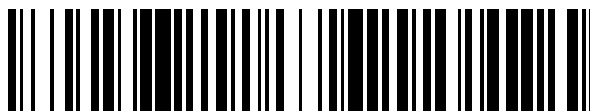


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 463 686**

51 Int. Cl.:

C07C 209/48 (2006.01)

C07C 253/30 (2006.01)

C07C 211/11 (2006.01)

C07C 255/24 (2006.01)

B01J 19/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **07.05.2007 E 07728834 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **09.04.2014 EP 2018363**

54 Título: **Procedimiento para la producción de aminoalquilonitrilos y diaminas a partir de nitrilos de este tipo**

30 Prioridad:

09.05.2006 EP 06113718

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

28.05.2014

73 Titular/es:

**BASF SE (100.0%)
67056 Ludwigshafen , DE**

72 Inventor/es:

**EBERHARDT, JAN;
HAHN, THILO;
MELDER, JOHANN-PETER;
FRITZ, GERHARD;
MENGER, VOLKMAR y
HILL, THOMAS**

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 463 686 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 para la producción de aminoalquilnitrilos y diaminas a partir de nitrilos de este tipo

5 La presente invención se refiere a procedimientos para la producción de un aminoalquilnitrilo mediante reacción de una monoamina correspondiente con un alquilonitrilo correspondiente así como a procedimientos para la producción de una diamina a partir de un aminoalquilnitrilo de este tipo, así como a dispositivos, que pueden usarse para llevar a cabo los procedimientos.

Las diaminas representan un grupo químico importante que puede usarse en una amplia variedad de maneras como materiales de partida, productos intermedios o productos finales.

10 En particular 3-dimetilaminopropilamina (DMAPA, N,N-dimetil-1,3-diaminopropano) representa un producto intermedio importante para la producción técnica por ejemplo de jabones líquidos. DMAPA sirve además como producto de partida para la producción de agentes de coagulación y presentará en sí mismo propiedades anticorrosivas.

Con frecuencia se producen diaminas, al igual que sus análogos de amina, mediante reducción de nitrilos. Entonces, esta reacción es ventajosa en particular cuando van a obtenerse aminas primarias.

15 Los nitrilos correspondientes, que pueden presentar ya una función amino, se obtienen por ejemplo a partir de alquilonitrilos mediante adición de una monoamina al doble enlace C-C.

20 Representa una ventaja particular cuando para la producción de diaminas a partir de nitrilos puede utilizarse un procedimiento de producción integral o un dispositivo integral. En este caso, la corriente de producto obtenida en primer lugar, que presenta el aminonitrilo, se utiliza directamente o después de su purificación, para hacerse reaccionar en una etapa adicional para dar la diamina.

En este caso, para la reacción de reducción del nitrilo, es de importancia decisiva la calidad de la corriente de producto de aminoalquilnitrilo procedente de la primera reacción (monoamina y alquilonitrilo), en particular para el consumo del catalizador utilizado en la reducción.

25 Por lo tanto, en el caso de la 3-dimetilaminopropilamina es importante la producción de 3-dimetilaminopropionitrilo (DMAPN), produciéndose este último a partir de acrilonitrilo y dimetilamina. En la bibliografía se describen procedimientos integrales, en particular para la producción de DMAPA, es decir, que abarcan tanto la etapa de adición como la etapa de reducción. Además se describen en cada caso procedimientos optimizados para las etapas individuales.

30 Estos procedimientos pueden dividirse en primer lugar en aquellos procedimientos que, por un lado, pueden llevarse a cabo de manera discontinua o al menos de manera semi-discontinua, y procedimientos que pueden llevarse a cabo en un modo de proceder continuo.

Un procedimiento de producción integral, mediante el que puede producirse por ejemplo DMAPA de manera discontinua, se describe en la solicitud de patente alemana con el número de solicitud 10 2005 052 457.5, que pertenece a la solicitante.

35 Sin embargo, ha resultado favorable proporcionar procedimientos continuos como alternativa a tales procedimientos que funcional al menos parcialmente como lote. En este sentido es en particular importante, proporcionar para la primera etapa un procedimiento optimizado para la segunda etapa (de reducción), para obtener así en la segunda etapa (de reducción) así mismo una producción de diamina optimizada.

