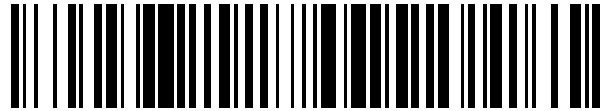


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 410 810**

51 Int. Cl.:

C07D 201/04 (2006.01)

C07D 201/06 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **15.01.2003** **E 03000846 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **08.05.2013** **EP 1329448**

54 Título: **Procesos para producir lauro lactama a partir de ciclododecanona**

30 Prioridad:

16.01.2002 JP 2002007549
28.02.2002 JP 2002053931
28.02.2002 JP 2002053903
29.03.2002 JP 2002095024
18.07.2002 JP 2002209935

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
03.07.2013

73 Titular/es:

UBE INDUSTRIES, LTD. (100.0%)
1978-96, O-AZA KOGUSHI
UBE-SHI YAMAGUCHI-KEN 755-8633, JP

72 Inventor/es:

KURODA, NOBUYUKI;
KAWAI, JOJI y
SHIMOMURA, HIDEO

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 410 810 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Procesos para producir lauro lactama a partir de ciclododecanona

Antecedentes de la invención

(1) Campo de la Invención

- 5 La presente invención se refiere a un proceso para producir lauro lactama a partir de ciclododecanona. Más particularmente, la presente invención se refiere a un proceso para producir lauro lactama que tiene un elevado grado de pureza a partir de ciclododecanona usada como material de partida.

La lauro lactama es útil como material para producir resinas sintéticas tales como resinas de poliamida.

(2) Descripción de la Técnica Relacionada

- 10 Como método convencional para producir lauro lactama, a partir de los documentos JP 03-115 247 y JP 05-9147 A, se conoce un método en el que se hace reaccionar ciclododecanona, que se ha preparado por oxidación de ciclododecano con un gas que contiene oxígeno molecular y deshidrogenación del ciclododecanol resultante, como material de partida, con una sal de ácido mineral de hidroxilamina para preparar ciclododecanona oxima y la ciclododecanona oxima resultante se somete a reacción de reordenación de Beckmann para producir lauro lactama
- 15 diana. Como otro método para producir ciclododecanona, a partir del documento WO 2003/016251 A, se conoce un método en el que se reduce epoxi ciclododecadieno con hidrógeno y se isomeriza el epoxi ciclododecano resultante con una sal de metal alcalino, etc., para preparar la ciclododecanona diana.

- En el método para producir ciclododecanona que usa, como material de partida, epoxi ciclododecadieno, en el caso en el que se lleve a cabo la reducción de epoxi ciclododecadieno con hidrógeno de forma incompleta, el epoxi ciclododecano resultante contiene una impureza que consiste en epoxi ciclododeceno y se convierte el epoxi ciclododeceno en ciclododecanona por medio de la reacción de isomerización. La ciclododecanona es una impureza que es difícil de eliminar, como impureza, de la ciclododecanona diana por destilación. De igual forma, en el caso en el que se deshidrogena ciclododecanol, se puede producir ciclododecanona como subproducto, cuando las condiciones de reacción son inapropiadas.
- 20

- 25 Además se sabe que, en la reacción de isomerización de epoxi ciclododecano en presencia de una sal de metal alcalino, se producen compuestos no deseados que tienen uno o más dobles enlaces entre los átomos de carbono, tales como ciclododecadieno, ciclododeceno y ciclododecenol.

- Además, se sabe que, en el método en el que se emplea ciclododecanona, que se ha preparado por medio de oxidación de ciclododecano con un gas que contiene oxígeno molecular y deshidratación del ciclododecanol resultante, como material de partida para la producción de lauro lactama, la ciclododecanona producida por oxidación de ciclododecano se oxida adicionalmente para producir un compuesto de 1,2-dicetona y un compuesto de α -hidroxicetona, y el compuesto de α -hidroxicetona se convierte adicionalmente en un compuesto de 1,2-dicetona (ciclododecan-1,2-diona) durante el procedimiento de la reacción de deshidrogenación de ciclododecanol.
- 30

- Cuando se produce ciclododecanona a partir de un material de partida que consiste en epoxi ciclododecadieno, no se produce directamente el compuesto de 1,2-dicetona. No obstante, cuando se manipula ciclododecano a una temperatura de 100 °C o más en presencia de un gas que contiene oxígeno molecular, se produce un compuesto de 1,2-dicetona. En este caso, el compuesto de 1,2-dicetona es una impureza que es difícil de separar de la ciclododecanona por destilación.
- 35

- Además, se sabe que en un método para preparar una mezcla de ciclododecanol con ciclododecanona, por oxidación de ciclododecano con un gas que contiene oxígeno molecular, se produce epoxi ciclododecano en forma de subproducto, y en el procedimiento de refinado por destilación para aislar ciclododecanona refinada a partir de la mezcla, la fracción de ciclododecanona destilada contiene el epoxi ciclododecano anteriormente mencionado como impureza.
- 40

- Aún más, se sabe que en el caso de usar epoxi ciclododecadieno como material de partida para la producción de ciclododecanona, y sometido a una de sus reacciones de isomerización, se produce una pequeña cantidad de cicloundecilcarboxialdehído como subproducto. El cicloundecilcarboxialdehído es una impureza que es difícil de separar de la ciclododecanona por destilación.
- 45

También, en el método de preparación de una mezcla de ciclododecanol con ciclododecanona por oxidación de ciclododecano con un gas que contiene oxígeno molecular, se produce undecilaldehído como subproducto y se

encuentra presente en la fracción refinada de ciclododecanona obtenida por destilación de la mezcla.

