

MINISTERIO DE INDUSTRIA Y ENERGIA  
Registro de la Propiedad Industrial



ESPAÑA

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.

19 ES	11 NUMERO	21	10 A1
	<b>467399</b>		
	22 FECHA DE PRESENTACION		
	<b>28 FEB. 1978</b>		

20 OCT. 1978

PATENTE DE INVENCION

50 PRIORIDADES:		
51 NUMERO	52 FECHA	53 PAIS
P 27 09 966.7-42	8 Marzo 1.977	Alemania
47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	<i>C07C/CMD;C08F</i>	
54 TITULO DE LA INVENCION		
<b><u>"PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE B-(DIMETILAMINO)-PROPIONITRIL- LO".-</u></b>		
71 SOLICITANTE (S)		
<b>FIRMA RUHRCHEMIE AKTIENGESELLSCHAFT</b>		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE		
<b>ÜBERHAUSEN (REP.FED.DE ALEMANIA)</b>		
72 INVENTOR (ES)		
<b>JÖrgen Ueber, Helmut Springer, Boy Cornils, Hans Feichtinger y Wolfgang Payer</b>		
73 TITULAR (ES)		
<b>FIRMA RUHRCHEMIE AKTIENGESELLSCHAFT</b>		
74 REPRESENTANTE		
<b>M.V. DE LA TORRE.-</b>		

MEMORIA DESCRIPTIVA

La fabricación de  $\beta$ -(dimetilamino)-propionitrilo se realiza, por lo general, por el adiconamiento de dimetilamina a nitrilo acrílico, de acuerdo con el esquema de reacción a continuación:



Conforme a la solicitud de patente japonesa número - 72/03 809, la dimetilamina de forma gaseosa se añadido al nitrilo acrílico a una temperatura de 0 hasta 5°C., y la mezcla de la reacción se deja a continuación todavía durante una hora en reposo. El  $\beta$ -(dimetilamino)propionitrilo es obtenido en este caso con un rendimiento de 99%. -

Como inconveniente de este procedimiento es de considerar el mantenimiento de temperaturas entre 0 y 5°C., el cual exige una gran inversión técnica y que, por lo tanto, pone en duda la rentabilidad de este procedimiento. -

A través de la memoria de patente nº DL-PS 58 306 ya es conocido transformar dimetilamina y nitrilo acrílico, entre otras formas más, también dentro de un aparato de ciclo a corriente continua con una temperatura de 0 hasta 60°C, en que el producto de reacción es empleado como medio disolvente y diluyente para la reacción. Sin embargo, el  $\beta$ -(dimetilamino)propionitrilo se obtiene según esta forma de trabajo tan sólo con un rendimiento del 94%. -

Se imponía, por lo tanto, la tarea de desarrollar un procedimiento que permitiese la fabricación de  $\beta$ -(dimetila-

mino)-propionitrilo por la adición de dimetilamina al nitrilo -  
acrílico bajo condiciones menos severas para la reacción, en un  
aparato sencillo y con rendimiento elevado.-

30 De una manera sorprendente se consigue obtener el  $\beta$ -  
(dimetilamino)-propionitrilo, con un rendimiento prácticamente  
cuantitativo, si el nitrilo acrílico y la dimetilamina se llevan  
a la reacción a temperaturas de 25 hasta 80°C., con preferencia  
de 40 hasta 60°C., siendo efectuada la transformación de forma -  
35 continúa dentro de un reactor de columnas de burbujas y conduci-  
dos los componentes de la reacción en contracorriente.-

No se ha podido prever que los componentes de la reac-  
ción se transformasen casi de una forma cuantitativa con la for-  
mación del requerido producto de la reacción. Queda evitado por  
40 completo un prolongado tratamiento posterior tal como es neces-  
ario en el caso de la solicitud de la patente japonesa. Asimis-  
mo no es necesario tampoco preparar grandes volúmenes de reac-  
ción, que dificulten una producción de tipo industrial. El nue-  
vo procedimiento permite finalmente trabajar a temperaturas fá-  
45 cilmente ajustables.-

La columna de burbujas que conforme a la presente in-  
vención se ha empleado como reactor, ya es conocida en la técni-  
ca. Una descripción de éste tipo de reactor se encuentra, por  
ejemplo, en la Enciclopedia de Ullmann de la Química Técnica, -  
50 Tomo 3, Página 369 (1973). Según la forma de trabajo de la pre-  
sente invención, se emplean reactores de columnas de burbujas -  
en los que la relación entre el diámetro y la longitud es de -  
1 : 5 hasta 1 : 20 .-

