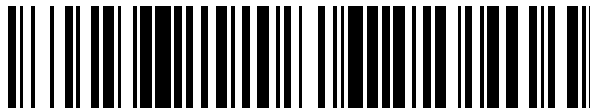


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 425 745**

51 Int. Cl.:

B01J 37/03 (2006.01)
C07C 253/22 (2006.01)
C07C 255/03 (2006.01)
C07C 209/48 (2006.01)
C07C 211/03 (2006.01)
B01J 21/08 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **14.09.2004 E 04021821 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **05.06.2013 EP 1520851**

54 Título: **Procedimiento de producción de nitrilos alifáticos**

30 Prioridad:

17.09.2003 JP 2003324101

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

17.10.2013

73 Titular/es:

**KAO CORPORATION (100.0%)
14-10, NIHONBASHI KAYABA-CHO 1-CHOME,
CHUO-KU
TOKYO 103-8210, JP**

72 Inventor/es:

**TERASAKA, MICHIO y
FUKUSHIMA, TETSUAKI**

74 Agente/Representante:

ARIAS SANZ, Juan

ES 2 425 745 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

Procedimiento de producción de nitrilos alifáticos

Campo de la invención

5 La presente invención se refiere a un catalizador como se define en la reivindicación 3 que hace reaccionar un ácido carboxílico alifático, un ácido dicarboxílico alifático o un éster alquílico (número de carbonos del grupo alquilo: 1 a 5) de estos ácidos con amoníaco produciendo un nitrilo alifático, a un procedimiento de producción de un nitrilo alifático usando este catalizador y a un procedimiento de producción de una amina alifática a partir del nitrilo alifático producido mediante este procedimiento como se define en la reivindicación 1.

Antecedentes de la invención

10 Generalmente, es conocido industrialmente un procedimiento en que se hace reaccionar un ácido carboxílico alifático o su derivado con amoníaco como procedimiento de producción de un nitrilo alifático. Este procedimiento se clasifica en líneas generales por la forma de reacción en un procedimiento en fase gaseosa y un procedimiento en fase líquida. El documento JP-A 4-208260 da a conocer, como procedimiento en fase de vapor, un procedimiento en que un ácido carboxílico alifático o su derivado, que se ha vaporizado previamente, se hace reaccionar catalíticamente con amoníaco a una temperatura de 250 a 600°C usando, como catalizador, un óxido de Zr, Ta, Ga, In, Sc, Nb, Hf, Fe, Zn o Sn. El documento JP-A 10-195035 da a conocer un procedimiento en que un ácido carboxílico alifático o su éster alquílico, que se ha vaporizado previamente, se hace reaccionar catalíticamente con amoníaco a una temperatura de 200 a 400°C usando óxido de circonio empobrecido con un catión metálico polivalente.

20 En el caso de reacción en el procedimiento en fase líquida, por otro lado, un ácido carboxílico alifático o su derivado, disuelto con calentamiento en presencia de un catalizador y amoníaco gaseoso, se inyecta en la solución para reaccionar tanto en un sistema por lotes como en un sistema continuo. Por ejemplo, el documento JP-A 58-39653 da a conocer un procedimiento en que se usa hierro o un compuesto de hierro para hacer reaccionar a 150 a 290°C.

25 El documento JP-A 2000-80069 da a conocer un procedimiento de producción que usa un óxido complejo que es escasamente soluble en la solución de reacción y se obtiene combinando un óxido de uno o más elementos seleccionados del grupo consistente en silicio, niobio, circonio, tantalio, galio y germanio con óxido de titanio a una temperatura de reacción de 300°C o menos.

30 Los documentos US-B 6080891 y US-B 6005134 dan a conocer procedimientos en que se hace reaccionar un ácido carboxílico alifático, éster alquílico inferior de ácido carboxílico alifático o glicérido alifático con amoníaco usando un catalizador de óxido obtenido usando óxido de titanio como componente principal y combinando un óxido de uno o más elementos seleccionados del grupo consistente en niobio, circonio, tantalio, galio y germanio, y también, un procedimiento de producción de una amina por hidrogenación del nitrilo alifático. Se usa un alcóxido metálico como fuente de titanio.

