o metacrilamida, en el que se somete a hidratación a acrilonitrilo o a metacrilonitrilo. Más particularmente, este invento se refiere a un procedimiento para la producción de acrilamida o metacrilamida en que se hace reaccionar acrilonitrilo o metacrilonitrilo con agua y/o un agente que desprende agua, en presencia de un catalizador.

En los últimos años, la acrilamida y la metacrilamida han sido muy solicitadas como agentes de refuerzo de papel, como agentes de consolidación de la tierra, como agentes de tratamiento de fibras, etc., y se han convertido por sí mismos en importantes compuestos químicos. No obstante, dado que la producción de estos compuestos a escala comercial era costosa, se ha estado buscando un procedimiento económico para la producción de dichos compuestos.

El objeto del presente invento es crear un nuevo procedimiento para la producción de acrilamida y metacrilamida. Se ha encontrado ahora que el acrilonitrilo o el metacrilonitrilo reaccionan con agua o un agente que desprende agua, en presencia de un catalizador que contiene cobre Raney, cobre Ullman; catalizador de cobre reducido, cobre con un soporte, plata, oro, cobalto, níquel, paladio y/o platino, con lo cual

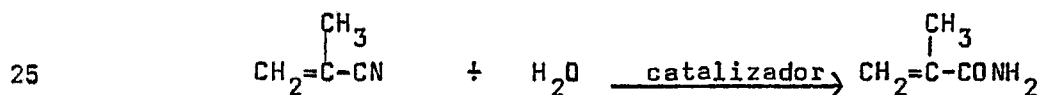
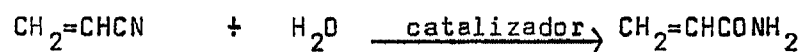


se produce acrilamida o metacrilamida.

Actualmente, un procedimiento para la producción de acrilamida o metacrilamida a una escala industrial comprende primero hacer reaccionar acrilonitrilo o metacrilonitrilo con ácido sulfúrico para formar sulfato de acrilamida o sulfato de metacrilamida, y luego neutralizar a éste con el fin de separar acrilamida o metacrilamida. No obstante, de acuerdo con este procedimiento, tiende a efectuarse una polimerización durante la producción de sulfato de acrilamida o sulfato de metacrilamida, y es extremadamente difícil separar acrilamida o metacrilamida por subsiguiente neutralización de dicho sulfato.

De acuerdo con este invento, se pueden producir con facilidad y de modo económico acrilamida o metacrilamida mediante hidratación de acrilonitrilo o metacrilonitrilo sin utilizar ácido sulfúrico.

La reacción de acuerdo con este invento se considera que tiene lugar, por ejemplo, tal como se muestra más abajo.





En este invento, lo más preferible es ha-
cer reaccionar acrilonitrilo o metacrilonitrilo con
agua. No obstante, se puede producir acrilamida o me-
tacrilamida empleando acrilonitrilo o metacrilonitrilo
5 y un agente que desprende agua tal como un alcohol, una
sustancia que contiene agua, o una mezcla de hidrógeno
y oxígeno. Agentes que desprenden agua utilizables pa-
ra este invento incluyen alcoholes monovalentes alifá-
ticos, tales como metanol, etanol, n-propanol, isopro-
panol, sec-butanol, ter-butanol, pentanol-2, pentanol-
10 -3, 2-metilbutanol-3, 4-metilpentanol-2, hexanol-2, he-
xanol-3, etc.; alcoholes divalentes alifáticos tales
como hexilén-glicol, butilén-glicol, propilén-glicol, eti-
lén-glicol, etc.; alcoholes alicíclicos tales como ci-
clohexanol, etc.; disolventes que contienen agua; y una
15 mezcla de hidrógeno y oxígeno o de hidrógeno y aire.

En este invento no se necesita ninguna li-
mitación especial en cuanto a la cantidad de agua y
del agente que desprende agua, que se utilizan para
reaccionar con acrilonitrilo o metacrilonitrilo. Si bien
20 el acrilonitrilo o el metacrilonitrilo reaccionan inclu-
so con una cantidad muy pequeña de agua o de agente
que desprende agua, la cantidad de acrilamida o meta-
crilamida producida a partir del acrilonitrilo o meta-
crilnitrilo de partida se hace mayor según va hacién-
25



dose mayor la cantidad de agua o de agente que desprende agua, y éste se utiliza en exceso. Consiguientemente, la cantidad utilizada de agua o de agente que desprende agua es preferiblemente de 0,01 a 100 moles por mol de acrilonitrilo o metacrilonitrilo.

Se pueden utilizar en calidad de catalizadores en este invento los que contienen cobre Raney, cobre Ullman, catalizador de cobre reducido, cobre con un soporte, plata, oro, cobalto, níquel, paladio y/o platino. Son utilizables los catalizadores que contienen cobre, que además contienen otros metales tales como níquel, cromo, manganeso, zinc, molibdeno, etc. y sus óxidos, sulfuros, etc. Cuando dicho catalizador que contiene cobre es utilizado en la reacción, el cobre no está ionizado sustancialmente en la mezcla de reacción.

Los catalizadores que contienen plata utilizables incluyen, por ejemplo, plata reducida, óxido de plata, plata en forma de polvo, plata en forma de esponja, plata con un soporte, óxido de plata con un soporte, etc. También pueden utilizarse catalizadores que contienen plata que además contienen otros metales tales como cobre, níquel, cromo, zinc, etc. y sus óxidos, sulfuros, etc.

Los catalizadores que contienen oro utilizables incluyen, por ejemplo, oro reducido, óxido de



oro, oro en forma de polvo, oro con un soporte, óxido de oro con un soporte, etc. También pueden utilizarse catalizadores que contienen cobre que además contienen otros metales tales como plata, cobre, níquel, cromo, zinc, etc. y sus óxidos, sulfuros, etc.

5 Los catalizadores que contienen cobalto utilizables incluyen, por ejemplo, cobalto Ranay, cobalto reducido, cobalto con un soporte, cobalto de Urushibara, óxidos de cobalto, etc. Pueden utilizarse también catalizadores que contienen cobalto que además contienen otros metales, óxidos, sulfuros, etc.

10 Los catalizadores que contienen níquel utilizables incluyen, por ejemplo, níquel Raney, níquel reducido, óxido de níquel, níquel con un soporte, níquel Urushibara, níquel formado por descomposición térmica de formiato de níquel, etc. También pueden utilizarse catalizadores que contienen níquel que además contienen otros metales, óxidos, sulfuros, etc.

15 Los catalizadores que contienen paladio utilizables incluyen, por ejemplo, negro de paladio, óxido de paladio, paladio coloidal, paladio con un soporte, etc. Son también utilizables catalizadores que contienen paladio que además contienen otros metales, óxidos, sulfuros etc.

20 Los catalizadores que contienen platino



utilizables incluyen, por ejemplo, negro de platino, óxi-
do de platino, platino coloidal, catalizador con esque-
leto de platino, platino con un soporte, etc. Son tam-
bién utilizables catalizadores de platino que contienen
5 otros metales, óxidos, sulfuros, etc.