La realización del nuevo proceso tiene lugar de una -

55 manera sencilla. En el reactor calentado a 25 hasta 80° C., con  
preferencia a 40 hasta 60°C., se introduce desde arriba nitrilo  
acrílico, introduciéndose desde abajo a través de un fondo de -  
choque, que ha sido realizado en la forma de un órgano de dis-  
tribución como, por ejemplo, una frita de dimetilamina, en tal  
60 cantidad que consiguen unos tiempos de permanencia de 20 hasta  
120 minutos, con preferencia de 30 hasta 60 minutos. La rela- -  
ción molar de dimetilamina con respecto a nitrilo acrílico es -  
de 1 hasta 1,5 : 1, pero con preferencia de 1 hasta 1,05 : 1. -  
La amina gaseiforme es absorbida por completo casi al instante  
65 y ligada químicamente para ser transformada de inmediato en el  
requerido  $\beta$ -(dimetilamino)-propionitrilo. El líquido de la reac-  
ción que sale después del reactor de la columna de burbujas, un  
poco por encima del órgano de distribución, es un líquido tan -  
claro como el agua, que representa un  $\beta$ -(dimetilamino)-propioni-  
70 trilo casi puro y que, sin ser efectuada ninguna purificación -  
adicional, puede ser añadido a otras transformaciones químicas  
como, por ejemplo, a la hidrogenación al correspondiente amina.

El  $\beta$ -(dimetilamino)-propionitrilo encuentra su aplica-  
ción como estabilizador y como catalizador de la polimerización.  
75 El mismo representa, además, una valiosa sustancia de partida -  
para la fabricación de biozidas y detergentes. La  $\beta$ -(dimetilami-  
no)-propilamina, que se produce por hidrogenación, ha alcanzado  
una gran importancia como producto intermedio por la fabrica- -  
ción de biozidas, de aditamentos a combustibles, de sustancias  
80 ignífugas, de materias antiestáticas, antioxidantes y de medios  
anticorrosivos.-

El procedimiento conforme a la presente invención se explica con más detalles por medio del siguiente ejemplo:

Ejemplo.-

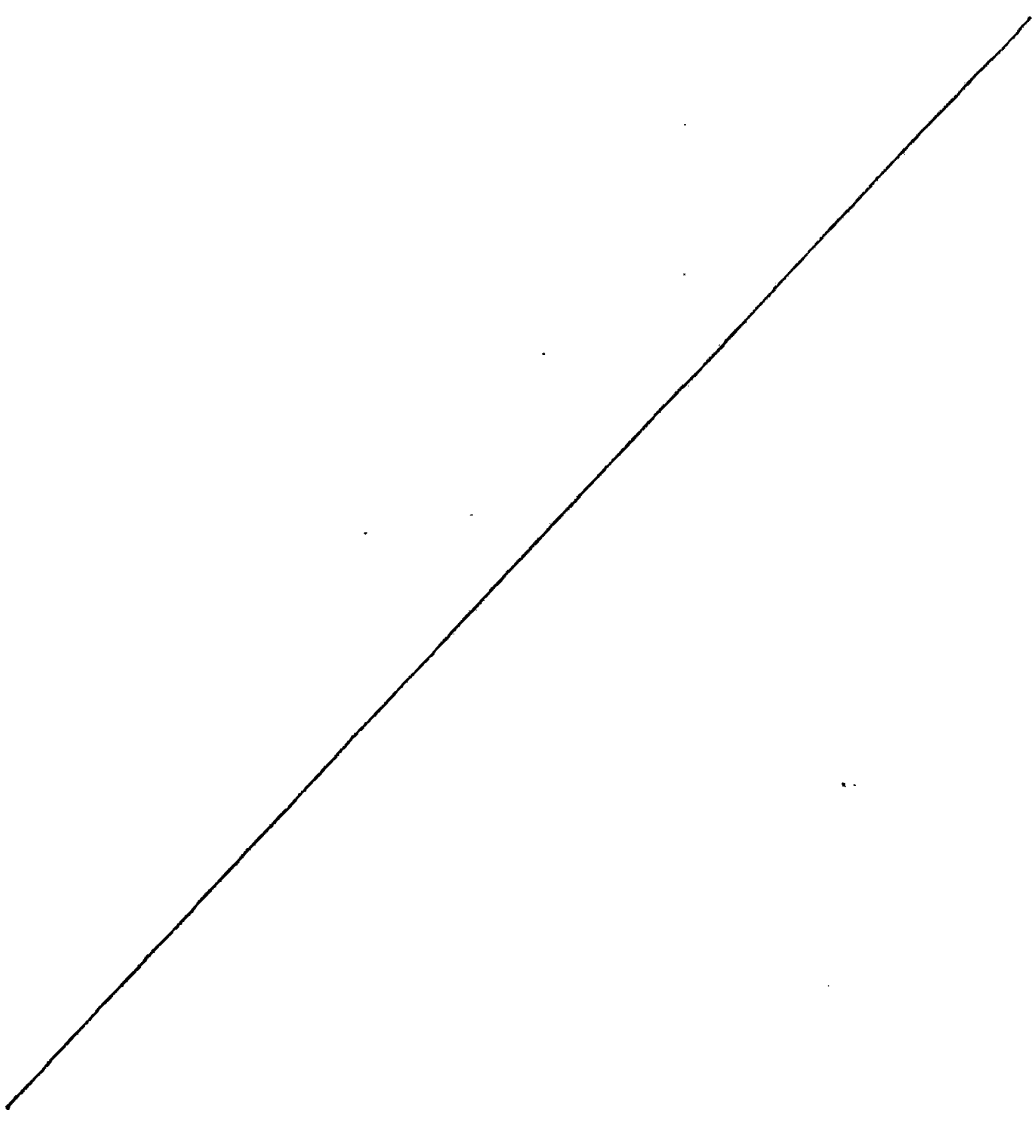
85 La transformación es realizada dentro de un tubo de reacción que tiene un diámetro interior de 36 mms. y un largo de 70 cms., teniendo por su extremo inferior una frita de vidrio G4 como órgano de distribución. El tubo tiene un volúmen total de 700 mltra, mientras que el volúmen efectivo de la reacción,  
90 es decir, el espacio que se utiliza durante la reacción, es de 400 mltra.-