40 Una alta optimización significa en este contexto en particular, que se consigue un alto rendimiento individual así como global de diamina. Además es importante que el rendimiento tenga lugar con una alta conversión individual así como global. Por último ha de considerarse además un criterio de calidad, con qué rendimientos espacio/tiempo puede llevarse a cabo un procedimiento de este tipo. Finalmente también el consumo del catalizador utilizado desempeña un papel importante durante la reducción.

45 Un procedimiento para la producción de 3-dimetilaminopropionitrilo se describe por ejemplo en el documento DD-A 58 306. En ese documento se propone que el 3-dimetilaminopropionitrilo formado previamente se utilice, como disolvente y diluyente durante la reacción de nitrilo, ácido acrílico con dimetilamina, para conseguir, debido a la reacción exotérmica y el comportamiento de ebullición de la dimetilamina, una distribución y evacuación del calor mejoradas necesarias. Esto aumentará el rendimiento de 3-dimetilaminopropionitrilo.

50 El documento DD-A 222 011 describe un procedimiento para la producción continua de DMAPN, depositándose previamente en este caso los componentes de reacción en fase líquida en un reactor tubular en primer lugar en una cámara de mezclado y mezclándose entonces por pasos y haciéndose reaccionar por pasos a lo largo de toda la longitud del reactor.

Por último el documento DE-A 27 09 966 describe la producción de DMAPN, utilizándose la dimetilamina en forma gaseosa y llevándose a cabo la reacción en un reactor de columna de burbujeo de tal manera que los componentes de reacción se conducen en contracorriente.

- 5 Aunque se conocen tales procedimientos optimizados en el estado de la técnica, existe ahora como antes una necesidad de proporcionar procedimientos adicionales y dispositivos correspondientes para optimizar la producción de un aminoalquilnitrilo y/o la producción resultante de ello de una diamina.

Un objetivo de la presente invención se basa por lo tanto en proporcionar procedimientos y dispositivos que permiten una optimización de este tipo.

- 10 El objetivo se resuelve mediante un procedimiento para la producción de un aminoalquilnitrilo mediante reacción de una monoamina correspondiente con un alquenilnitrilo correspondiente en un modo de proceder continuo, que contiene las etapas

- (a) alimentar la monoamina correspondiente a una corriente de reacción conducida de manera continua;
 (b) alimentar el alquenilnitrilo correspondiente a la corriente de reacción, conteniendo esta con la adición ya el aminoalquilnitrilo;
 15 (c) hacer reaccionar la corriente de reacción en una primera zona de reacción; y
 (d) transferir al menos parcialmente la corriente de reacción a al menos una segunda zona de reacción para la reacción adicional.

- 20 En concreto se ha mostrado que en particular en el caso del modo de proceder continuo es ventajoso no añadir el alquenilnitrilo a una monoamina pura y además separar las zonas de reacción de tal manera que la reacción pueda llevarse a cabo al menos en dos pasos.

La realización del procedimiento optimizado descrito anteriormente tiene además la ventaja de que puede obtenerse una corriente de aminoalquilnitrilo, que es especialmente adecuada para utilizarse en una reducción posterior del nitrilo para dar la diamina correspondiente.

- 25 El procedimiento de acuerdo con la invención para la producción de un aminoalquilnitrilo se basa por lo tanto en la reacción de adición en la que tiene lugar la adición de una monoamina primaria o secundaria al doble enlace C-C de un alquenilnitrilo.

En el contexto de la presente invención las expresiones "alquenilnitrilo correspondiente" así como "monoamina correspondiente", significan que estos se seleccionan de tal manera que después de la etapa de síntesis descrita anteriormente se obtiene el aminoalquilnitrilo con la fórmula estructural deseada.

- 30 Si por ejemplo en el caso del alquenilnitrilo se trata de nitrilo ácido acrílico (ACN) y en el caso de la monoamina se trata de dimetilamina (DMA), entonces tiene lugar una reacción de los eductos para dar el 3-dimetilaminopropionitrilo (DMAPN) deseado. Dicho de otro modo, para el caso de que en el procedimiento de acuerdo con la invención se obtenga DMAPN, es claramente evidente que el alquenilnitrilo correspondiente es ACN y que la monoamina correspondiente es DMA.

- 35 El alquenilnitrilo es preferentemente un alqueno C₂-C₄, que puede ser de cadena lineal o ramificado, en el que un átomo de hidrógeno está intercambiado por el grupo ciano.

La expresión alqueno C₂-C₄ significa un alqueno con 2 a 4 átomos de C, que contiene al menos un doble enlace C-C. Preferentemente está presente precisamente un doble enlace C-C en posición α,β con respecto al grupo ciano. Ejemplos de alquenos C₂-C₄ son eteno, propeno, 1-buteno, 2-buteno, 2-metilpropeno.