La reacción se desarrolla incluso en el ca-
so en que sea muy pequeña la cantidad de dicho catali-
zador utilizado en este invento. Por ejemplo, la adición
de dicho catalizador en una cantidad de 0,01 g por mol
10 de acrilonitrilo o de metacrilonitrilo es suficiente pa-
ra hacer que se desarrolle la reacción. Cuanto mayor es
la cantidad de catalizador utilizado, con tanta mayor
rapidez se desarrolla la reacción, permitiendo de este
modo aumentar la cantidad producida de acrilamida o de
15 metacrilamida. Consiguientemente, la cantidad de dicho
catalizador es preferiblemente de 0,01 a 100 g por mol
de acrilonitrilo o de metacrilonitrilo.

La reacción de acuerdo con este invento se
puede llevar a cabo empleando dicho catalizador en for-
ma de lecho en suspensión y/o en forma de lecho fijo.
20

Cuando este invento se lleva a cabo utili-
zando un lecho en suspensión, dos o más reactores son
conectados en serie y el líquido de reacción y el cata-
lizador son movidos en contracorriente para efectuar la
25 reacción. En este caso, la expresión "el líquido de reac



ción y el catalizador son movidos en contracorriente para efectuar la reacción" se entiende que designa la siguiente operación: en el caso de conectar "n" reactores en serie, se suministran acrilonitrilo o metacrilonitrilo y agua o agente que desprende agua al primer reactor, es decir el reactor número 1, y el líquido de reacción descargado del reactor número 1 es alimentado luego dentro del reactor número 2. De esta manera, el líquido de reacción descargado del reactor número 2 es alimentado en orden consecutivo hasta dentro del reactor número "n". Por otro lado, el catalizador es suministrado al reactor número "n" en donde la reacción se lleva a cabo en un estado tal que el catalizador se encuentra suspendido en el líquido de reacción, mientras que el catalizador descargado del reactor número "n" es alimentado dentro del reactor número "n - 1" en que la reacción se lleva a cabo en estado suspendido. De esta manera, el catalizador descargado del reactor número "n - 1" es alimentado en sucesión regular hasta llegar al reactor número 1 para efectuar la reacción en estado suspendido.

La reacción de acuerdo con este invento se lleva a cabo a la temperatura ambiente (25°C) o a una temperatura más baja que la temperatura ambiente. No obstante, la velocidad de reacción puede ser aumentada elevando la temperatura de reacción. Si la temperatura de



reacción es aumentada a un valor demasiado elevado, pueden tener lugar reacciones secundarias incluyendo la polimerización de acrilonitrilo o metacrilonitrilo. La adición de un inhibidor de la polimerización tal como hidroquinona es eficaz para inhibir dicha reacción secundaria. Incluso si la temperatura de reacción es aumentada a 200°C o a una temperatura más elevada, se formará acrilamida o metacrilamida de acuerdo con dicha reacción, pero la temperatura óptima se encuentra dentro del margen de 25 a 200°C.

La reacción de acuerdo con este invento se desarrolla con facilidad bajo la presión atmosférica no sólo en aire sino también en nitrógeno, oxígeno, dióxido de carbono, hidrógeno o atmósfera similar. También es posible llevar a cabo dicha reacción bajo presión superior a la atmosférica. La reacción no es afectada considerablemente por la presión, pero se puede llevar a cabo bajo presiones de 0 a 300 kg/cm². La reacción de acuerdo con este invento se puede llevar a cabo en fase líquida o en fase de vapor.

Para llevar a cabo esta reacción, se puede añadir un disolvente orgánico al sistema de reacción. Disolventes utilizables para este invento incluyen metanol, etanol, isopropanol, acetona, dimetilformamida,



5 dimetilsulfóxido, formamida, acetamida, etc. La adición de dicho disolvente al sistema de reacción permite, por ejemplo, aumentar la concentración de acrilonitrilo o de metacrilonitrilo en agua. Se puede añadir previamente acrilonitrilo o metacrilonitrilo en calidad de disolvente para el sistema de reacción con el fin de aumentar la concentración de acrilonitrilo o metacrilonitrilo.

10 Mediante la práctica de este invento se pueden lograr las siguientes ventajas: Primeramente en el procedimiento conocido que utiliza ácido sulfúrico para preparar acrilamida o metacrilamida a partir de acrilonitrilo o metacrilonitrilo, en que tiene lugar polimerización con violento desprendimiento de calor, se
15 necesita eliminar calor y añadir un inhibidor de la polimerización. No obstante, en el procedimiento de este invento apenas tiene lugar dicho violento desprendimiento de calor ni dicha polimerización, y es pequeña la formación de subproductos procedentes de acrilonitrilo o
20 metacrilonitrilo, haciendo posible de este modo producir acrilamida o metacrilamida con un rendimiento extraordinariamente elevado. En segundo lugar, el procedimiento utilizado en este invento para la producción de acrilamida o metacrilamida tiene menor número de etapas de
25 tratamiento y permite efectuar con facilidad el aisla-



miento de acrilamida o metacrilamida como producto. El procedimiento conocido que emplea ácido sulfúrico ha de realizar la neutralización del sulfato de acril-amida o del sulfato de metacrilamida resultante y la separación del sulfato formado por neutralización para obtener acrilamida o metacrilamida. No obstante, el tratamiento para dicha neutralización y separación es extremadamente difícil de realizar y afecta grandemente a la economía del procedimiento de producción. El procedimiento de este invento no necesita de ninguna neutralización y hace fácil de aislar la acrilamida y la metacrilamida resultantes. En tercer lugar, la calidad del producto obtenido de acuerdo con el procedimiento de este invento es excelente. En el procedimiento conocido, en que se utilizan ácido sulfúrico, inhibidor de la polimerización, agente neutralizador, etc., es muy difícil aislar acrilamida o metacrilamida en forma pura.

Este invento será ilustrado con mayor detalle con los siguientes Ejemplos.

Ejemplo 1.

En un matraz de 4 bocas, de 100 ml, se dispusieron aproximadamente 1 g de cobre Raney (Kawaken



5 Fine Chemical, (CDT 60) que había sido desarrollado y lavado con agua y luego con isopropanol, 30,0 g de acrilonitrilo y 13,3 g de isopropanol. Bajo la presión atmosférica, la mezcla fue puesta a reflujo con agitación durante 2 horas a una temperatura de reacción de aproximadamente 70°C.

10 Después de completarse la reacción, el catalizador fue separado por filtración y el producto filtrado fue evaporado para obtener aproximadamente 1,5 g de un producto cristalino blanco. El producto fue disuelto en una mezcla de dietil-éter y etanol y fue recristalizado a partir de ella para rendir un producto cristalino blanco que tenía un punto de fusión de 84,5-85°C. Este producto fue identificado como acrilamida, a la
15 vista de los resultados del análisis por cromatografía gaseosa, del análisis elemental, del análisis de IR y del análisis de RMN. Se obtuvieron asimismo como subproductos cantidades muy pequeñas de acetona y de una sustancia indeterminable.