35 El documento US-A-2993926 se refiere a una preparación catalítica de compuestos de nitrilo de cadena larga, preferiblemente a partir de ésteres grasos y también ácidos grasos o polímeros de los mismos, utilizando un catalizador alcoholato de metal tetravalente.

El documento WO 03/070688 da a conocer la hidrogenación de nitrilos en presencia de níquel Raney.

40 El documento EP-A-0.668100 hace referencia a reacciones de esterificación que hacen uso de catalizadores de sílice/titanio que se preparan añadiendo una solución ácida que contiene un compuesto de silicio y un compuesto de titanio disueltos en la misma a una solución de un compuesto básico para causar coprecipitación. La solución ácida es una solución ácida de ácido nítrico o una solución ácida de ácido sulfúrico, el compuesto de silicio puede ser silicato de sodio y el compuesto de titanio puede ser al menos un compuesto seleccionado del grupo consistente en sulfato de titanio, oxisulfato de titanio, nitrato de titanio y tetracloruro de titanio. Además, el compuesto básico puede ser al menos un compuesto seleccionado del grupo consistente en amoníaco y sales de amonio.

Sumario de la invención

45 La presente invención proporciona un procedimiento de producción de un nitrilo alifático que incluye hacer reaccionar un ácido carboxílico alifático, un ácido dicarboxílico alifático o un éster alquílico de los mismos, en el que el grupo alquilo del éster alquílico tiene de 1 a 5 átomos de carbono, con amoníaco en presencia de un catalizador de óxido de titanio soportado sobre sílice sólida, en el que el catalizador tiene una cantidad de ácido de 0,6 a 4,0 mmol/g, un área superficial específica de 100 a 500 m²/g y una relación en peso de sílice a titanio (Si/Ti) de 2/100 a 35/100.

50 La presente invención proporciona un procedimiento de producción de una amina alifática que incluye la producción de un nitrilo alifático mediante el procedimiento descrito anteriormente y la hidrogenación entonces del nitrilo alifático con un catalizador de hidrogenación.

La presente invención proporciona un catalizador para la producción de un nitrilo alifático como se define anteriormente.

Descripción detallada de la invención

En las reacciones descritas en los documentos JP-A 4-208260 y JP-A 10-195035, es necesario gasificar el ácido graso o derivado de ácido graso, que son materias primas, y estos procedimientos tienen las desventajas de que son inferiores a un procedimiento en fase líquida porque se requiere un gran coste de energía.

5 En la reacción del documento JP-A 58-39653, se diluye el catalizador en el ácido carboxílico alifático y este producto eluido actúa como factor inhibidor de la reacción, por ejemplo, en este procedimiento de producción de una amina alifática a partir de un nitrilo alifático mediante una reacción de hidrogenación. Por ello, se requiere un nuevo equipo para separar y recuperar este producto eluido, y también se reduce el rendimiento del nitrilo alifático. Por lo tanto, este procedimiento es indeseable como procedimiento de producción de un nitrilo alifático.

10 El catalizador descrito en el documento JP-A 2000-80069 tiene aún margen para la mejora industrial porque los alcóxidos de estos metales, que son las materias primas usadas para preparar el catalizador, son caros y tienen una reactividad insuficiente, aunque la elución del catalizador en un ácido carboxílico alifático está ciertamente limitada.

15 La presente invención proporciona un catalizador para producir un nitrilo alifático, teniendo el catalizador suficiente reactividad y siendo industrialmente ventajoso en el aspecto de que puede producirse económicamente en la situación en que se hace reaccionar un ácido carboxílico alifático, un ácido dicarboxílico alifático o un éster alquílico (grupo alquilo de 1 a 5 átomos de carbono) de estos ácidos carboxílicos con amoníaco en un sistema de fase líquida, un procedimiento de producción de un nitrilo alifático usando el catalizador y un procedimiento de producción de una amina alifática hidrogenando el nitrilo alifático, producido por el procedimiento anterior, usando un catalizador de hidrogenación.