- 40 Ejemplos de alquenilnitrilos son acrilnitrilo, nitrilo de ácido but-2-enoico, nitrilo de ácido metacrílico, nitrilo de ácido pent-2-enoico, nitrilo de ácido 2-etilacrílico, nitrilo de ácido 2-metilbut-2-enoico así como nitrilo de 3-metilbut-2-enoico.

Se prefiere ACN.

- 45 En el caso de la monoamina se trata preferentemente de una amina primaria o secundaria de fórmula general R¹R²NH, en la que R¹, R² independientemente entre sí son H o alquilo C₁-C₄ con la condición de que al menos un resto R¹, R² no sea hidrógeno.

Alquilo C₁-C₄ significa metilo, etilo, n-propilo, i-propilo, 1-n-butilo, 2-n-butilo, i-butilo, t-butilo.

Se prefiere DMA.

- 50 En una forma de realización especialmente preferida, en el caso del aminoalquilnitrilo se trata de 3-dimetilaminopropionitrilo.

El procedimiento de acuerdo con la invención para la producción del aminoalquilnitrilo tendrá lugar en un modo de proceder continuo. Esto permite una conversión especialmente eficaz relacionada con un alto rendimiento espacio/tiempo.

- 5 Por consiguiente en las etapas (a) y (b) del procedimiento de acuerdo con la invención para la producción de un aminoalquilnitrilo tiene lugar la alimentación de la monoamina correspondiente o la alimentación del alquenilnitrilo correspondiente a una corriente de reacción conducida de manera continua. En este sentido ha de prestarse atención a que el alquenilnitrilo correspondiente se alimente a la corriente de reacción de tal manera que ésta con la adición contenga ya el aminoalquilnitrilo. De este modo se garantiza que la monoamina que se encuentra en la corriente de reacción se encuentre opcionalmente en dilución suficiente para poder controlar de manera correspondiente el calor de reacción que se genera con la adición del alquenilnitrilo. Esto puede conseguirse además porque después de la alimentación del alquenilnitrilo correspondiente la corriente de reacción atraviesa un intercambiador de calor, para poder evacuar opcionalmente calor. La verdadera reacción de la monoamina con el alquenilnitrilo tiene lugar en una primera zona de reacción. Esta primera zona de reacción puede representar una zona en un reactor o un reactor como tal.
- 10
- 15 Normalmente se diferencia una zona de reacción de zonas de conducción, que sirven únicamente para la introducción o evacuación de la corriente de reacción, a través del tiempo de permanencia de la corriente en las zonas correspondientes. Preferentemente el tiempo de permanencia medio en una zona de reacción asciende a más de 15 min, más preferentemente a más de 30 min, encontrándose el tiempo de permanencia medio para zonas de conducción por regla general por debajo de 10 min.
- 20 Además, en el procedimiento de acuerdo con la invención para la producción de un aminoalquilnitrilo tiene lugar una transferencia al menos parcial de la corriente de reacción a al menos una segunda zona de reacción, que está separada en el espacio de la primera zona de reacción, para la reacción adicional. La segunda zona de reacción puede ser una zona adicional en el reactor mencionado anteriormente o un reactor adicional o una cascada de reactores. La separación espacial de primera y segunda zona de reacción puede tener lugar por ejemplo mediante conducciones tubulares.
- 25
- Es ventajoso cuando no toda la corriente de reacción se transfiere a al menos una segunda zona de reacción, sino una parte de la corriente de reacción, que contiene aminoalquilnitrilo ya formado, se recircula en un modo de proceder de corriente circular de tal manera que la monoamina correspondiente y el alquenilnitrilo correspondiente al menos después de comenzar la formación de aminoalquilnitrilo en la primera zona de reacción puedan alimentarse en cada caso a la corriente de reacción que contiene el aminoalquilnitrilo.
- 30
- Por lo tanto, una forma de realización preferida del procedimiento de acuerdo con la invención para la producción de un aminoalquilnitrilo consiste en que al menos las etapas (a) a (c) del procedimiento de acuerdo con la invención para la producción de un aminoalquilnitrilo se llevan a cabo en un modo de proceder de corriente circular.
- 35 Ha resultado ventajoso además cuando la monoamina correspondiente y el alquenilnitrilo correspondiente se alimentan en forma líquida. Esto permite una mayor conversión con un mejor rendimiento espacio/tiempo en comparación con procedimientos en los que la monoamina se alimenta en estado gaseoso a la mezcla de reacción. Por lo tanto, la alimentación del alquenilnitrilo correspondiente así como de la monoamina correspondiente presenta una temperatura adecuada así como una presión adecuada, que garantizan estos eductos se encuentran en forma líquida para la producción del aminoalquilnitrilo.
- 40
- Por lo tanto, es un objeto preferido del procedimiento de acuerdo con la invención para la producción de un aminoalquilnitrilo la alimentación del alquenilnitrilo correspondiente así como de la monoamina correspondiente en forma líquida.
- Además se prefiere que durante la adición del alquenilnitrilo correspondiente la corriente de reacción presente un exceso mínimo de monoamina correspondiente del 0,1 % en moles con respecto al alquenilnitrilo. Además preferentemente, el exceso molar de monoamina con respecto al alquenilnitrilo presenta un valor que se encuentra en el intervalo del 0,1 al 20 %. Además preferentemente el valor se encuentra en el intervalo del 1 al 10 % en moles. En particular el valor se encuentra en el intervalo del 2 al 8 % en moles.
- 45
- El exceso de monoamina con respecto al alquenilnitrilo puede conseguirse mediante la adición de los dos eductos en la relación correspondiente, siempre que en la dirección de la corriente de reacción la alimentación de la monoamina tenga lugar especialmente antes de la alimentación del alquenilnitrilo.
- 50
- La reacción de la corriente de reacción o de la monoamina con el alquenilnitrilo en la corriente de reacción tiene lugar en dos zonas de reacción diferentes. Esto tiene la ventaja de que para la reacción pueden seleccionarse diferentes condiciones de reacción. De este modo puede conseguirse una reacción más completa del alquenilnitrilo evitando al mismo tiempo el porcentaje de productos secundarios en la corriente de reacción.
- 55 Preferentemente la reacción en la etapa (c) del procedimiento de acuerdo con la invención para la producción de un aminoalquilnitrilo tiene lugar de tal manera que el consumo de alquenilnitrilo en la primera zona de reacción asciende a del 80 al 98 %. Esto significa que al entrar la corriente de reacción en la primera zona de reacción la