5 Cuando se somete ciclododecanona que contiene el compuesto de aldehído al procedimiento de preparación de ciclododecanonaoxima y posteriormente a la reacción de reordenación de Beckmann, se convierte el compuesto de aldehído en un compuesto de amida correspondiente y el compuesto de amida se mantiene presente en la lauro lactama diana. El compuesto de amida presente provoca una disminución de la calidad de la lauro lactama resultante.

10 Además, se sabe a partir de la descripción de la Patente Japonesa Examinada N°. de Publicación 43-12153 y N°. 48-10475 que, en la producción de lauro lactama convirtiendo ciclododecanona en una de sus oximas y sometiendo la ciclododecanonaoxima resultante a reacción de reordenación de Beckmann, si la temperatura de la reacción de reordenación de Beckmann es demasiado elevada, la ciclododecanonaoxima se descompone debido a su pobre estabilidad térmica, y la lauro lactama resultante es insatisfactoria debido a su baja calidad. No obstante, la técnica anterior no muestra o sugiere ninguna posible influencia de compuestos orgánicos que contienen átomo de oxígeno que tienen 12 átomos de carbonos y de compuestos de hidrocarburos insaturados cicloalifáticos que tienen 12 átomos de carbono, por ejemplo, compuestos de hidrocarburo-C₁₂ cicloalifáticos y no cicloalifáticos que contienen un grupo carbonilo, compuestos de hidrocarburo-C₁₂ cicloalifáticos y no cicloalifáticos que contienen un grupo epoxi, compuestos de hidrocarburo-C₁₂ cicloalifáticos y no cicloalifáticos que contienen un grupo aldehído y compuestos de hidrocarburo-C₁₂ cicloalifáticos y no cicloalifáticos que contienen un grupo hidroxilo presentes en el material de partida de ciclododecanona, sobre la calidad de la lauro lactama diana.

Sumario de la Invención

20 Un objeto de la presente invención es proporcionar un proceso para producir lauro lactama que tiene elevada calidad, a partir de ciclododecanona, con elevada eficacia.

Se puede conseguir el objeto anteriormente mencionado por medio del proceso de la presente invención para producir lauro lactama según la reivindicación 1.

25 En el proceso de la presente invención para producir lauro lactama, preferentemente se controla el contenido total de compuestos orgánicos que contienen átomo de oxígeno que tienen 12 átomos de carbono y de compuestos de hidrocarburo insaturado cicloalifático que tienen 12 átomos de carbono y respectivamente presentes, en forma de impurezas, en el material de partida de ciclododecanona, para que sea de 2.000 ppm o menos.

30 En el proceso de la presente invención para producir lauro lactama, los compuestos orgánicos que contienen átomo de oxígeno y que tienen 12 átomos de carbono y presentes, en forma de impurezas, en el material de partida de ciclododecanona pueden incluir compuestos de hidrocarburo no cíclico o compuestos de hidrocarburo cicloalifático respectivamente, que tienen al menos un grupo carbonilo por molécula.

35 En el proceso de la presente invención para producir lauro lactama, los compuestos orgánicos que contienen átomo de oxígeno y que tienen 12 átomos de carbono y presentes, en forma de impurezas, en el material de partida de ciclododecanona pueden incluir compuestos de hidrocarburo no cíclico o compuestos de hidrocarburo cicloalifático respectivamente, que tienen al menos un grupo epoxi por molécula.

En el proceso de la presente invención para producir lauro lactama, los compuestos orgánicos que contienen átomo de oxígeno y que tienen 12 átomos de carbono y presentes, en forma de impurezas, en el material de partida de ciclododecanona pueden incluir compuestos de hidrocarburo no cíclico o compuestos de hidrocarburo cicloalifático respectivamente, que tienen al menos un grupo aldehído por molécula.

40 En el proceso de la presente invención para producir lauro lactama, los compuestos orgánicos que contienen átomo de oxígeno y que tienen 12 átomos de carbono y presentes, en forma de impurezas, en el material de partida de ciclododecanona pueden incluir compuestos de hidrocarburo no cíclico o compuestos de hidrocarburo cicloalifático respectivamente, que tienen al menos un grupo hidroxilo por molécula.

45 En el proceso de la presente invención para producir lauro lactama, el contenido de cada uno de los compuestos orgánicos que contienen átomos de oxígeno y que tienen 12 átomos de carbono y de los compuestos de hidrocarburo insaturado cicloalifático que tienen 12 átomos de carbono, y presentes, en forma de impurezas, en el material de partida de ciclododecanona, se controla para que sea de 300 ppm o menor.