20 La presente invención se refiere a un procedimiento de producción de un nitrilo alifático en un sistema de fase líquida a partir de un ácido carboxílico alifático, un ácido dicarboxílico alifático o un éster alquílico (grupo alquilo de 1 a 5 átomos de carbono) de estos ácidos carboxílicos y amoníaco usando un catalizador que puede producirse económicamente, tiene una reactividad superior y se prepara disponiendo óxido de titanio sobre un soporte de sílice sólida. La presente invención se refiere también a un procedimiento de producción de una amina alifática, incluyendo el procedimiento
25 preparar un nitrilo alifático en fase líquida a partir de un ácido carboxílico alifático, un ácido dicarboxílico alifático o un éster alquílico (grupo alquilo de 1 a 5 átomos de carbono) de estos ácidos carboxílicos y amoníaco en el procedimiento de producción anterior y, a continuación, ejecutar una reacción de hidrogenación usando un catalizador de hidrogenación.

30 El catalizador según la presente invención es industrialmente ventajoso en el aspecto de que puede producirse a bajo coste como catalizador usado para hacer reaccionar un ácido carboxílico alifático o su éster alquílico inferior con amoníaco en un sistema de fase líquida. También puede producirse un nitrilo alifático a bajo coste usando un catalizador que tenga suficiente reactividad. Además, el nitrilo alifático resultante se hidrogena usando un catalizador de hidrogenación, con lo que puede producirse una amina alifática con alto rendimiento.

35 La presente invención se refiere a un procedimiento de producción que usa un catalizador de óxido de titanio soportado sobre sílice sólida. La presente invención puede usar materias primas económicas tales como sulfato de titanio y sol de sílice. La cantidad de ácido del catalizador es alta. Su productividad puede mejorarse.

40 El procedimiento de producción de un nitrilo alifático según la presente invención se refiere a un procedimiento en que se hace reaccionar un ácido carboxílico alifático, un ácido dicarboxílico alifático o un éster alquílico (número de carbonos del grupo alquilo: 1 a 5) de estos ácidos con amoníaco usando un catalizador preparado disponiendo óxido de titanio sobre un soporte de sílice sólida. Los ejemplos de un procedimiento de disposición de óxido de titanio sobre un soporte de sílice sólida incluyen procedimientos en que se añade sílice insoluble a una solución de un compuesto que va a ser una materia prima de óxido de titanio y se calienta la solución a la temperatura a la que se produce la hidrólisis térmica del compuesto que va a ser la materia prima de óxido de titanio, o se añade un aditivo tal como amoníaco para producir hidrólisis de neutralización para precipitar así el óxido de titanio. El compuesto que va a ser la materia prima de óxido de titanio es preferiblemente un sulfato, nitrato, haluro o alcóxido de titanio, más preferiblemente un sulfato de titanio y aún más preferiblemente oxisulfato de titanio, con la pretensión de mejorar la cantidad de ácido del catalizador. Los ejemplos de sílice incluyen sol de sílice y gel de sílice. Entre estos compuestos, son preferibles aquellos que tienen un diámetro medio de partícula de 5 a 30 μm , y son más preferibles aquellos que tienen un diámetro medio de partícula de 10 a 30 μm porque el óxido de titanio precipita sobre la sílice de modo que aumenta el área superficial específica. Aunque el disolvente puede ser agua de intercambio iónico o agua destilada, es preferible una solución acuosa de ácido sulfúrico o sulfato de amonio con el fin de mejorar la cantidad de ácido del catalizador.
45
50

55 La cantidad de ácido del catalizador de la presente invención es de 0,6 a 4,0 mmol/g, más preferiblemente de 1,0 a 3,5 mmol/g y aún más preferiblemente de 1,5 a 3,0 mmol/g. La cantidad de ácido puede controlarse en presencia de una cantidad controlada de un ión de ácido sulfúrico o similar en la solución cuando se prepara el catalizador. La cantidad de ión de ácido sulfúrico existente en el catalizador es como sigue en términos de relación en peso de azufre a titanio desde el punto de vista de la actividad catalizadora: azufre/titanio = preferiblemente de 0,001/1 a 0,06/1, más preferiblemente de 0,001/1 a 0,02/1 y aún más preferiblemente de 0,002/1 a 0,015/1. El azufre se determina cuantitativamente añadiendo un mejorador de la combustión (wolframio (0,7 g) + estaño (0,3 g)) a 0,1 g de una muestra

para medir mediante un procedimiento de absorción de rayos infrarrojos de combustión usando un CS-444 fabricado por Leco.