corriente presenta un primer valor de concentración de alquilonitrilo y después de abandonar la primera zona de reacción presenta una segunda concentración, presentando el cociente sustraído de 1 de la segunda concentración entre la primera concentración de 0,8 a 0,98.

Además preferentemente la conversión en la primera zona de reacción se encuentra en el intervalo del 90 al 95 %.

- 5 Además se prefiere que después de la reacción en la etapa (d) del procedimiento de acuerdo con la invención para la producción de un aminoalquilnitrilo el contenido residual en alquilonitrilo en la corriente de reacción se encuentre por debajo del 1 % en peso.

Además pueden estar presentes zonas de reacción adicionales. Para este caso es suficiente cuando la zona de reacción presente en último lugar en la dirección de la corriente de reacción está configurada de tal manera que el contenido residual en alquilonitrilo indicado anteriormente en la corriente de reacción se encuentra por debajo del 1 % en peso.

En caso de existir más de dos zonas de reacción, opcionalmente la reacción en la primera zona de reacción en la dirección de la corriente de reacción puede ser menor que la indicada anteriormente. Tal como ya se expuso anteriormente, una ventaja en el procedimiento de acuerdo con la invención para la producción de un aminoalquilnitrilo se basa en que la reacción para dar el alquilonitrilo se lleva a cabo en dos zonas de reacción diferentes. De este modo pueden seleccionarse para la reacción diferentes condiciones de reacción. A este respecto ha resultado ser ventajoso que la corriente de reacción en la primera y en la segunda zona de reacción durante la reacción presente diferentes temperaturas. En particular se prefiere cuando la corriente de reacción en la primera zona de reacción durante la reacción presenta una temperatura mayor que en la al menos segunda zona de reacción.

Preferentemente la temperatura de la corriente de reacción en la primera zona de reacción se encuentra en el intervalo de 20 °C a 110 °C. Más preferentemente el intervalo asciende a de 60 °C a 80 °C.

La temperatura de la corriente de reacción en la al menos segunda zona de reacción se encuentra preferentemente en el intervalo de 0 a 100 °C, en particular en el intervalo de 30 a 60 °C. Siempre que al menos esté presente aún una zona de reacción adicional, la temperatura diferente, preferentemente más baja en comparación con la primera zona de reacción puede encontrarse también en primer lugar en la al menos zona de reacción adicional.