50 En el proceso de la presente invención para producir lauro lactama, el material de partida de ciclododecanona se pretrata con una disolución acuosa de un hidróxido de metal alcalino, ácido toluensulfónico o γ -alúmina a una temperatura de 70 a 230 °C.

En el proceso de la presente invención para producir lauro lactama, preferentemente se trata el material de partida de ciclododecano con un ácido sólido a una temperatura de 70 a 230 °C.

Descripción de las realizaciones preferidas

5 Los inventores de la presente invención llevaron a cabo investigaciones exhaustivas relativas a las causas de la degradación en la cantidad de lauro lactama diana cuando se produce a partir de un material de partida de ciclododecano, y encontraron que cuando el material de partida de ciclododecano contenía al menos un miembro seleccionado entre compuestos orgánicos que contienen un átomo de oxígeno, normalmente compuestos cicloalifáticos que contienen átomos de oxígeno que tienen 12 átomos de carbono y compuestos de hidrocarburo insaturado cicloalifático que tienen 12 átomos de carbono, en forma de impureza, en una cantidad mayor que una
10 cantidad limitada, la lauro lactama resultante no podría exhibir, incluso tras un refinado de destilación que se aplica a la misma, una calidad satisfactoria, por ejemplo, una transmitancia de luz diferencial satisfactoria (que se denomina TL.dif, en lo sucesivo en el presente documento) de un 25% o menos, preferentemente un 15% o menos. También, los inventores de la presente invención encontraron además que se podría obtener la lauro lactama diana que tiene calidad satisfactoria, por ejemplo, una TL.dif de un 25% o menos, preferentemente de un 15% o menos, por medio
15 del control del contenido de cada uno de los compuestos orgánicos que contienen átomos de oxígeno que tienen 12 átomos de carbono y de los compuestos de hidrocarburo insaturado cicloalifático que tienen 12 átomos de carbono, presentes como impurezas, en el material de partida de ciclododecanona hasta un valor específico o menor. Se completó el proceso de la presente invención sobre la base de los hallazgos anteriormente mencionados.

20 En el proceso de la presente invención, se somete un material de partida de ciclododecano a una reacción con una sal de hidroxilamina de un ácido mineral para preparar ciclododecanona oxima, y posteriormente se convierte la ciclododecanona oxima resultante en lauro lactama por medio de la reacción de reordenación de Beckmann.

25 El material de partida de ciclododecanona que se puede usar para el proceso de la presente invención se puede preparar por medio de oxidación de ciclododecano con un gas que contiene oxígeno molecular o por isomerización de epoxiciclododecano. En el método de oxidación, se oxida el ciclododecano con gas de oxígeno o un gas que contiene oxígeno molecular en presencia de un compuesto de boro para proporcionar una mezcla de producto de reacción que comprende ciclododecanol y ciclododecanona, se hidroliza la mezcla de producto de reacción, se elimina el compuesto de boro de la mezcla de producto de hidrólisis, se separa el ciclododecano que no ha reaccionado y se recupera de la mezcla de producto de hidrólisis por destilación, y se recoge la mezcla de ciclododecanol con ciclododecano a partir de la fracción residual. Se somete la mezcla a un procedimiento de
30 deshidrogenación para convertir ciclododecanol en ciclododecanona. En este procedimiento de deshidrogenación, se deshidrogena adicionalmente una parte de la ciclododecanona resultante para producir ciclododecenona.

También, en la oxidación del material de partida de ciclododecano con un gas que contiene oxígeno molecular, se oxida ciclododecano para dar lugar a ciclododecanona y ocasionalmente se oxida más la ciclododecanona resultante para dar lugar a compuestos-C₁₂ de 1,2-dicetona y a compuestos-C₁₂ de α -hidroxicetona y, más ocasionalmente, se deshidrogenan los compuestos-C₁₂ de α -hidroxicetona para producir compuestos-C₁₂ de 1,2-dicetona (ciclododecan-1,2-diona) en el procedimiento de deshidrogenación para ciclododecanol.
35

40 En el proceso de producción de ciclododecanona a partir de epoxiciclododecadieno por reducción de epoxiciclododecadieno con hidrógeno en presencia de un catalizador metálico del grupo de platino, e isomerización del epoxiciclododecano resultante en presencia de una sal de metal alcalino, para producir el ciclododecano diana, si la reacción de reducción del epoxiciclododecadieno con hidrógeno se lleva a cabo de forma incompleta, el epoxiciclododecano que tiene un doble enlace no hidrogenado permanece en la mezcla de producto de reacción. Cuando se somete el material de epoxiciclododecano que contiene epoxiciclododecano a una reacción de isomerización, la ciclododecanona resultante contiene ciclododecenona.

45 La ciclododecenona presente, en forma de impureza en la ciclododecanona diana, es muy difícil de separar y eliminar de la ciclododecanona por destilación u otros procedimientos de refinado. De este modo, la eliminación de ciclododecenona provoca un aumento del coste de producción de la ciclododecanona diana. Por tanto, en la producción de ciclododecanona, se deben controlar con precaución las condiciones de producción de manera que se evite la producción de ciclododecenona.