5 La cantidad de ácido del catalizador se mide preferiblemente mediante un dispositivo de aumento de la temperatura-desorción de amoniaco fabricado por Nippon Bell. El procedimiento de medida es como sigue. En primer lugar, se tratan aproximadamente 0,1 g de una muestra de la que es conocida la cantidad de ácido a 110°C durante 1 hora bajo corriente de helio (50 ml/min) y se enfría entonces a 50°C para hacer que el amoniaco se adhiera (2,67 kPa, 10 min) a la muestra, seguido de aspiración a vacío durante 4 horas. Después del tratamiento a vacío, se calienta la muestra a 600°C a una velocidad de 5 ml/min bajo corriente de helio (50 ml/min). Usando la línea recta que conecta el punto de partida con el punto final del pico de desorción de amoniaco como valor de referencia, se calcula un factor de corrección a partir del área del pico de desorción de amoniaco obtenido en ese momento y la cantidad de ácido del catalizador por 10 1 g de muestra. A continuación, se mide el catalizador de la presente invención con el mismo procedimiento. Se multiplica entonces el área del pico de desorción de amoniaco resultante por el factor de corrección y se divide entre la cantidad de muestra para calcular la cantidad de ácido del catalizador.

15 El área superficial específica del catalizador usado en la presente invención es de 100 a 500 m²/g, más preferiblemente de 200 a 500 m²/g y aún más preferiblemente de 250 a 500 m²/g desde el punto de vista de la reactividad. El área superficial específica del catalizador se mide usando un modelo Flowsoap 2300 (fabricado por Shimadzu Corporation) para calcular a partir de la adsorción de nitrógeno gaseoso a bajas temperaturas usando una ecuación BET. El procedimiento de medida es como sigue.

20 Se carga la muestra en una celda de medida tal que el área superficial total para muestrear sea de aproximadamente 0,5 a 25 m² y se desgasifica a 100°C durante 10 minutos. Se enfría entonces la celda con nitrógeno líquida para permitir que se adsorba el nitrógeno. Después de completarse la adsorción, se sumerge la celda en agua a temperatura ambiente para devolver la temperatura de la muestra a la temperatura ambiente. Se obtiene el área superficial de la muestra medida basándose en la cantidad de nitrógeno desorbido de la muestra en ese momento. Se divide el valor medido entre el peso de la muestra para encontrar el área superficial específica del catalizador.

25 En cuanto a cada proporción de los elementos estructurales del catalizador usado en la presente invención, la proporción de sílice es preferiblemente de 1 a 15% en peso, más preferiblemente de 2 a 10% en peso, y aún más preferiblemente de 2 a 8% en peso de sílice en términos de reactividad. La relación en peso de silicio a titanio (Si/Ti) es de 2/100 a 35/100, más preferiblemente de 3/100 a 30/100 y aún más preferiblemente de 4/100 a 25/100. Es un procedimiento preferido de medida cuantitativa de titanio y silicio entre los elementos estructurales del catalizador como sigue. Se añaden 5 g de tetraborato de litio y un agente de liberación (LiCO₃ : LiBr : LiNO₃ = 5 : 1 : 5) a 0,1 g del catalizador y se funde con base la mezcla a 1050°C para formar perlas de vidrio. Se usa un analizador de rayos X fluorescente de tipo dispersión de longitud de onda (ZSX100e, fabricado por Rigaku Corporation) para medir cada elemento cuantitativamente en las siguientes condiciones: en el caso de titanio, voltaje: 50 kV, corriente: 50 mA, cristal espectral de LiF, detector SC (contador de centelleo), ángulo de detección: 86,110°, y en el caso de silicio, voltaje: 50 kV, corriente: 50 mA, cristal espectral PET, detector PC (contador proporcional del flujo de gas), ángulo de detección: 35 108,995°. Se compara la intensidad de rayos X resultante con una curva de calibración obtenida a partir de un material preparado combinando óxido de titanio (al 99,99%) con sílice (al 99,9%) según la concentración pretendida para determinar cada valor cuantitativo de titanio y silicio.