Además la presión en la primera y segunda zona de reacción puede ser diferente. Así mismo, sin embargo la presión también puede ser igual, lo que se prefiere. Preferentemente, en la primera y segunda zona de reacción existe una sobrepresión en el intervalo de 1 bar (0,1 MPa) a 20 bar (2 MPa). Por lo tanto en el procedimiento de acuerdo con la invención para la producción de un aminoalquilnitrilo, se prefiere que la sobrepresión en la primera y segunda zona de reacción sea igual o distinta y se encuentre en el intervalo de 1 bar (0,1 MPa) a 20 bar (2 MPa). Preferentemente la sobrepresión asciende a de 2 bar a 5 bar (0,2 a 0,5 MPa). Además se prefiere que las alimentaciones para la monoamina correspondiente así como el alquilonitrilo correspondiente presenten una sobrepresión igualmente alta.

35 Se conoce que durante la adición de una monoamina al doble enlace C-C de un alquilonitrilo, el agua añadida cataliza la reacción. Por lo tanto, se prefiere además que se añada agua a la corriente de reacción antes de la reacción en la primera zona de reacción, antes de que la corriente de reacción alcance la primera zona de reacción.

El agua puede llegar por ejemplo en forma de una alimentación adicional a la corriente de reacción. Además es posible que al menos parcialmente la monoamina se alimente en forma de una disolución acuosa a la corriente de reacción. Esto puede tener lugar por ejemplo en forma de una disolución acuosa de monoamina a del 30 al 70 % en peso. Además el alquilonitrilo utilizado puede contener agua.

Preferentemente, el procedimiento de acuerdo con la invención para la producción de un aminoalquilnitrilo contiene una etapa (e) adicional, en la que la corriente de reacción después de la reacción se descarga a partir de la segunda zona de reacción.

Además, de la corriente de reacción después de la reacción en la segunda zona de reacción puede extraerse monoamina sin reaccionar en la segunda zona de reacción o fuera de la segunda zona de reacción. Esto puede tener lugar por ejemplo de manera destilativa. Para ello puede utilizarse un recipiente adicional, tal como por ejemplo una columna de destilación. Se prefiere que una extracción de este tipo de la monoamina sin reaccionar se lleve a cabo fuera de la segunda zona de reacción, en particular aguas debajo de la misma. La monoamina así recuperada puede alimentarse de nuevo a la corriente de reacción, antes de que ésta alcance la primera zona de reacción. Esto puede tener lugar completa o parcialmente. Así mismo puede concebirse que la monoamina sin reaccionar recuperada se procese adicionalmente o se elimine.

Un objeto adicional de la presente invención es un procedimiento para la producción de una diamina a partir de un aminoalquilnitrilo correspondiente que contiene las etapas:

- 55 (a) introducir la corriente de reacción evacuada en la etapa (e) del procedimiento de acuerdo con la invención

para la producción de un aminoalquilnitrilo en una zona de reducción; y

(b) reducir el aminoalquilnitrilo que se encuentra en la corriente de reacción para dar la diamina correspondiente.

5 Basándose en la corriente de reacción, tal como resulta después de una reacción de al menos dos pasos del procedimiento de acuerdo con la invención para la producción de un aminoalquilnitrilo, un objeto adicional de la presente invención consiste en la reducción del aminoalquilnitrilo correspondiente para dar la diamina. En este sentido se transfiere por lo tanto en una segunda etapa de reacción el grupo nitrilo a la etapa de oxidación de una amina. El producto así obtenido contiene además de esta función amino una función amino adicional que se introdujo mediante la monoamina.

10 En una forma de realización preferida la reducción tiene lugar con ayuda de hidrógeno. Éste puede utilizarse como tal o como parte de una mezcla de gases. Por lo tanto el grupo nitrilo del aminoalquilnitrilo se convierte en una función amina primaria.

Antes de la etapa (b) del procedimiento de acuerdo con la invención para la producción de una diamina puede alimentarse amoníaco a la corriente de reacción.

15 Preferentemente, las etapas (a) y (b) del procedimiento de acuerdo con la invención para la producción de una diamina se llevan a cabo en un modo de proceder continuo.

En particular se prefiere que después de la reducción en la etapa (b) el producto bruto formado se recircule al menos parcialmente de tal manera que se genere una corriente circular.