50 También, en la isomerización de epoxiciclododecano en presencia de una sal de metal alcalino para la producción de ciclododecanona diana, ocasionalmente, se producen pequeñas cantidades de ciclododeceno, ciclododecadieno y ciclododecenol como subproductos. Estos compuestos de subproductos se pueden separar y eliminar de la ciclododecanona por destilación. No obstante, disminuye el rendimiento de la ciclododecanona diana al aumentar el grado de refinado. De este modo, un aumento del grado de refinado provoca una desventaja económica en la producción del compuesto diana. El grado de refinado del compuesto diana se debe controlar, teniendo en
55 consideración la calidad deseada de la ciclododecanona diana y su coste de producción.

5 En el proceso para producir ciclododecanona por reducción de epoxiciclododecadieno con hidrógeno en presencia de un catalizador metálico del grupo de platino e isomerización del epoxiciclododecano resultante en presencia de una sal de metal alcalino, no se producen directamente los compuestos-C₁₂ de subproducto de 1,2-dicetona. No obstante, en el caso en el que se manipule decanona en presencia de un gas que contiene oxígeno molecular a una temperatura de 100 °C o más, se producen compuestos-C₁₂ de 1,2-dicetona (ciclododecan-1,2-diona). Como se ha comentado anteriormente, se debe evitar con precaución la producción del compuesto de dicetona por medio, por ejemplo, del control de las condiciones de reacción y/o de las condiciones de manipulación.

Además, si se lleva a cabo la reacción de isomerización de epoxiciclododecano de forma incompleta, el epoxiciclododecano no isomerizado permanece en el producto de reacción resultante.

10 Como se ha comentado anteriormente, debido a que la eliminación del epoxiciclododecano residual del compuesto diana provoca que el compuesto diana refinado resultante sea costoso, se deben controlar con precaución las condiciones de reacción para la producción de la ciclododecanona diana.

15 Además, en la isomerización de epoxiciclododecano, se produce ocasionalmente cicloundecanocarboxialdehído como subproducto. El cicloundecanocarboxialdehído como subproducto es difícil de separar y eliminar de la ciclododecanona diana por destilación, etc.

20 Por consiguiente, en el proceso de la presente invención para producir lauro lactama a partir del material de partida de ciclododecanona, resulta esencial que el contenido de cada uno de los compuestos orgánicos que contienen átomo de oxígeno, preferentemente compuestos cicloalifáticos que contienen átomo de oxígeno, que tienen 12 átomos de carbono, y compuestos de hidrocarburo insaturado cicloalifático que tienen 12 átomos de carbono, cada uno presente, en forma de impureza, en el material de partida de ciclododecanona se encuentre controlado y sea de 300 ppm o menor.

Cuando se controla el contenido de cada impureza como se ha mencionado anteriormente para que sea de 300 ppm o menor, la lauro lactama diana resultante exhibe una calidad satisfactoria, por ejemplo, una TL.dif muy baja.

25 Los compuestos-C₁₂ orgánicos que contienen átomo de oxígeno a controlar en el proceso de la presente invención incluyen, compuestos-C₁₂ de hidrocarburo alifático no cíclico y compuestos-C₁₂ de hidrocarburo cicloalifático, que contienen cada uno de ellos al menos un grupo carbonilo por molécula, por ejemplo, ciclododecadienona, ciclododecenona, 1-hidroxiciclododecan-2-ona y ciclododecan-1,2-ona.

30 También, los compuestos-C₁₂ orgánicos que contienen átomo de oxígeno incluyen compuestos de hidrocarburo-C₁₂ alifático no cíclico y compuestos de hidrocarburo-C₁₂ cicloalifático que tienen cada uno de ellos al menos un grupo epoxi por molécula, por ejemplo, epoxiciclododecano, epoxiciclododeceno, epoxiciclododecadieno, diepoxiciclododecano y diepoxiciclododeceno.

Además, los compuestos-C₁₂ orgánicos que contienen átomo de oxígeno incluyen compuestos de hidrocarburo-C₁₂ alifático no cíclico y compuestos de hidrocarburo-C₁₂ cicloalifático que tienen cada uno de ellos al menos un grupo aldehído por molécula, por ejemplo, undecilaldehído y cicloundecanocarboxialdehído.

35 Además, los compuestos-C₁₂ orgánicos que contienen átomo de oxígeno incluyen compuestos de hidrocarburo-C₁₂ alifático no cíclico y compuestos de hidrocarburo-C₁₂ cicloalifático que contienen cada uno al menos un grupo hidroxilo por molécula, por ejemplo, n-dodecanol, ciclododecanol, ciclododecenol y 1-hidroxiciclododecan-2-ona.

40 Los compuestos de hidrocarburo-C₁₂ insaturados cicloalifáticos a controlar en el proceso de la presente invención están formados únicamente por átomos de carbono y átomos de hidrógeno e incluyen, por ejemplo, ciclododeceno y ciclododecadieno.

45 Cuando el material de partida de ciclododecanona contiene dos o más tipos de las impurezas mencionadas anteriormente, el contenido total de impurezas preferentemente está controlado en 2.000 ppm o menos, más preferentemente en 1.800 ppm o menos, incluso más preferentemente en 1.500 ppm o menos, más preferentemente de 1.000 ppm o menos. Si el contenido total de impurezas es mayor que 2.000 ppm, incluso cuando cada uno de los contenidos de impurezas es de 1.000 ppm o menos, la lauro lactama resultante puede exhibir una calidad insatisfactoria.