40 El catalizador preparado de esta manera puede estar calcinado o no calcinado. Sin embargo, es indeseable catalizador el catalizador desde el punto de vista del área superficial específica y la actividad catalizadora. Cuando se calcina el catalizador, se calcina preferiblemente a 400°C o menos, más preferiblemente a 300°C o menos, y aún más preferiblemente a 200°C o menos.

45 El catalizador de óxido de titanio soportado sobre sílice sólida que se usa para producir el nitrilo alifático de la presente invención puede contener componentes, tales como óxidos de niobio, circonio, tantalio, galio y germanio, que no inhiben la reacción de la invención.

50 Los ejemplos de ácido carboxílico alifático, ácido dicarboxílico alifático o éster alquílico (grupo alquilo de 1 a 5 átomos de carbono) de estos ácidos incluyen ácidos monocarboxílicos o dicarboxílicos alifáticos saturados o insaturados de cadena lineal o ramificada que tienen de 6 a 22 átomos de carbono y ésteres alquílicos (grupo alquilo de 1 a 5 átomos de carbono) de estos ácidos. Aquí, los ejemplos específicos de grupo alquilo que tiene de 1 a 5 átomos de carbono incluyen metilo, etilo, propilo e isopropilo y, particularmente, es preferible metilo. Estos ácidos carboxílicos alifáticos, ácidos dicarboxílicos alifáticos o ésteres alquílicos (el grupo alquilo tiene de 1 a 5 átomos de carbono) de estos ácidos pueden usarse independientemente o en combinaciones de dos o más.

55 Los ejemplos específicos de ácidos carboxílicos alifáticos y ácidos dicarboxílicos alifáticos incluyen ácido caproico, ácido caprílico, ácido cáprico, ácido láurico, ácido mirístico, ácido palmítico, ácido esteárico, ácido araquidónico, ácido behénico, ácido dimetiloctánico, ácido butilheptilnonaicoico, ácido hexenoico, ácido octenoico, ácido decenoico, ácido dodecenoico, ácido tetradecenoico, ácido hexadecenoico, ácido octadecenoico, ácido eicosenoico, ácido docosenoico, ácido adipico, ácido azelaico, ácido sebácico, ácido decametilendicarboxílico, ácido hexadecametilendicarboxílico y ácido octadecametilendicarboxílico.

Los ejemplos específicos de ésteres alquílicos (grupo alquilo de 1 a 5 átomos de carbono) de ácidos carboxílicos alifáticos incluyen ésteres metílico, etílico, propílico o isopropílico de los ácidos carboxílicos alifáticos o ácidos dicarboxílicos alifáticos anteriormente mencionados.

5 La reacción del procedimiento de producción de nitrilo alifático según la presente invención puede ejecutarse en un sistema por lotes, sistema semicontinuo o sistema continuo usando un lecho de suspensión, y también en un sistema de flujo en lecho fijo. En el procedimiento de producción que usa un sistema por lotes o semicontinuo, el nitrilo alifático puede producirse usando un procedimiento en que se disuelve el ácido alifático, se carga una cantidad fija de catalizador, se reemplaza totalmente la atmósfera de un recipiente de reacción por nitrógeno, se lleva el sistema a la temperatura de reacción y se bombea amoníaco gaseoso al recipiente de reacción. En el procedimiento de producción
10 que usa un sistema continuo o sistema continuo en lecho fijo, el nitrilo alifático puede producirse usando un procedimiento en que se rellena el catalizador, se lleva el sistema a la temperatura de reacción y se bombean entonces un ácido carboxílico alifático, ácido dicarboxílico alifático o éster alquílico de estos ácidos y amoníaco gaseoso al sistema.