20

Ejemplo 2.

25 En el método descrito en el Ejemplo 1, 1 g de cobre Raney que había sido desarrollado y lavado con agua fue lavado adicionalmente con etanol y la composi-



ción del líquido de reacción era de 30,0 g de acriloni-
trilo y 10,0 g de etanol. El líquido fue puesto a refluj
jo durante 2 horas a una temperatura de reacción de apro
ximadamente 68°C.

5 Después de completarse la reacción, el re-
sultado del análisis por cromatografía gaseosa manifes-
tó que se habían obtenido como producto 1,2 g de acrilami-
da. También se obtuvo como subproducto una pequeña can-
tidad de una sustancia indeterminable.

10

Ejemplo 3.

15 En el método descrito en el Ejemplo 1, al-
rededor de 2 g de cobre Raney que había sido desarrolla-
do y lavado fueron sometidos, conjuntamente con una mez-
cla líquida de 25,0 g de acrilonitrilo y 25,0 g de agua
(separada en dos capas), a reflujo durante 2 horas a
una temperatura de reacción de aproximadamente 70°C.

20 Después de completarse la reacción, el re-
sultado del análisis por cromatografía gaseosa mostró
que se habían obtenido como producto 8,1 g de acrilami-
da. No se encontró nada de subproducto junto con el pro-
ducto.

25

18 MAY 1964

Ejemplo 4.

5 En el método descrito en el Ejemplo 1, se utilizaron aproximadamente 2 g de cobre Raney que había sido desarrollado y lavado con agua, y un líquido de reacción compuesto de 26,5 g de acrilonitrilo, 18,0 g de agua y 20,0 g de dimetilformamida fue puesto a reflujo durante 2 horas a una temperatura de reacción de aproximadamente 74°C.

10 Después de completarse la reacción, el resultado del análisis por cromatografía gaseosa mostró que se habían obtenido como producto 6,7 g de acrilamida. Los subproductos fueron encontrados en escasa cantidad junto con el producto.

15 Ejemplo 5.

20 En el método descrito en el Ejemplo 1, se utilizaron aproximadamente 2 g de cobre Raney que había sido desarrollado y lavado con agua y un líquido de reacción compuesto de 26,5 g de acrilonitrilo, 18,0 g de agua y 15,0 g de isopropanol fue puesto a reflujo durante 2 horas a una temperatura de reacción de aproximadamente 70°C.

25 Después de completarse la reacción, el re



sultado del análisis por cromatografía gaseosa mostró que se habían obtenido como producto 4,7 g de acrilamida. Los subproductos se encontraron en cantidad escasa junto con el producto.

5

Ejemplo 6.

En el método descrito en el Ejemplo 1, se utilizaron alrededor de 2 g de cobre Ullmann que había sido preparado tratando una solución acuosa de nitrato cúprico con zinc metálico, y una mezcla líquida de 25,0 g de acrilonitrilo y 25,0 g de agua (separada en dos capas) fue utilizada como líquido de reacción y puesta a reflujo durante 2 horas a una temperatura de reacción de aproximadamente 70°C.

10

15

Después de completarse la reacción, los resultados del análisis por cromatografía gaseosa mostraron que se habían obtenido como producto 2,3 g de acrilamida. Los subproductos se encontraban en cantidad escasa junto con el producto.

20

Ejemplo 7.

En el método descrito en el Ejemplo 1, se utilizó un catalizador de cobre reducido en lugar de

25



5 cobre Raney. 125 g de nitrato cúprico $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$
fueron disueltos en 1500 ml de agua y la solución fue
calentada a 80°C. Se añadió gota a gota a la antedicha
solución una solución acuosa al 20% de potasa cáusti-
ca hasta que el pH llegó a ser de 9-10, con el fin de
obtener hidróxido cúprico. El hidróxido cúprico resul-
tante fue bien lavado con agua moderadamente caliente
hasta que la solución lavada se hizo neutra y luego se
secó a 100°C. 10 g del hidróxido cúprico resultante fue-
ron cargados en un matraz de 4 bocas de 100 ml y fue-
ron reducidos durante 2 horas a 170°C con hidrógeno en
un caudal de 300 ml/minuto para preparar dicho catali-
zador. Dentro del matraz que contenía dicho catalizador
de cobre reducido se vertió una mezcla líquida de 25,0
15 g de acrilonitrilo y 25,0 g de agua y la mezcla fue pue-
ta a reflujo durante 2 horas a una temperatura de reac-
ción de aproximadamente 70°C.

Después de completarse la reacción, el re-
sultado del análisis por cromatografía gaseosa mostró
20 que se habían obtenido como producto 4,2 g de acrilami-
da. Los subproductos se encontraban en cantidad escasa
junto con el producto.

25



Ejemplo 8.

En el método descrito en el Ejemplo 1, se utilizó un catalizador de cobre y amianto en lugar de cobre Raney. 15 cm³ de una solución acuosa de nitrato cúprico (4,2 g en forma de cobre) fueron absorbidos en 3 g de amianto que había sido puesto en ebullición con ácido nítrico, lavado con agua y luego secado. El amianto así tratado fue añadido en proporciones a 50 cm³ de una solución acuosa hirviendo de sosa cáustica, fue filtrado, lavado con agua y luego secado. El amianto fue cargado después en un matraz de 4 bocas de 100 ml y fue reducido durante 2 horas a 260°C, con hidrógeno en un caudal de 50 ml/minuto con el fin de preparar dicho catalizador de cobre y amianto. Dentro del matraz que contenía el catalizador de cobre y amianto se vertió una mezcla líquida de 25,0 g de acrilonitrilo y 25,0 g de agua y la mezcla fue puesta a reflujo durante 2 horas a una temperatura de reacción de aproximadamente 70°C.

Después de completarse la reacción, el resultado del análisis por cromatografía gaseosa mostró que se habían obtenido como producto 3,6 g de acrilamida. Los subproductos se encontraban en cantidad escasa junto con el producto.



Ejemplo 9.

En el método descrito en el Ejemplo 1, se utilizó un catalizador de cobre y cromo en lugar de cobre Raney. 10 g de polvos de cobre-óxido de cromo que contenía una pequeña cantidad de óxido de manganeso, (Nikki Kagaku, Copper-chromium catalyst N203) fueron cargados en un matraz de 4 bocas, de 100 ml, fueron reducidos durante 5 horas a 200°C con hidrógeno en un caudal de 150 ml/minuto y luego enfriados a la temperatura ambiente mientras que se permitía la introducción de una corriente de hidrógeno. Dentro del matraz que contenía el catalizador de cobre-cromo reducido se vertió una mezcla líquida de 25,0 g de acrilonitrilo y 25,0 g de agua y la mezcla fue puesta a reflujo durante 2 horas a una temperatura de reacción de aproximadamente 70°C.