20 Al existir una corriente circular de este tipo se prefiere que, para el caso de que se utilicen hidrógeno y amoníaco, éstos se alimenten a la corriente circular antes de introducirse en la corriente circular la corriente de reacción descargada de la primera etapa.

A este respecto se prefiere muy especialmente cuando la corriente circular, después de la introducción de amoníaco así como hidrógeno y antes de la introducción de la corriente de reacción evacuada a partir de la primera etapa, la corriente circular atraviese un intercambiador de calor, que calienta la corriente circular.

25 La relación molar de amoníaco con respecto a aminoalquilnitrilo asciende por ejemplo a aproximadamente 5. Para el caso de que se utilice hidrógeno para la hidrogenación, puede ajustarse una presión total en el intervalo de 50 a 300 bar (5 a 30 MPa). La presión total resulta de la suma de las presiones parciales de amoníaco, aminoalquilnitrilo, hidrógeno así como opcionalmente eductos sin reaccionar y productos formados así como opcionalmente agua a la temperatura correspondiente y se ajusta convenientemente mediante introducción a presión de hidrógeno hasta el valor deseado. En una forma de realización preferida, las etapas (a) y (b) del procedimiento de acuerdo con la invención para la producción de la diamina se llevan a cabo en un modo de proceder continuo.

30 Convenientemente se utiliza un catalizador en particular con el uso de hidrógeno. La reducción tiene lugar preferentemente en un lecho fijo de catalizador. En este sentido es posible un modo de proceder líquido así como fluido. Catalizadores adecuados para la hidrogenación del aminoalquilnitrilo para dar la diamina correspondiente se describen en los documentos EP-B 742 045 o EP-B 892 77. La temperatura máxima en la zona de reducción durante la reducción asciende preferentemente a 150 °C.

40 Como catalizadores para la hidrogenación de la función nitrilo para dar la amina pueden utilizarse en particular catalizadores que como especie activa contienen uno o varios elementos del 8º grupo secundario del sistema periódico de los elementos (Fe, Co, Ni, Ru, Rh, Pd, Os, Ir, Pt), preferentemente Fe, Co, Ni, Ru o Rh, especialmente preferentemente Co o Ni. Están incluidos los denominados catalizadores de esqueleto (también denominados de tipo Raney®, a continuación también: catalizador Raney), que se obtienen mediante lixiviación (activación) de una aleación de metal de hidrogenación activo y un componente adicional (preferentemente Al). Los catalizadores pueden contener adicionalmente uno o varios promotores.

45 Los catalizadores pueden utilizarse como catalizadores macizos o soportados. Como soporte se emplean preferentemente óxidos de metal tales como Al₂O₃, SiO₂, ZrO₂, TiO₂, mezclas de óxidos de metal o carbono (carbón activo, negro de humo, grafito).

50 Los catalizadores oxídicos se activan antes del uso fuera del reactor o en el reactor mediante reducción de los óxidos de metal activos en una corriente de gas que contiene hidrógeno a temperatura elevada. Cuando los catalizadores se reducen fuera del reactor, puede tener lugar después una pasivación mediante una corriente de gas que contiene oxígeno o la incorporación en un material inerte, para evitar una oxidación no controlada de aire y permitir una manipulación segura.

Catalizadores de lecho fijo especialmente preferidos los de contacto total de cobalto que se dan a conocer en el documento EP-A 1 742 045, dopados con Mn, P y metal alcalino (Li, Na, K, Rb, Cs). La masa catalíticamente activa

de estos catalizadores se compone, antes de la reducción con hidrógeno, del 55 al 98 % en peso, en particular del 75 al 95 % en peso, de cobalto, del 0,2 al 15 % en peso de fósforo, del 0,2 al 15 % en peso de manganeso y del 0,05 al 5 % en peso de metal alcalino, en particular sodio, en cada caso calculado como óxido.

Catalizadores adecuados adicionales con los catalizadores que se dan a conocer en el documento EPA 963 975, que antes del tratamiento con hidrógeno contienen del 22 al 40 % en peso de ZrO_2 , del 1 al 30 % en peso de compuestos que contienen oxígeno del cobre, calculado como CuO , del 15 al 50 % en peso de compuestos que contienen oxígeno del níquel, calculado como NiO , siendo la relación molar de $Ni : Cu$ mayor que 1, del 15 al 50 % en peso de compuestos que contienen oxígeno del cobalto, calculado como CoO , del 0 al 10 % en peso de compuestos que contienen oxígeno del aluminio y/o de manganeso, calculado como Al_2O_3 o MnO_2 , y ningún compuesto que contiene oxígeno del molibdeno; por ejemplo el catalizador A que se da a conocer en este documento con la composición el 33 % en peso de Zr , calculado como ZrO_2 , el 28 % en peso de Ni , calculado como NiO , el 11 % en peso de Cu , calculado como CuO y el 28 % en peso de Co , calculado como CoO .