15 En cuanto a la presión durante la reacción, la reacción se ejecuta habitualmente en condiciones ligeramente a presión. Sin embargo, la reacción puede ejecutarse a presión normal. La temperatura de producción del nitrilo alifático de la presente invención es preferiblemente de 180 a 350°C, más preferiblemente de 230 a 320°C y aún más preferiblemente de 250 a 300°C. El tiempo de reacción es también preferiblemente de 3 a 15 horas, más preferiblemente de 4 a 12 horas, y aún más preferiblemente de 6 a 10 horas. La cantidad de amoníaco para usar en la presente invención es preferiblemente de 1 a 100 mol, más preferiblemente de 2 a 50 mol y aún más preferiblemente de 2 a 20 mol,
20 basándose en 1 mol de ácido carboxílico alifático, ácido dicarboxílico alifático o éster alquílico de estos ácidos. Aunque el catalizador puede cargarse en la cantidad deseada, la cantidad de catalizador está en el intervalo de 0,05 a 20% en peso, preferiblemente de 0,1 a 15% en peso, y más preferiblemente de 0,1 a 10% en peso, basándose en el ácido carboxílico alifático, ácido dicarboxílico alifático o éster alquílico de estos ácidos.

25 Además, el procedimiento preferido de producción de una amina alifática según la presente invención es un procedimiento en que el nitrilo alifático producido en el procedimiento anterior se hidrogena usando un catalizador de hidrogenación sin efectuar un proceso de refinado tal como una destilación. El catalizador de la presente invención no se disuelve casi en la materia prima de ácido carboxílico alifático, con el resultado de que el nitrilo alifático producido con el procedimiento de la presente invención asegura que se inicia una reacción de hidrogenación eficazmente incluso si la amina alifática no se refina, por ejemplo, mediante destilación, con lo que puede producirse una amina alifática.

30 En cuanto al catalizador usado en el procedimiento de producción de una amina alifática de la presente invención, puede usarse un catalizador de hidrogenación conocido, por ejemplo, un catalizador de tipo cobalto, catalizador de tipo níquel, catalizador de tipo cobre o catalizador de tipo metal noble. Se usa preferiblemente un catalizador que contiene níquel, cobalto y/o rutenio como componente principal y se usa más preferiblemente un catalizador de tipo Raney. También el catalizador puede contener adicionalmente otros metales tales como aluminio, cinc y silicio. El catalizador
35 puede contener también un metal seleccionado de cromo, hierro, cobalto, manganeso, wolframio y molibdeno. Por otro lado, puede usarse también un catalizador sólido completo o catalizador sólido de tipo soporte, por ejemplo, aquellos en que níquel, cobalto, rutenio o similares están soportados sobre Al_2O_3 , TiO_2 , ZrO_2 o MgO/Al_2O_3 . La cantidad de catalizador de hidrogenación para usar es preferiblemente de 0,05 a 5 partes en peso, y preferiblemente de 0,1 a 3 partes en peso, basándose en 100 partes en peso de nitrilo alifático.

40 La presión, específicamente la presión de hidrógeno cuando se produce la amina alifática de la presente invención, es preferiblemente de 0,3 a 5 Mpa, más preferiblemente de 1,0 a 4 MPa y aún más preferiblemente de 1,5 a 3 Mpa. La temperatura de reacción es preferiblemente de 50 a 200°C, más preferiblemente de 80 a 170°C y aún más preferiblemente de 100 a 140°C, y es preferible elevar la temperatura de reacción continuamente o por etapas cuando se ejecuta una reacción de hidrogenación. También el tiempo de reacción es preferiblemente de 1 a 15 horas, más
45 preferiblemente de 2 a 12 horas, y aún más preferiblemente de 3 a 10 horas.

Los siguientes ejemplos describen adicionalmente y demuestran realizaciones de la presente invención. Los ejemplos se dan únicamente con el fin de ilustración, y no han de considerarse como limitaciones de la presente invención.

Ejemplos

La presente invención se explicará con detalle mediante ejemplos.