Después de completarse la reacción, el resultado del análisis por cromatografía gaseosa mostró que se habían obtenido como productos 2,6 g de acrilamida y una cantidad muy pequeña de propionitrilo. Los subproductos se encontraban en cantidad escasa junto con los productos.

Ejemplo 10.



En el método descrito en el Ejemplo 1, se utilizó un catalizador de cobre-zinc en lugar de cobre Raney. 10 g de un material configurado en forma cilíndrica que comprendía óxido de cobre y óxido de zinc (Nikki Kagaku, Copper-zinc catalyst N211) fueron triturados a la forma de polvo, cargados en un matraz de 4 bocas de 100 ml, reducidos durante 2 horas a 300°C con hidrógeno en un caudal de 100 ml/minuto y luego enfriados a la temperatura ambiente al tiempo que se permitía la introducción de una corriente de hidrógeno. Dentro del matraz que contenía el catalizador de cobre-zinc se vertió una mezcla líquida de 25,0 g de acrilonitrilo y 25,0 g de agua y la mezcla fue calentada a reflujo durante 2 horas a una temperatura de reacción de aproximadamente 70°C.

Después de completarse la reacción, el resultado del análisis por cromatografía gaseosa mostró que se habían obtenido como productos 2,3 g de acrilamida y una pequeña cantidad de propionitrilo. Los subproductos se encontraban en escasa cantidad junto con los productos.

Ejemplo 11.

En el método descrito en el Ejemplo 1, 8,7 g



de cobre Raney que había sido desarrollado y lavado con
agua, 18,9 g de acrilonitrilo y 81,1 g de agua fueron
cargados en un autoclave y hechos reaccionar con agita-
ción en atmósfera de nitrógeno durante 130 minutos a
5 una temperatura de reacción de 120°C. Durante la reac-
ción, la presión interior fue cambiada de 3 kg/cm² a 1
kg/cm².

Después de completarse la reacción, el
resultado del análisis por cromatografía gaseosa mos-
10 tró que se habían obtenido como producto 25,0 g de acrí-
lamida. No se encontró nada de subproducto junto con el
producto.

Ejemplo 12.

15 En el método descrito en el Ejemplo 1,
se utilizaron como catalizador aproximadamente 10 g de
cobalto Raney (Kawaken Fine Chemical, R-ODET-60) que ha
bía sido desarrollado y lavado con agua y 3,3 g de acrí-
20 lonitrilo y 36,0 g de agua fueron puestos a reflujo con
agitación en la presencia del catalizador durante apro-
ximadamente 2 horas a una temperatura de reacción de al-
rededor de 70°C.

Después de completarse la reacción, el
25 resultado del análisis por cromatografía gaseosa mostró



que se habían obtenido 1,06 g de acrilamida y una pequeña cantidad de propionitrilo como productos junto con una cantidad muy pequeña de una sustancia indeterminable.

5

Ejemplo 13.

En el método descrito en el Ejemplo 1, se empleó en calidad de catalizador un catalizador de cobalto con un soporte. En un matraz cerrado de 2 bocas de 50 ml se colocaron 10 g de un catalizador de cobalto estabilizado y reducido-tierra de diatomeas (Chemtron Corp.). El catalizador fue calentado y se introdujo hidrógeno gaseoso para efectuar la reducción. En este caso, el caudal de hidrógeno era de 50 ml/minuto, la temperatura de reducción era de 800°C y el tiempo de reducción fue de 2 horas. Después de reducción, el catalizador fue enfriado a la temperatura ambiente al tiempo que se permitía la introducción de una corriente de hidrógeno. La introducción de la corriente de hidrógeno fue luego detenida y una mezcla líquida de 3,3 g de acrilonitrilo y 36,0 g de agua fue vertida sobre el catalizador de manera tal que el catalizador no era puesto en contacto con aire.

25

El resultado del análisis tras la reacción



27

mostró que se habían obtenido como productos 0,37 g de acrilamida y una pequeña cantidad de propionitrilo juntamente con una cantidad muy pequeña de una sustancia indeterminable.

5

Ejemplo 14.

En el método descrito en el Ejemplo 1, se utilizó níquel Raney (Kawaken Fine Chemical, NDT-65) que había sido desarrollado y lavado con agua y una mezcla líquida de 3,3 g de acrilonitrilo y 36,0 g de agua fue puesta a reflujo juntamente con el catalizador durante 2 horas a una temperatura de reacción de alrededor de 70°C.

10

Después de la reacción, el catalizador fue separado por filtración y la mezcla de reacción fue sometida a análisis por cromatografía gaseosa. El resultado del análisis mostró que se habían obtenido como producto 0,90 g de acrilamida y una pequeña cantidad de propionitrilo. No se encontró nada de subproducto junto con los productos.

15

20

Ejemplo 15.

25

En el método descrito en el Ejemplo 1, se



utilizó en calidad de catalizador un catalizador de níquel con un soporte. En un matraz cerrado de 2 bocas de 50 ml, se colocaron 10 g de un catalizador de níquel estabilizado-tierra de diatomeas (Nikki Kagaku N113; que
5 contenía como catalizador conjunto una pequeña cantidad de óxidos de cobre y cromo). El catalizador fue calentado y se introdujo hidrógeno gaseoso para efectuar la reducción. En este caso, el caudal de hidrógeno, la temperatura de reducción y el tiempo de reducción fueron
10 respectivamente de 100 ml/minuto, 200°C y 2 horas. Después de completarse la reducción, el catalizador fue enfriado a la temperatura ambiente al tiempo que se permitía la introducción de una corriente de hidrógeno. Luego se detuvo la introducción de la corriente de hidrógeno y una mezcla líquida de 3,3 g de acrilonitrilo y
15 36,0 g de agua fue vertida sobre el catalizador, de manera tal que el catalizador no era puesto en contacto con aire.

El resultado del análisis después de la reacción
20 mostró que se habían obtenido como productos 0,36 g de acrilamida y una cantidad pequeña de propionitrilo. No se encontró nada de subproducto junto con los productos.

25

27



Ejemplo 16.

5 En el método descrito en el Ejemplo 1, se
utilizó un catalizador preparado reduciendo 1,0 g de un
polvo de paladio al 5% sobre carbón (Nihon Engerhalt) a
200°C durante 2 horas con hidrógeno en un caudal de 50
ml/minuto, y una mezcla líquida de 6,6 g de acrilonitri-
lo y 36,0 g de agua fue utilizada como líquido de reac-
ción y puesta a reflujo durante 5 horas a una tempera-
10 tura de reacción de aproximadamente 70°C.

Después de la reacción, el catalizador fue
separado por filtración y la mezcla de reacción fue so-
metida a análisis por cromatografía gaseosa. El resul-
tado del análisis mostró que se habían obtenido como pro-
15 ductos 1,36 g de acrilamida y una cantidad muy pequeña
de propionitrilo juntamente con una cantidad muy peque-
ña de una sustancia indeterminable.

Ejemplo 17.