Además son adecuados los catalizadores que se dan a conocer en el documento EP-A 696 572, que antes de la reducción con hidrógeno contienen del 20 al 85 % en peso de ZrO_2 , del 1 al 30 % en peso de compuestos que contienen oxígeno del cobre, calculado como CuO , del 30 al 70 % en peso de compuestos que contienen oxígeno del níquel, calculado como NiO , del 0,1 al 5 % en peso de compuestos que contienen oxígeno del molibdeno, calculado como MoO_3 , y del 0 al 10 % en peso de compuestos que contienen oxígeno del aluminio y/o manganeso, calculado como Al_2O_3 o MnO_2 . Por ejemplo se menciona el catalizador que se da a conocer concretamente en este documento con la composición el 31,5 % en peso de ZrO_2 , el 50 % en peso de NiO , el 17 % en peso de CuO y el 1,5 % en peso de MoO_3 . Así mismo son adecuados los catalizadores descritos en el documento WO-A 99/44984 que contienen (a) hierro o un compuesto a base de hierro o mezclas de los mismos, (b) del 0,001 al 0,3 % en peso con respecto a (a) un promotor a base de 2, 3, 4 o 5 elementos seleccionados del grupo Al , Si , Zr , Ti , V , (c) del 0 al 0,3 % en peso con respecto a (a) un compuesto a base de un metal alcalino y/o alcalinotérreo, así como (d) del 0,001 al 1 % en peso con respecto a (a) manganeso.

La reducción puede tener lugar de manera adiabática con una ejecución de reacción adecuada.

La corriente obtenida a partir de la reducción contiene además del producto también amoníaco e hidrógeno, que opcionalmente pueden recircularse de nuevo después de una separación.

Un objeto adicional es un dispositivo para la producción de un aminoalquilnitrilo mediante reacción de una monoamina correspondiente con un alquenilnitrilo correspondiente en un modo de proceder continuo que contiene

- una primera zona de reacción que contiene
- una entrada con una línea de alimentación, presentando la línea de alimentación
- una primera entrada, que es adecuada para alimentar la monoamina a la línea de alimentación;
- una segunda entrada, que es adecuada para alimentar el alquenilnitrilo a la línea de alimentación y que se encuentra entre la entrada y la entrada de la primera zona de reacción;
- una salida, que está conectada con la línea de alimentación; y
- un conducto de transferencia a una segunda zona de reacción; y
- una segunda zona de reacción, conteniendo la línea de alimentación el aminoalquilnitrilo.

El dispositivo descrito anteriormente para la producción de un aminoalquilnitrilo es un dispositivo preferido para llevar a cabo el procedimiento de acuerdo con la invención para la producción de un aminoalquilnitrilo.

El dispositivo contiene una primera zona de reacción, que contiene una entrada con una línea de alimentación, presentando la línea de alimentación además una primera entrada, que es adecuada para alimentar la monoamina a la línea de alimentación así como una segunda entrada, que es adecuada para alimentar el alquenilnitrilo a la línea de alimentación. En este sentido la segunda entrada se encuentra entre la entrada y la entrada de la primera zona de reacción. Además, la primera zona de reacción presenta una salida, que está conectada con la línea de alimentación. De este modo el procedimiento de acuerdo con la invención para la producción de un aminoalquilnitrilo puede llevarse a cabo en un modo de proceder continuo o el dispositivo de acuerdo con la invención puede hacerse funcionar para la producción de un aminoalquilnitrilo. Por último, la primera zona de reacción presenta un conducto de transferencia que conduce a una segunda zona de reacción. Por consiguiente, el dispositivo de acuerdo con la invención para la producción de un aminoalquilnitrilo contiene así mismo una segunda zona de reacción. El dispositivo de acuerdo con la invención para la producción de un aminoalquilnitrilo contiene en este sentido el aminoalquilnitrilo en la línea de alimentación.

Esto último garantiza que con la introducción del alquenilnitrilo a través de la segunda entrada tiene lugar una dilución mediante el aminoalquilnitrilo y, por lo tanto, no tiene lugar ninguna introducción del alquenilnitrilo para la monoamina pura.