Los contenidos de las impurezas, concretamente, los compuestos-C₁₂ orgánicos que contienen átomo de oxígeno y los compuestos de hidrocarburo-C₁₂ insaturado cicloalifático, presentes en el material de partida de ciclododecanona se controlan hasta el nivel deseado, por ejemplo, a través de los siguientes medios.

50 Para controlar los contenidos de los compuestos de hidrocarburo-C₁₂ cicloalifático o alifático no cíclico que tienen al menos un grupo carbonilo por molécula, presente, en forma de impurezas en el material de partida de

5 ciclododecanona para que cada uno sea de 1.000 ppm o menos, se controlan con precaución las condiciones de reacción para la isomerización de epoxiciclododecano y/o se pone en contacto el material de ciclododecanona que contiene impurezas con una disolución acuosa de un compuesto alcalino, por ejemplo, hidróxido de sodio y se trata térmicamente a una temperatura de 70 a 230 °C, preferentemente de 100 a 200 °C, al tiempo que se agita la mezcla, y posteriormente se refina el producto de tratamiento resultante por destilación.

10 Para controlar los contenidos de los compuestos de hidrocarburo-C₁₂ cicloalifático o alifático no cíclico que tienen al menos un grupo epoxi por molécula para que sean de 1.000 ppm o menos, se controlan con precaución las condiciones de reacción para la producción de ciclododecanona y/o se trata térmicamente el material de ciclododecanona que tiene las impurezas con al menos un miembro seleccionado entre ácidos sólidos, por ejemplo, γ -alúmina y/o sílice-alúmina, y resinas de intercambio iónico, a una temperatura de 70 a 230 °C, preferentemente de 80 a 220 °C.

15 Para controlar los contenidos de compuestos de hidrocarburo-C₁₂ cicloalifático o alifático no cíclico que tienen al menos un grupo aldehído por molécula para que sean de 1.000 ppm o menos, se controlan con precaución las condiciones de reacción para la producción de ciclododecanona y/o se trata térmicamente el material de ciclododecanona que contiene impurezas junto con una sustancia alcalina, por ejemplo, hidróxido de sodio o una sustancia ácida, por ejemplo, ácido toluensulfónico a una temperatura de 70 °C o más, preferentemente de 70 a 230 °C, más preferentemente de 80 °C a 220 °C y/o se somete el material de ciclododecanona que contiene impurezas a un tratamiento de reducción con hidrógeno en presencia de un catalizador de Ru o Ni, y posteriormente se somete el material tratado por reducción a una destilación de precisión.

20 Para controlar los contenidos de los compuestos de hidrocarburo-C₁₂ cicloalifático o alifático no cíclico que tienen al menos un grupo hidroxilo por molécula para que sean de 1.000 ppm o menos, se controlan con precaución las condiciones de reacción para la producción de ciclododecanona y/o se somete el material de ciclododecanona que contiene impurezas a una destilación de precisión, y/o se trata térmicamente el material de ciclododecanona que contiene impurezas en presencia de una sustancia ácida por ejemplo, ácido toluensulfónico a una temperatura de 70 °C o más, preferentemente de 70 a 230 °C, más preferentemente de 80 a 220 °C.

Para controlar los contenidos de compuestos de hidrocarburo-C₁₂ insaturado alifático para que sean de 1.000 ppm o menos, se controlan con precaución las condiciones de reacción para la producción de ciclododecanona y/o se somete el material de ciclododecanona que contiene impurezas a destilación de precisión.

30 En el caso en el que el material de ciclododecanona contenga dos o más tipos de impurezas, preferentemente se aplican dos o más de los procedimientos de refinado anteriormente mencionados. No obstante, en algunas ocasiones, se pueden reducir los contenidos de dos o más impurezas por medio de un procedimiento de refinado individual.

35 Se hace reaccionar el material de partida de ciclododecanona con contenido de impurezas controlado con una sal de hidroxilamina de un ácido mineral para proporcionar ciclododecanonaoxima. Preferentemente, el ácido mineral está seleccionado entre ácido sulfúrico y ácido clorhídrico. Preferentemente, la reacción de producción de oxima se lleva a cabo a una temperatura de 70 a 110 °C, más preferentemente de 90 a 100 °C. También, preferentemente se controla el pH de la mezcla de reacción en 1 a 10, más preferentemente en 4 a 10, por medio del uso de una disolución acuosa alcalina, preferentemente una disolución acuosa de amoníaco.