20 En el método descrito en el Ejemplo 1 se
utilizó un catalizador preparado reduciendo 1,0 g de pol-
vo de platino al 1% sobre carbón (Nihon Engerhalt) a
200°C durante 2 horas con hidrógeno en un caudal de 50
25 ml/minuto, y una mezcla líquida de 6,6 g de acrilonitri-



lo y 36,0 g de agua fue utilizada como líquido de reacción y puesta a reflujo durante 5 horas a una temperatura de reacción de aproximadamente 70°C.

5 Después de la reacción, el catalizador fue separado por filtración y el líquido de reacción fue sometido a análisis por cromatografía gaseosa. El resultado del análisis mostró que se habían obtenido como producto 0,98 g de acrilamida. No se encontró junto con el producto nada de subproducto.

10

Ejemplo 18.

Utilizando el método descrito en el Ejemplo 1, 0,5 g de paladio sobre carbón en calidad de catalizador y una mezcla de 3,3 g de acrilonitrilo y 36,0 g de agua en calidad de líquido de reacción, se llevó a cabo el experimento.

15

Después de la reacción, el catalizador fue separado por filtración y el líquido de reacción fue sometido a análisis por cromatografía gaseosa, cuyo resultado mostró que se habían obtenido como productos 0,67 g de acrilamida y una cantidad muy pequeña de propionitrilo, junto con una cantidad muy pequeña de una sustancia indeterminable.

20

25



Ejemplo 19.

Utilizando el método descrito en el Ejemplo 1, 0,5 g de negro de platino en calidad de catalizador y una mezcla de 3,3 g de acrilonitrilo y 36,0 g de agua en calidad de líquido de reacción, se llevó a cabo el experimento.

Después de la reacción, el catalizador fue separado por filtración y el líquido de reacción fue sometido a análisis por cromatografía gaseosa, cuyo resultado mostró que se habían obtenido como producto 0,52 g de acrilamida. No se encontró nada de subproducto junto con el producto.

Ejemplo 20.

10 g de un catalizador de óxido de plata sobre soporte de alúmina (1% de Ag_2O ; Toyo CCI) fueron dispuestos en un matraz de 4 bocas de 100 ml y fueron reducidos a 200°C durante 2 horas con hidrógeno en un caudal de 50 ml/minuto para preparar un catalizador. Dentro del matraz que contenía dicho catalizador se vertió una mezcla de 6,6 g de acrilonitrilo y 36,0 g de agua y el conjunto fue puesto a reflujo durante 2 horas a una temperatura de reacción de aproximadamente 70°C.



Después de la reacción, el catalizador fue separado por filtración y el producto filtrado fue evaporado para rendir 0,85 g de un producto cristalino blanco. El producto fue disuelto en una mezcla de dietil-
5 -éter y etanol y fue recristalizado desde ella para obtener un producto cristalino blanco que tenía un punto de fusión de 84,5-85°C. Este producto fue identificado como acrilamida, como resultado del análisis por cromatografía gaseosa, del análisis elemental, del análisis
10 de IR y del análisis de RMN. Se obtuvieron como subproductos muy pequeñas cantidades de estilen-cianhidrina y propionitrilo.

Ejemplo 21.

15 En el método descrito en el Ejemplo 20, se redujeron 20 g del catalizador de óxido de plata sobre soporte de alúmina y se cargaron dentro de un autoclave, y luego se cargaron dentro de éste 13,2 g de acrilonitrilo y 72 g de agua y se hicieron reaccionar durante 2
20 horas a una temperatura de reacción de 150°C con agitación en una atmósfera de hidrógeno.

Después de completarse la reacción, el resultado del análisis por cromatografía gaseosa mostró
25 que se habían obtenido como productos 5,85 g de acrila-



271

mida y 2,86 g de etilén-cianhidrina junto con una cantidad muy pequeña de una sustancia indeterminable.

Ejemplo 22.

5

Excepto en que se utilizó catalizador de óxido de plata no reducido sobre soporte de alúmina en el método descrito en el Ejemplo 20, la reacción se llevó a cabo igual que en aquél.

10

Después de completarse la reacción, el resultado del análisis por cromatografía gaseosa mostró que se habían obtenido como producto 0,24 g de acrilamida y 0,18 g de etilén-cianhidrina.

15

Ejemplo 23.

Utilizando el método descrito en el Ejemplo 20, 10 g de un catalizador de plata sobre soporte de alúmina (3,5 - 4,0% de Ag; Harshaw Chemical Co., U. S. A.) en calidad de catalizador, se llevaron a cabo la reducción y la reacción.

20

Después de completarse la reacción, el resultado del análisis por cromatografía gaseosa mostró que se habían obtenido como productos 0,57 g de acrilamida y 0,27 g de etilén-cianhidrina.

25



Ejemplo 24.

5 Excepto en que se utilizó como catalizador 1,0 g de polvo de plata en el método descrito en el Ejemplo 20, la reducción y la reacción se llevaron a cabo como en aquél.

10 Después de la reacción, el resultado del análisis por cromatografía gaseosa mostró que se habían obtenido como producto 0,12 g de acrilamida junto con una cantidad muy pequeña de una sustancia indeterminable.

Ejemplo 25.

15 Excepto en que se habían utilizado 1,0 g de óxido de plata Ag_2O no reducido en calidad de catalizador en el método descrito en el Ejemplo 20, la reacción se llevó a cabo de modo similar a como en el caso de dicho Ejemplo 20.

20 Después de la reacción, el resultado del análisis por cromatografía gaseosa mostró que se habían obtenido como productos 0,25 g de acrilamida y 0,31 g de etilén-cianhidrina junto con una cantidad pequeña de una sustancia indeterminable.

25



Ejemplo 26.

5 Excepto en que se utilizaron como catali-
zador 1,0 g de óxido de oro Au_2O en el método descrito
en el Ejemplo 20, la reducción y la reacción se lleva-
ron a cabo como en aquél.

10 Después de la reacción, el resultado del
análisis por cromatografía gaseosa mostró que se habían
obtenido como producto 3,5 g de acrilamida junto con una
cantidad muy pequeña de una sustancia indeterminable.

Ejemplo 27.

15 Excepto en que se utilizaron como catali-
zador 1,0 g de óxido de oro Au_2O no reducido en el mé-
todo descrito en el Ejemplo 22, la reacción se llevó a
cabo a aproximadamente $60^{\circ}C$ durante 5 horas.

20 Después de la reacción, el resultado del
análisis por cromatografía gaseosa mostró que se habían
obtenido como productos 0,73 g de acrilamida y 0,12 g
de etilén-cianhidrina junto con una cantidad muy peque-
ña de una sustancia indeterminable.

25



Ejemplo 28.

Utilizando 1,0 g de polvo de oro como catalizador en el método descrito en el Ejemplo 20, se llevó a cabo la reducción, y luego la reacción se efectuó a aproximadamente 60°C durante 5 horas.

Después de la reacción, el resultado del análisis por cromatografía gaseosa mostró que se habían obtenido como productos 0,52 g de acrilamida y 0,13 g de etilén-cianhidrina.