50 (Ejemplo de preparación 1 de un catalizador)

Se cargó un matraz de 1 l con 34,0 g de oxisulfato de titanio y 270 g de una solución acuosa de sol de sílice (3 g como sílice) y se calentó la mezcla a 90°C con agitación. Después de confirmar que se había disuelto el oxisulfato de titanio, se añadió gota a gota amoníaco acuoso disuelto a la solución (a 90°C) para neutralizar la solución, que se agitó entonces durante 2 horas. Se filtró el producto precipitado resultante y se lavó con 1 l de agua de intercambio iónico 4
55 veces, seguido de secado a 110°C durante una noche. Se realizaron un análisis de la composición usando análisis de rayos X fluorescente, la medida de la desorción de amoníaco programada con la temperatura y la medida del área superficial específica usando un procedimiento BET. Por tanto, se obtuvo un catalizador A que tiene la composición, cantidad de ácido y área superficial específica mostradas en la Tabla 1.

(Ejemplo de preparación 2 de un catalizador)

Se obtuvieron los catalizadores B y C mostrados en la Tabla 1 repitiendo los mismos procedimientos que en el ejemplo de preparación 1, excepto porque se alteraron la cantidad de sol de sílice y el número de operaciones de lavado con agua y filtrado para alterar el contenido de S.

5 (Ejemplo de preparación 3 de un catalizador)

Se calcinó el catalizador obtenido en el ejemplo de preparación 1 a 200 a 300°C durante 3 horas para obtener los catalizadores D y E mostrados en la Tabla 1.

(Catalizador comparativo)

10 Se repitieron los mismos procedimientos que en el ejemplo de preparación 1, excepto porque no se añadió sol de sílice, obteniéndose el catalizador F. La composición, cantidad de ácido y área superficial específica del catalizador F se muestran en la Tabla 1. Para obtener un catalizador en el que el óxido de titanio no estuviera soportado sobre sílice sólida, aunque el catalizador contuviera sílice y titanio, la operación de preparación se apoyó en los procedimientos dados a conocer en el ejemplo 1 descrito en la publicación JP-A N° 2000-80069 para obtener un catalizador G que tuviera la composición, cantidad de ácido y área superficial específica mostradas en la Tabla 1.

15 Tabla 1

		Catalizador de la presente invención					Catalizador comparativo	
		A	B	C	D	E	F	G
Composición de catalizador (%)	Ti	49	55	43	49	49	59	56
	S	0,35	0,30	0,23	0,27	0,14	0,08	0
	Si	7,2	2,2	11,8	7,2	7,2	0	2,1
Cantidad de ácido catalizador (mmol/g)		2,0	1,9	1,7	1,9	1,0	0,5	0,9
Área superficial específica (m ² /g)		296	328	289	269	180	265	250
Relación en peso de Si/Ti x 10 ⁻²		14,7	4,0	27,4	14,7	14,7	-	3,8

Ejemplo 1

20 Se mezclaron 1,0 g del catalizador A y 500 g de ácido esteárico entre sí en un matraz de 4 bocas equipado con un agitador, un tubo de entrada de gas, una sonda de temperatura y un deshidratador. Se hizo reaccionar la mezcla de reacción a una temperatura de reacción de 300°C introduciendo 1000 ml/min de amoníaco gaseoso. Se sometió el producto de reacción resultante a análisis de composición usando cromatografía de gases (cromatógrafo de gases: HEWLETT PACKARD Series 5890, columna: DB-5 (diámetro interno x longitud: 0,53 mm x 15 m), fabricado por J & W) para medir la cantidad de estearonitrilo para producir. Los resultados de muestran en la Tabla 2.

Ejemplos 2 a 5, ejemplos comparativos 1 y 2

25 Se usaron respectivamente los catalizadores B, C, D y E de la presente invención o los catalizadores comparativos F, G y H en lugar del catalizador A del ejemplo 1 para ejecutar la reacción de la misma manera que en el ejemplo 1, excepto por las condiciones de reacción mostradas en la Tabla 2, y cada producto de reacción se analizó de la misma manera que en el ejemplo 1. Los resultados se muestran en la Tabla 2. Ha de observarse que el tiempo de terminación de la reacción es el tiempo necesario desde que se introduce el amoníaco gaseoso hasta que la cantidad de amida alifática para producir medida por cromatografía de gases se vuelve nula.