A una temperatura de 50°C, se introducen a la hora - 226 grs, de dimetilamina gaseiforme, a través de la frita de - vidrio, en el reactor. Por el extremo superior se realiza la -  
95 adición de 261 grs. de nitrilo acrílico por hora. Ya después - de 4 cms. por encima del fondo de la frita tiene lugar una completa absorción de la amina. Por encima de la frita de vidrio, el producto de la reacción es sacada, con volúmen constante de reacción, en una cantidad de 574 mltra. por hora, de acuerdo -  
100 con un tiempo de permanencia de 42 minutos. La velocidad de tiempo espacio es de 1,435. El análisis cromatográfica de gas del producto en bruto refleja un contenido de 99,1% de  $\beta$ -(dimetilamina)-propionitrilo, aparte de 0,9% de dimetilamina. Con una transformación completa de nitrilo acrílico se consigue, por -  
105 lo tanto, una selectividad de más de 99,9%.-

El producto de la reacción puede ser hidrogenado de una forma directa y de la manera ya conocida.-

110           Descrita suficientemente la naturaleza y alcance de  
la presente invención se hace constar que en la misma podrán -  
ser variables los materiales y dimensiones y en general aque-  
llos otros detalles accesorios o secundarios que no alteren, -  
cambien o modifiquen la esencialidad propuesta.-

115           Los términos en que queda redactada ésta memoria son  
ciertos y fiel reflejo del objeto descrito, debiéndose interpre-  
tar en un sentido más amplio y nunca en forma limitativa.-



REIVINDICACIONES

120 1ª.- Procedimiento para la fabricación de  $\beta$ -(dimetilamino)-propionitrilo; de nitrilo acrílico y de dimetilamina a una temperatura de 25 hasta 80°C, con preferencia de 40 hasta 60°C., caracterizado porque la transformación es realizada dentro de un reactor de columnas de burbujas, siendo conducidos los componentes de la reacción en contra-corrientes.-

125 2ª.- Procedimiento; según reivindicación 1, caracterizado porque el tiempo de permanencia de los componentes de la reacción en el reactor es de 20 hasta 120 minutos, con preferencia de 30 hasta 60 minutos.-

130 3ª.- Procedimiento; conforme a las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque la dimetilamina y el nitrilo acrílico son empleados en una relación molar de 1 hasta 1,5 : 1, con preferencia de 1 hasta 1,05 : 1.-

4ª.- "PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE  $\beta$ -(DIMETILAMINO)-PRO-  
PIONITRILLO".-

Consta la presente memoria descriptiva de siete hojas numeradas y mecanografiadas por una sola cara.-

Madrid,

28 FEB. 1978

M. V. DE LA TORRE  
P. P.

  
José Pérez Collado