Ejemplo 29.

Utilizando como catalizador en el método descrito en el Ejemplo 1 alrededor de 10 g de cobre Raney (Kawaken Fine Chemical, CDT-60) 30,0 g de metacrilonitrilo y 13,3 g de isopropanol fueron cargados y hechos reaccionar durante 2 horas a una temperatura de reacción de aproximadamente 70°C con agitación a la presión atmosférica.

Después de la reacción, el catalizador fue separado por filtración y el producto filtrado fue evaporado para rendir aproximadamente 0,8 g de un producto cristalino blanco. El producto fue disuelto en una mezcla de dietil-éter y etanol y fue recristalizado a partir



27

5 de ella para obtener un producto cristalino blanco que tenía un punto de fusión de 109-110°C. Este producto fue identificado como metacrilamida, como resultado del análisis por cromatografía gaseosa, del análisis elemental, del análisis de IR y del análisis de RMN. Se obtuvieron como subproductos cantidades muy pequeñas de acetona y de una sustancia indeterminable.

Ejemplo 30.

10

En el método descrito en el Ejemplo 29, 10 g de cobre Raney, que había sido desarrollado y lavado con agua, fueron lavados ulteriormente con etanol y la composición del líquido de reacción era de 30,0 g de metacrilonitrilo y 10,0 g de etanol. El líquido fue hecho reaccionar durante 2 horas a una temperatura de reacción de aproximadamente 70°C.

15

Después de la reacción, el resultado del análisis por cromatografía gaseosa mostró que se habían obtenido como producto 0,6 g de metacrilamida. Se obtuvo como subproducto una pequeña cantidad de una sustancia indeterminable.

20

25



Ejemplo 31.

En el método descrito en el Ejemplo 29, aproximadamente 2 g de cobre Raney que había sido desarrollado y lavado con agua fueron sometidos, junto con una mezcla líquida de 4,2 g de metacrilonitrilo y 36,0 g de agua, a reacción durante 2 horas a una temperatura de reacción de aproximadamente 80°C.

Después de la reacción, el resultado del análisis por cromatografía gaseosa mostró que se habían obtenido como producto 4,1 g de metacrilamida. No se encontró junto con el producto nada de subproducto.

Ejemplo 32.

En el método descrito en el Ejemplo 29, se utilizaron aproximadamente 2 g de cobre Raney que había sido desarrollado y lavado con agua, y un líquido de reacción compuesto de 16,8 g de metacrilonitrilo, 18,0 g de agua y 25,0 g de dimetilformamida fue hecho reaccionar durante 2 horas a una temperatura de reacción de aproximadamente 80°C.

Después de la reacción, el resultado del análisis por cromatografía gaseosa mostró que se habían obtenido como producto 12,7 g de metacrilamida. No se



encontró junto con el producto nada de subproducto.

Ejemplo 33.

5 En el método descrito en el Ejemplo 29, se
utilizaron aproximadamente 2 g de cobre Raney que había
sido desarrollado y lavado con agua y un líquido de reac-
ción compuesto de 16,8 g de metacrilonitrilo, 18,0 g
de agua y 25,0 g de isopropanol fue hecho reaccionar du-
10 rante 2 horas a una temperatura de reacción de aproxi-
madamente 70°C.

Después de la reacción, el resultado del
análisis por cromatografía gaseosa mostró que se habían
obtenido como producto 13,6 g de metacrilamida. No se
15 encontró junto con el producto nada de subproducto.

Ejemplo 34.

20 En el método descrito en el Ejemplo 29, se
utilizaron aproximadamente 2 g de cobre Ullmann que ha-
bía sido preparado tratando una solución acuosa de ni-
trato cúprico con zinc metálico, y una mezcla líquida
de 4,2 g de metacrilonitrilo y 36,0 g de agua fue uti-
lizada como líquido de reacción y hecha reaccionar duran-
25 te 2 horas a una temperatura de reacción de aproxima-

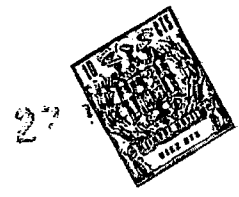


mente 80°C.

Después de la reacción, el resultado del análisis por cromatografía gaseosa mostró que se habían obtenido como producto 2,8 g de metacrilamida. Los sub-
5 productos se encontraron en cantidad escasa junto con el producto.

Ejemplo 35.

10 En el método descrito en el Ejemplo 29, se utilizó como catalizador un catalizador de cobre reducido. 125 g de nitrato cúprico $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ fueron disueltos en 1.500 ml de agua y la solución fue calentada a 80°C. Se añadió gota a gota a la antedicha solución
15 una solución acuosa al 20% de potasa cáustica hasta que el pH se hizo de 9 a 10, para obtener hidróxido cúprico. El hidróxido cúprico resultante fue bien lavado con agua moderadamente caliente hasta que la solución lavada se hizo neutra y luego se secó a 100°C. 10g del hidró-
20 xido cúprico resultante fueron cargados en un matraz de 4 bocas de 100 ml y fueron reducidos durante 2 horas a 170°C con hidrógeno en un caudal de 300 ml/minuto para preparar dicho catalizador. En el matraz que contenía dicho catalizador de cobre reducido se vertió una
25 mezcla de 4,2 g de metacrilonitrilo y 36,0 g de agua y



la mezcla fue hecha reaccionar durante 2 horas a una temperatura de reacción de aproximadamente 80°C.

5 Después de la reacción, el resultado del análisis por cromatografía gaseosa mostró que se habían obtenido como producto 2,9 g de metacrilamida. Los sub-
productos se encontraban en cantidad escasa junto con el producto.

Ejemplo 36.

10

En el método descrito en el Ejemplo 29, se utilizó en calidad de catalizador un catalizador de cobre y amianto. 15 cm³ de una solución acuosa de nitrato cúprico (4,2 g en forma de cobre) fueron absorbidos
15 en 3 g de amianto que había sido puesto en ebullición con ácido nítrico, lavado con agua y luego secado. El amianto tratado de este modo fue añadido en porciones a 50 cm³ de una solución acuosa hirviendo de sosa cáustica, fue filtrado, lavado con agua y luego secado.
20 Después, el amianto fue cargado en un matraz de 4 bocas de 100 ml y fue reducido durante 2 horas a 260°C con hidrógeno en un caudal de 50 ml/minuto para preparar dicho catalizador de cobre y amianto. En el matraz que contenía este catalizador de cobre y amianto se vertió una
25 mezcla líquida de 4,2 g de metacrilonitrilo y 36,0 g de



agua y la mezcla fue hecha reaccionar durante 2 horas a una temperatura de reacción de aproximadamente 80°C.

5 Después de la reacción, el resultado del análisis por cromatografía gaseosa mostró que se habían obtenido como producto 1,7 g de metacrilamida. Los sub
productos se encontraban en cantidad escasa además del producto.