30

Tabla 2

	Catalizador	Temperatura de reacción (°C)	Cantidad de nitrilo producida después de 3 horas (%)	Tiempo de terminación de la reacción (h)
Ejemplo 1	A	300	99,5	3,5
Ejemplo 2	B	300	99,1	3,8
Ejemplo 3	C	300	97,2	4,3
Ejemplo 4	D	300	98,1	3,9
Ejemplo 5	E	300	93,6	4,7
Ejemplo comparativo 1	F	300	86,2	5,3
Ejemplo comparativo 2	G	300	92,6	4,8

Ejemplo 6

5 Se realizaron los mismos procedimientos que en el ejemplo 1, excepto porque se usó ácido láurico en lugar de ácido esteárico y se introdujeron 1350 ml/min de amoníaco gaseoso durante 8 horas para reaccionar a 260°C en el ejemplo 1. El rendimiento de laurilonitrilo medido por cromatografía de gases era de 94,5%.

Ejemplo 7

Se realizaron los mismos procedimientos que en el ejemplo 1, excepto porque se usó estearato de metilo en lugar de ácido esteárico del ejemplo 1. El rendimiento de estearonitrilo medido por cromatografía de gases después de 8 horas de reacción era de 98,7%.

10 **Ejemplo comparativo 3**

Se realizaron los mismos procedimientos que en el ejemplo 7, excepto porque se usó el catalizador G en lugar del catalizador A del ejemplo 7. El rendimiento de estearonitrilo medido por cromatografía de gases después de 8 horas de reacción era de 86,6%.

Ejemplo 8

15 Se cargó un autoclave con 450 g del producto obtenido en el ejemplo 1, 1,6 g de catalizador de níquel Raney como catalizador de hidrogenación, 0,9 g de NaOH al 48% y 7,8 g de agua de intercambio iónico y se substituyó la atmósfera en la parte vacía del autoclave por hidrógeno, ajustando la presión de hidrógeno del sistema de 1,9 MPa. Se calentó entonces la mezcla a 135°C y se hizo reaccionar durante 3 horas. Se sometió el producto de reacción resultante a
20 análisis de composición usando cromatografía de gases (cromatógrafo de gases: HEWLETT PACKARD, columna: Ultra-2 (diámetro interno x longitud: 0,53 mm x 15 m), fabricado por HEWLETT PACKARD) para medir al cantidad de estearilamina para producir, encontrando que el rendimiento era de 98,2%.

Ejemplo 9

25 Se realizaron los mismos procedimientos que en el ejemplo 1, excepto porque se usó ácido oleico (Lunac O-A, fabricado por Rao Corporation) en lugar del ácido esteárico del ejemplo 1. El rendimiento de nitrilo medido por cromatografía de gases después de 4 horas era de 98,4%.

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para producir un nitrilo alifático, que comprende la etapa de hacer reaccionar un ácido carboxílico alifático, un ácido dicarboxílico alifático o un éster alquílico de los mismos, en el que el grupo alquilo tiene de 1 a 5 átomos de carbono, con amoníaco en presencia de un catalizador de óxido de titanio soportado sobre sílice sólida, en el que la cantidad de ácido del catalizador es de 0,6 a 4,0 mmol/g, el área superficial específica del catalizador es de 100 a 500 m²/g y la relación en peso de silicio a titanio (Si/Ti) en el catalizador es de 2/100 a 35/100.
2. Un procedimiento de producción de una amina alifática, que comprende las etapas de producir un nitrilo alifático mediante el procedimiento definido en la reivindicación 1 e hidrogenar entonces el nitrilo alifático con un catalizador de hidrogenación.
3. Un catalizador de óxido de titanio soportado sobre sílice sólida para producir un nitrilo alifático, en el que la cantidad de ácido del catalizador es de 0,6 a 4,0 mmol/g, el área superficial específica del catalizador es de 100 a 500 m²/g y la relación en peso de sílice a titanio (Si/Ti) en el catalizador es de 2/100 a 35/100.