40 Se somete una solución de la ciclododecanonaoxima resultante a la reacción de reordenación de Beckmann para preparar laurolactama. Preferentemente, se lleva a cabo la reacción de reordenación de Beckmann por calentamiento de la disolución acuosa de ciclododecanonaoxima en presencia de ácido sulfúrico fumante a una temperatura de 90 a 130 °C, más preferentemente de 90 a 110 °C. La ciclododecanonaoxima está en estado de sólido a temperatura ambiente y tiene una temperatura de fusión de 135 °C. Este compuesto es muy inestable a la temperatura de fusión o temperaturas más elevadas. De este modo, se somete normalmente la ciclododecanonaoxima en estado de disolución en un disolvente a reacción de reordenación de Beckmann a la temperatura anteriormente mencionada. Preferentemente, el disolvente está seleccionado entre hidrocarburos cicloalifáticos, por ejemplo, ciclododecano e isopropilciclohexano; y alcanonaoximas, por ejemplo, ciclohexanonaoximas. Tras la reacción, se neutraliza la mezcla de reacción resultante con una disolución acuosa de amoníaco y se refina por medio de un procedimiento de refinado convencional, por ejemplo, extracción o destilación, para recoger la laurolactama refinada.

Ejemplos

La presente invención se explica con más detalle por medio de los siguientes ejemplos.

En los ejemplos y ejemplos comparativos, se determinó la transmitancia de luz diferencial (TL.dif) de laurolactama por medio de la siguiente medición.

Medición de TL.dif

Se mezcló una solución en alcohol metílico de un 2% en masa de una muestra de lauro lactama objeto de ensayo en una cantidad de 100 ml con 10 ml de solución acuosa de permanganato potásico 0,01 N a una temperatura de 20 °C y, 200 segundos después de la mezcla, se colocó el líquido mezclado resultante en una célula de 5 mm, y 240 después de la mezcla, se midió la transmitancia de luz (%) a una longitud de onda de 410 nm de la solución mezclada. Los datos resultantes se denominan T1. En la presente medición, como líquido de referencia, se empleó un líquido de mezcla de 100 ml de una solución de lauro lactama de un 2% en masa en alcohol metílico con 20 ml de alcohol metílico.

Posteriormente, se mezclaron 100 ml de alcohol metílico con 10 ml de solución acuosa de permanganato potásico 0,01 N y, 200 segundos después de la mezcla, se colocó la solución mezclada resultante en una célula de 5 mm, y 240 segundos después de la mezcla, se midió la transmitancia de luz (%), T2, del líquido mezclado a una longitud de onda de 410 nm. En esta medición, se empleó agua destilada como líquido de referencia.

Se calculó la TL.dif de la muestra según la siguiente ecuación;

$$TL.dif (\%) = T1 - T2$$

15 Ejemplo de Referencia 1

En un reactor SUS que tenía una capacidad de 140 litros, se colocaron 77 kg de una solución acuosa de sulfato de hidroxilamina de un 15% en masa; se mezcló una solución acuosa de amoníaco de un 25% en masa con la misma de manera que se ajusta el pH de la mezcla a 5,5, al tiempo que se mantuvo la temperatura de la mezcla a 60 °C o menos; posteriormente, se mezclaron 10 kg de ciclododecanonaoxíma con la mezcla de pH ajustado y se ajustó la temperatura de la mezcla resultante hasta 90 °C. Con la mezcla, se homogeneizaron 9,5 kg de un material de partida de ciclododecanona que consistía en ciclododecanona que contenía, en forma de impurezas, 150 ppm de ciclododecenona, y posteriormente se mezcló con la misma una solución acuosa de amoníaco de un 25% para controlar el pH y la temperatura de la mezcla de reacción resultante en valores de 5,5 y 95 °C, respectivamente. Se sometió la mezcla de reacción a una reacción a la temperatura anteriormente mencionada durante 4 horas, posteriormente se dejó reposar durante 0,5 horas para permitir que la mezcla de reacción se separase en una fase acuosa y una fase no acuosa (orgánica). Posteriormente, se extrajo la fase acuosa a partir de una salida ubicada en la parte inferior del reactor.

Posteriormente, se extrajo la fracción restante de la fase orgánica que comprendía ciclododecanonaoxíma del reactor, y se alimentó la fracción de la fase orgánica extraída con una tasa de alimentación de 3,6 kg/h junto con una mezcla de 13 partes en masa de ácido sulfónico fumante con 9 partes en masa de ácido sulfúrico concentrado, con una tasa de alimentación de 4 kg/h, en el interior de un recipiente de reacción de reordenación de Beckmann que tenía una capacidad de 10 litros. Se mantuvo la temperatura de la mezcla en el recipiente de reacción en 90 a 100 °C, y se controló el tiempo de residencia de la mezcla en el recipiente de reacción para que fuese de una hora. Se extrajo la mezcla de reacción resultante del recipiente de reacción por desbordamiento, y se alimentó a una tasa de alimentación de 7,6 kg/h en el interior de un recipiente de neutralización que contenía una solución acuosa saturada de sulfato de amonio, y se alimentó una solución acuosa de amoníaco de un 14% en masa en el interior del recipiente con el fin de controlar el pH de la mezcla del recipiente para que fuese de 5,5. A partir de la mezcla de reacción resultante, se separó y se recogió la fracción de la fase orgánica; se sometió la fracción recogida de la fase orgánica a una extracción con tolueno; y se lavó el extracto resultante de tolueno con agua y posteriormente se destiló a una presión reducida de 0,2 kPa. Se recogió lauro lactama refinada como destilado.

La lauro lactama refinada resultante exhibió una TL.dif de un 5,4%.