10 Ejemplo 37.

En el método descrito en el Ejemplo 29, se utilizó como catalizador un catalizador de cobre-cromo. 10 g de polvos de cobre-óxido de cromo que contenían una pequeña cantidad de óxido de manganeso (Nikki Kagaku, Copper-chromium catalyst N 203 fueron cargados en un matraz de 4 bocas de 100 ml, fueron reducidos durante 5 horas a 200°C con hidrógeno en un caudal de 150 ml/minuto y luego fueron enfriados a la temperatura ambiente al tiempo que se permitía la introducción de una corriente de hidrógeno. Dentro del matraz que contenía el catalizador de cobre-cromo reducido se vertió una mezcla líquida de 4,2 g de metacrilonitrilo y 36,0 g de agua y la mezcla fue hecha reaccionar durante 2 horas a una temperatura de reacción de aproximadamente 80°C.



Después de la reacción, el resultado del análisis por cromatografía gaseosa mostró que se habían obtenido como producto 2,4 g de metacrilamida. Los subproductos se encontraban en escasa cantidad.

5

Ejemplo 38.

En el método descrito en el Ejemplo 29, se utilizó en calidad de catalizador un catalizador de cobre-zinc. 10 g de un material de forma cilíndrica que comprendía óxido de cobre y óxido de zinc (Nikkí Kagaku, Copper-zinc catalyst N211) fueron triturados a la forma de polvos, fueron cargados en un matraz de 4 bocas de 100 ml, fueron reducidos durante 2 horas a 300°C con hidrógeno en un caudal de 100 ml/minuto y luego enfriados a la temperatura ambiente al tiempo que se permitía la introducción de una corriente de hidrógeno. Dentro del matraz que contenía el catalizador de cobre-zinc se vertió una mezcla líquida de 4,2 g de metacrilonitrilo y 36,0 g de agua, y la mezcla fue hecha reaccionar durante 2 horas a una temperatura de reacción de aproximadamente 80°C.

10
15
20

25

Después de la reacción, el resultado del análisis por cromatografía gaseosa mostró que se habían obtenido como producto 1,4 g de metacrilamida. Los sub-



27

productos se encontraban en escasa cantidad.

Ejemplo 39.

5 En el método descrito en el Ejemplo 29,
 se utilizaron como catalizador aproximadamente 10 g
 de cobalto Raney (Kawaken Fine Chemical R-00HT-60) que
 había sido desarrollado y lavado con agua, y una mez-
 10 cla líquida de 4,2 g de metacrilonitrilo y 36,0 g de
 agua fue utilizada como líquido de reacción y hecha
 reaccionar durante 2 horas a una temperatura de reac-
 ción de aproximadamente 80°C.

 Después de la reacción, el resultado del
 análisis por cromatografía gaseosa mostró que se habían
 15 obtenido como producto 0,9 g de metacrilamida junto
 con una cantidad pequeña de una sustancia determina-
 ble.

Ejemplo 40.

20 En el método descrito en el Ejemplo 29,
 se utilizó en calidad de catalizador un catalizador de
 cobalto con un soporte. 10 g de un catalizador de co-
 balto estabilizado por reducción y tierra de diatomeas
 25 (Chemetron Corp.) fueron dispuestos en un matraz cerra-

27



do de 2 bocas de 50 ml, fueron calentados y luego reducidos haciendo pasar a su través hidrógeno gaseoso. En este caso, el caudal de hidrógeno, la temperatura de reducción y el tiempo de reacción fueron respectivamente de 50 ml/minuto, 300°C y 2 horas. Después de completarse la reducción, el catalizador fue enfriado a la temperatura ambiente mientras se permitía la introducción de una corriente de hidrógeno. La introducción de la corriente de hidrógeno fue luego detenida y una mezcla líquida de 4,2 g de metacrilonitrilo y 36,0 g de agua fue vertida sobre el catalizador, de manera tal que el catalizador no era puesto en contacto con aire. El experimento se realizó de manera similar al caso del Ejemplo 1.

Después de la reacción, el resultado del análisis mostró que se habían obtenido como producto 0,8 g de metacrilamida junto con una pequeña cantidad de una sustancia indeterminable.

Ejemplo 41.

En el método descrito en el Ejemplo 29, se utilizó en calidad de catalizador níquel Raney (Kawaken Fine Chemical NDT-65) que había sido desarrollado y lavado con agua, y una mezcla líquida de 4,2 g de



metacrilonitrilo y 36,0 g de agua fue utilizada como líquido de reacción y hecha reaccionar durante 2 horas a una temperatura de reacción de aproximadamente 80°C.

5 Después de la reacción, el resultado del análisis por cromatografía gaseosa mostró que se habían obtenido como producto 1,0 g de metacrilamida y una pequeña cantidad de una sustancia indeterminable.

Ejemplo 42.

10

En el método descrito en el Ejemplo 29, se utilizó como catalizador un catalizador de níquel con un soporte. 10 g de un catalizador de níquel estabilizado-tierra de diatomeas (Nikki Kagaku, N113; que contenía como catalizador conjunto una pequeña cantidad de óxidos de cobre y de cromo) fueron cargados en un matraz cerrado de 2 bocas de 50 ml, fueron calentados y reducidos haciendo pasar a su través hidrógeno gaseoso. En este caso, el caudal de hidrógeno, la temperatura de reducción y el tiempo de reducción fueron respectivamente 15 de 100 ml/minuto, 200°C y 2 horas. Después de completarse la reducción, el catalizador fue enfriado a la temperatura ambiente al tiempo que se permitía la introducción de una corriente de hidrógeno. Luego se detuvo la 20 introducción de la corriente de hidrógeno y una mezcla 25

líquida de 4,2 g de metacrilonitrilo y 36,0 g de agua fue vertida sobre el catalizador de manera tal que el catalizador no era puesto en contacto con aire. Luego, el experimento se realizó de modo similar al caso del Ejemplo 1.

5

Después de la reacción, el resultado del análisis mostró que se habían obtenido como producto 0,8 g de metacrilamida junto con una pequeña cantidad de una sustancia indeterminable.

10

Ejemplo 43.

15

En el método descrito en el Ejemplo 29, se utilizó un catalizador preparado reduciendo 1,0 g de polvo de paladio al 5% sobre carbón (Nihon Engerhalt) a 200°C durante 2 horas con hidrógeno en un caudal de 50 ml/minuto, y una mezcla líquida de 4,2 g de metacrilonitrilo y 36,0 g de agua fue utilizada como líquido de reacción y hecha reaccionar durante 5 horas a una temperatura de reacción de aproximadamente 80°C.

20

25

Después de la reacción, el catalizador fue separado por filtración y el líquido de reacción fue sometido a análisis por cromatografía gaseosa, cuyo resultado mostró que se habían obtenido como producto 1,1 g de metacrilamida junto con una cantidad pequeña de



una sustancia indeterminable.

Ejemplo 44.

5 En el método descrito en el Ejemplo 29,
se utilizó como catalizador un catalizador preparado
reduciendo 1,0 g de polvo de platino al 1% sobre car-
bón (Nihon Engerhalt) a 200°C durante 2 horas con hi-
drógeno en un caudal de 50 ml/minuto, y una mezcla lí-
10 quida de 4,2 g de metacrilonitrilo y 36,0 g de agua
fue utilizada como líquido de reacción y hecha reaccio
nar durante 5 horas a una temperatura de reacción de
aproximadamente 80°C.

15 Después de la reacción, el catalizador fue
separado por filtración y el líquido de filtración fue
sometido a análisis por cromatografía gaseosa, cuyo re-
sultado mostró que se habían obtenido como producto 0,8
g de metacrilamida. No se encontró nada de subproducto
junto con dicho producto.

20

Ejemplo 45.

25 En el método descrito en el Ejemplo 29, se
utilizaron como catalizador 0,5 g de negro de paladio,
y una mezcla líquida de 4,2 g de metacrilonitrilo y 36,0 g



de agua fue utilizada como líquido de reacción y hecha reaccionar durante 5 horas a una temperatura de reacción de aproximadamente 80°C.

5 Después de la reacción, el catalizador fue separado por filtración y el líquido de reacción fue sometido a análisis por cromatografía gaseosa, cuyo resultado mostró que se habían obtenido como producto 1,2 g de metacrilamida junto con una cantidad muy pequeña de una sustancia indeterminable.

10

Ejemplo 46.

15 En el método descrito en el Ejemplo 29, se utilizaron como catalizador 0,5 g de negro de platino, y una mezcla líquida de 4,2 g de metacrilonitrilo y 36,0 g de agua fue utilizada como líquido de reacción y se hizo reaccionar durante 5 horas a una temperatura de reacción de aproximadamente 80°C.

20 Después de la reacción, el catalizador fue separado por filtración y el líquido de reacción fue sometido a análisis por cromatografía gaseosa cuyo resultado mostró que se habían obtenido como producto 1,0 g de metacrilamida. Junto con dicho producto no se encontró nada de subproducto.

25



27

Ejemplo 47.

En el método descrito en el Ejemplo 29, 10 g de un óxido de plata sobre soporte de alúmina (1% de Ag_2O ; Toyo CCI) fueron reducidos durante 2 horas a 200°C con hidrógeno en un caudal de 50 ml/minuto para preparar un catalizador, y una mezcla líquida de 4,2 g de metacrilonitrilo y 36,0 g de agua fue sometida a reacción junto con el catalizador durante aproximadamente 2 horas a una temperatura de reacción de aproximadamente 80°C.

Después de la reacción, el resultado del análisis por cromatografía gaseosa mostró que se habían obtenido como producto 1,3 g de metacrilamida. Junto con dicho producto no se encontró nada de subproducto.

Ejemplo 48.

En el método descrito en el Ejemplo 47, 10 g de óxido de plata no reducido sobre soporte de alúmina fueron utilizados directamente como catalizador, y una mezcla líquida de 4,2 g de metacrilonitrilo y 36,0 g de agua fue hecha reaccionar en la presencia del catalizador durante aproximadamente 2 horas a una temperatura de reacción de aproximadamente 80°C.



Después de la reacción, el resultado del análisis por cromatografía gaseosa mostró que se habían obtenido como producto 1,1 g de metacrilamida junto con una cantidad muy pequeña de una sustancia indeterminable.

5

Ejemplo 49.

En el método descrito en el Ejemplo 29, un catalizador preparado reduciendo 1,0 g de óxido de oro Au_2O_3 a $200^\circ C$ durante 2 horas con hidrógeno en un caudal de 50 ml/minuto fue sometido, junto con una mezcla líquida de 4,2 g de metacrilonitrilo y 36,0 g de agua, a reacción durante 2 horas a aproximadamente $80^\circ C$.

10

15

Después de la reacción, el resultado del análisis por cromatografía gaseosa mostró que se obtuvieron como producto 2,1 g de metacrilamida. Junto con dicho producto no se encontró nada de subproducto.

20

Ejemplo 50.

En el método descrito en el Ejemplo 49, 1,0 g de óxido de oro Au_2O_3 no reducido fue utilizado directamente como catalizador, y una mezcla líquida de 4,2 g de metacrilonitrilo y 36,0 g de agua fue hecha

25



reaccionar en presencia del catalizador durante aproximadamente 2 horas a una temperatura de reacción de aproximadamente 80°C.

5 Después de la reacción, el resultado del análisis por cromatografía gaseosa mostró que se habían obtenido como producto 1,7 g de metacrilamida junto con una cantidad muy pequeña de una sustancia indeterminable.

10

REIVINDICACIONES

15

Los puntos de invención propia, no nueva, pero no establecida, practicada ni divulgada en España, que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Introducción, por DIEZ años, son los que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

20

1ª.- Un procedimiento para la producción de una amida, que comprende hacer reaccionar un nitrilo seleccionado del grupo que consiste en acrilonitrilo y

25

27 ASA



5 metacrilonitrilo con al menos un componente seleccionado del grupo que consiste en agua y un agente que desprende agua, en presencia de un catalizador que contiene un metal seleccionado del grupo que consiste en cobre Raney, cobre Ullman, catalizador de cobre reducido, cobre con un soporte, plata, oro, cobalto, níquel, paladio y platino.

10 2ª.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1ª, en que la reacción se lleva a cabo a una temperatura dentro del margen de 25 a 200°C y bajo una presión dentro del margen de 0 a 300 kg/cm².

15 3ª.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1ª, en que dicho agente que desprende agua es al menos uno seleccionado del grupo que consiste en metanol, etanol, n-propanol, isopropanol, sec-butanol, ter-butanol, pentanol-2, pentanol-3, 2-metil-butanol-3, 4-metilpentanol-2, hexanol-2, hexanol-3, hexilén-glicol, butilén-glicol, propilén-glicol, etilén-glicol, ciclohexanol, una mezcla de hidrógeno y oxígeno, y una
20 mezcla de hidrógeno y aire.

4ª.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1ª, en que la cantidad de agua o de dicho agente que desprende agua es de 0,01-100 moles por mol de dicho nitrilo.

25 5ª.- Un procedimiento de acuerdo con la



reivindicación 1ª, en que la cantidad de dicho catalizador utilizado es de 0,01-100 g por mol de dicho nitrilo.

5

6ª.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1ª, en que se utiliza un disolvente orgánico.

10

7ª - Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 6ª, en que dicho disolvente orgánico es seleccionado del grupo que consiste en metanol, etanol, isopropanol, acetona, dimetilformamida, dimetilsulfóxido, formamida, acetamida, acrilamida y metacrilamida.

15

8ª.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1ª, en que la reacción se lleva a cabo en un estado suspendido.

9ª.- Un procedimiento para la producción de una amida.

20

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

25

Handwritten signature or initials.

27



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

Madrid, 27 ABR. 1974
P.A.

Fernando de Elvoro
Per Poch

5

10

15

20

25

16.4.74

EAS.-