Ejemplo de Referencia 2

Se preparó una lauro lactama refinada por medio de los mismos procedimientos del Ejemplo de Referencia 1, exceptuando que el material de partida de ciclododecanona consistió en ciclododecanona que contenía, en forma de impurezas, 50 ppm de epoxiciclododecano.

La lauro lactama refinada resultante exhibió una TL.dif de un 5,6%.

Ejemplo de Referencia 3

Se preparó una lauro lactama refinada por medio de los mismos procedimientos del Ejemplo de Referencia 1, exceptuando que el material de partida de ciclododecanona consistió en ciclododecanona que contenía 510 ppm de impurezas que comprendían 160 ppm de ciclododecadieno, 150 ppm de ciclododecenona y 200 ppm de ciclododecenol.

La laurólactama refinada resultante exhibió una TL.dif de un 5,4%.

Ejemplo de Referencia 4

5 Se preparó una laurólactama refinada por medio de los mismos procedimientos del Ejemplo de Referencia 1, exceptuando que el material de partida de ciclododecanona consistió en ciclododecanona que contenía, en forma de impurezas, 250 ppm de cicloundecanocarboxialdehído.

La laurólactama refinada resultante exhibió una TL.dif de un 6,2%.

Ejemplo Comparativo 1

10 Se preparó una laurólactama refinada por medio de los mismos procedimientos del Ejemplo de Referencia 1, exceptuando que el material de partida de ciclododecanona consistió en ciclododecanona que contenía, en forma de impurezas, 1.500 ppm de epoxiciclododecano.

La laurólactama refinada resultante exhibió una TL.dif de un 27,2%.

Ejemplo Comparativo 2

15 Se preparó una laurólactama refinada por medio de los mismos procedimientos del Ejemplo de Referencia 1, exceptuando que el material de partida de ciclododecanona consistió en ciclododecanona que contenía, en forma de impurezas, 900 ppm de ciclododecenona y 1.500 ppm de compuestos de hidrocarburo insaturado cicloalifático que tiene 12 átomos de carbono.

La laurólactama refinada resultante exhibió una TL.dif de un 28,2%.

Ejemplo Comparativo 3

20 Se preparó una laurólactama refinada por medio de los mismos procedimientos del Ejemplo de Referencia 1, exceptuando que el material de partida de ciclododecanona consistió en ciclododecanona que contenía, en forma de impurezas, 1.500 ppm de cicloundecanocarboxialdehído.

La laurólactama refinada resultante exhibió una TL.dif de un 28,8%.

Ejemplo Comparativo 4

25 Se preparó una laurólactama refinada por medio de los mismos procedimientos del Ejemplo de Referencia 1, exceptuando que el material de partida de ciclododecanona consistió en ciclododecanona que contenía 2900 ppm de impurezas que comprendían compuestos cicloalifáticos que contienen átomo de oxígeno que tienen 12 átomos de carbono (incluyendo 700 ppm de ciclododecenona, 100 ppm de epoxiciclododecano, 500 ppm de ciclododecenol, 150 ppm de ciclododecanol y 1.100 ppm de cicloundecanocarboxialdehído) y 350 ppm de ciclododecadieno, en forma de compuestos de hidrocarburo insaturado cicloalifático que tienen 12 átomos de carbono.

30 La laurólactama refinada resultante exhibió una TL.dif de un 29,5%.

La Tabla 1 muestra los tipos y contenidos de las impurezas del material de partida de ciclododecanona y la TL.dif de la laurólactama refinada resultante de los Ejemplos 1 a 6 y de los Ejemplos Comparativos 1 a 4.

Tabla 1

Artículo Ejemplo N°.	Material de partida de ciclododecanona		Transmitancia de luz diferencial (%)	
	Impurezas			
	Tipo	Contenido (ppm)		
Ejemplo de Referencia	1	Ciclododecenona	150	5,4
	2	Epoxiciclododecano	50	5,6
	3	Ciclododecadieno	160	5,4
		Ciclododecenona	150	
		Ciclododecenol	200	
4	Cicloundecanocarboxialdehído	250	6,2	

(continuación)

Ejemplo N°.	Artículo	Material de partida de ciclododecanona		Transmitancia de luz diferencial (%)
		Impurezas		
Ejemplo de Referencia		Tipo	Contenido (ppm)	
Ejemplo Comparativo	1	Epoxiciclododecano	1500	27,2
	2	Ciclododecenona	900	28,2
		Compuestos de hidrocarburo-C ₁₂ insaturado cicloalifático	1500	
	3	Cicloundecanocarboxialdehído	1500	28,8
	4	Ciclododecenona	700	29,5
		Epoxiciclododecano	100	
		Ciclododecenol	500	
Ciclododecanol		150		
Cicloundecanocarboxialdehído		1100		
	Ciclododecadieno	350		

Ejemplo 1

5 Se preparó una lauractama refinada por medio de los mismos procedimientos que en el Ejemplo de Referencia 1, exceptuando que se preparó el material de partida de ciclododecanona por pretratamiento de un material de ciclododecanona no refinado que contenía 700 ppm de ciclododecenona con una solución acuosa de un 10% en masa de hidróxido de sodio a 200 °C durante 5 horas, y posteriormente se sometió la mezcla de reacción de pretratamiento resultante a destilación de refinado. En el material pretratado de ciclododecanona el contenido de ciclododecanona fue de 80 ppm.

La lauractama refinada resultante exhibió una TL.dif de un 5,3%.

Ejemplo 2

10 Se preparó una lauractama refinada por medio de los mismos procedimientos que en el Ejemplo de Referencia 2, exceptuando que se preparó el material de partida de ciclododecanona por pretratamiento de un material de ciclododecanona no refinado que contenía 2.800 ppm de epoxiciclododecano con γ -alúmina a 200 °C durante 2 horas, y se sometió la mezcla de reacción de pretratamiento resultante a destilación de refinado. En el material pretratado de ciclododecanona el contenido de epoxiciclododecano fue de 170 ppm.

15 La lauractama refinada resultante exhibió una TL.dif de un 5,8%.

Ejemplo 3

20 Se preparó una lauractama refinada por medio de los mismos procedimientos que en el Ejemplo de Referencia 4, exceptuando que se preparó el material de partida de ciclododecanona por pre-tratamiento de un material de ciclododecanona no refinado que contenía 1.500 ppm de cicloundecanocarboxialdehído con una solución acuosa de un 10% en masa de hidróxido de sodio a 180 °C durante 10 horas, y sometiendo la mezcla de reacción de pretratamiento resultante a destilación de refinado. En el material pretratado de ciclododecanona no se detectó el contenido de cicloundecanocarboxialdehído. La lauractama refinada resultante exhibió una TL.dif de un 5,0%.

Ejemplo 4

25 Se preparó una lauractama refinada por medio de los mismos procedimientos que en el Ejemplo de Referencia 3, exceptuando que se preparó el material de partida de ciclododecanona por pre-tratamiento de un material de ciclododecanona no refinado que contenía 3.200 ppm de ciclododecenol con ácido toluensulfónico a 220 °C durante una hora, y se sometió la mezcla de reacción de pretratamiento resultante a destilación de precisión. En el material pretratado de ciclododecanona el contenido de ciclododecenol fue de 80 ppm.

30 La lauractama refinada resultante exhibió una TL.dif de un 5,4%.

35 Se puede producir una lauractama que tiene elevada calidad con elevada eficacia y estabilidad por el proceso de la presente invención en el que se controla el contenido de cada uno de los compuestos orgánicos que contienen átomo de oxígeno que tienen 12 átomos de carbono y compuestos de hidrocarburo insaturado cicloalifático que tienen 12 átomos de carbono, presentes en el material de partida de ciclododecanona, para que tenga un valor de 1.000 ppm o menor.

REIVINDICACIONES

5 1. Un proceso para producir lauro lactama a partir de ciclododecanona, que comprende hacer reaccionar un material de partida que contiene ciclododecanona con una sal de hidroxilamina de un ácido mineral para preparar ciclododecanona oxima, y convertir la ciclododecanona oxima resultante en lauro lactama a través de una reacción de reordenación de Beckmann, en el que

(1) el material de partida que contiene ciclododecanona además contiene, en forma de impureza, al menos un miembro seleccionado entre compuestos orgánicos que contienen átomo de oxígeno que tienen 12 átomos de carbono y compuestos de hidrocarburo insaturado cicloalifático que tienen 12 átomos de carbono;

10 (2) antes de la etapa de producción de ciclododecanona oxima, se pretrata el material de partida que contiene ciclododecanona con una solución acuosa de un hidróxido de metal alcalino, ácido toluensulfónico o γ -alúmina a una temperatura de 70 a 230 °C; y

(3) se somete la mezcla de reacción pretratada resultante a destilación de precisión,

15 para controlar de este modo que el contenido de cada uno de los compuestos orgánicos que contienen átomo de oxígeno que tienen 12 átomos de carbono y de los compuestos de hidrocarburo insaturado cicloalifático que tienen 12 átomos de carbono presentes, en forma de impurezas, en el material de partida que contiene ciclododecanona, sea de 300 ppm o menor.

20 2. El proceso para producir lauro lactama según la reivindicación 1, en el que mediante el pretratamiento y la destilación de precisión, se controla el contenido total de compuestos orgánicos que contienen átomo de oxígeno que tienen 12 átomos de carbono y compuestos de hidrocarburo insaturado cicloalifático que tienen 12 átomos de carbono presentes, en forma de impurezas, en el material de partida de ciclododecanona para que sea de 1.000 ppm o menor.

25 3. El proceso para producir lauro lactama según la reivindicación 1 o 2, en el que el material de partida que contiene ciclododecanona contiene, en forma de impureza, al menos un miembro seleccionado entre ciclododeceno, epoxiciclododecano, cicloundecanocarboxialdehído y ciclododecenol, como compuestos orgánicos que contienen átomo de oxígeno que tienen 12 átomos de carbono y compuestos de hidrocarburo insaturado cicloalifático que tienen 12 átomos de carbono.

4. El proceso para producir lauro lactama según la reivindicación 1, en el que se emplea hidróxido de sodio como hidróxido de metal alcalino.