La primera y segunda zona de reacción del dispositivo de acuerdo con la invención para la producción de un aminoalquilnitrilo pueden encontrarse en un recipiente de reactor en forma de diferentes zonas. Sin embargo se prefiere que la primera y segunda zona de reacción representen diferentes recipientes de reactor o una cascada de recipientes.

Estos dos recipientes de reactor pueden estar conectados entre sí a través de una conducción tubular.

Además es un objeto adicional de la presente invención un dispositivo para la producción de una diamina a partir de un aminoalquilnitrilo correspondiente que contiene

- un dispositivo para la producción de un aminoalquilnitrilo tal como se describió anteriormente; y
- una zona de reducción.

En el caso de la zona de reducción se trata preferentemente de un reactor de lecho fijo.

Tal como ya se expuso anteriormente, el dispositivo de acuerdo con la invención para la producción de un aminoalquilnitrilo es un dispositivo preferido para llevar a cabo un procedimiento de acuerdo con la invención para la producción de un aminoalquilnitrilo.

- 10 Por lo tanto, es un objeto adicional de la presente invención el uso de un dispositivo de acuerdo con la invención para la producción de un aminoalquilnitrilo mediante reacción de una monoamina correspondiente con un alquenilnitrilo correspondiente en un modo de proceder continuo.

Además, el dispositivo de acuerdo con la invención para la producción de una diamina es adecuado para llevar a cabo el procedimiento de acuerdo con la invención para la producción de una diamina.

- 15 Por consiguiente, es un objeto adicional el uso de un dispositivo de acuerdo con la invención para la producción de una diamina a partir de un aminoalquilnitrilo correspondiente.

La invención se explica en detalle por medio de las siguientes figuras y los siguientes ejemplos.

Muestran

- 20 la figura 1 el diagrama de flujo esquemático para un procedimiento a modo de ejemplo para la producción de un aminoalquilnitrilo de acuerdo con la presente invención y
- la figura 2 el diagrama de flujo esquemático para la producción de una diamina a partir de un aminoalquilnitrilo correspondiente de acuerdo con la presente invención.

- 25 La figura 1 muestra la etapa de la reacción de la monoamina con alquenilnitrilo para dar el aminoalquilnitrilo correspondiente. En este sentido, en un modo de proceder circular se alimenta a la corriente circular la monoamina a través de la entrada 1 y el alquenilnitrilo a través de la entrada 2. La verdadera reacción de la monoamina con el alquenilnitrilo tiene lugar en el reactor 5 a través de una conducción tubular, que entre entrada 2 y reactor 5 prevé un intercambiador de calor 3. La corriente de reacción que se encuentra en el reactor 5 se recircula a la corriente circular parcialmente con ayuda de una bomba 4, transfiriéndose a un segundo reactor 7 la parte no recirculada de la corriente de reacción a través de un intercambiador de calor 6. De este modo se garantiza que la corriente de reacción en los reactores 5 y 7 pueda presentar una temperatura diferente. La corriente de reacción, que contiene aminoalquilnitrilo, abandona el reactor 7 a través de la salida 8.
- 30

- La figura 2 muestra la etapa de reducción con ayuda de hidrógeno. El aminoalquilnitrilo que procede de la salida 8 se transfiere a través de la entrada 14 a un reactor de lecho fijo 15 con ayuda de una conducción tubular. En este sentido el lecho fijo de catalizador sirve para la reducción del grupo nitrilo con ayuda de hidrógeno. Éste se alimenta a través de la entrada 12. A través de la entrada 11 se alimenta amoniaco, conduciéndose la corriente de reacción de tal manera que tras la adición de hidrógeno y amoniaco se atraviesa un intercambiador de calor 13 para su calentamiento, antes de que el aminoalquilnitrilo llegue al reactor 15 a través de la entrada 14. Esto tiene en particular la ventaja de que el aminoalquilnitrilo se hace reaccionar lo más rápido posible en el reactor 15 y de esta manera sólo tiene un tiempo de permanencia muy corto hasta entrar en contacto con el catalizador de hidrogenación. De este modo puede conseguirse que se forme menos producto secundario (bis-diamina). El reactor de lecho fijo 15 se atraviesa de arriba abajo (modo de proceder fluido) y llega a través del intercambiador de calor 17 hasta el separador 18, en el que se separa el producto bruto del hidrógeno, monoamina y amoniaco y puede descargarse a través de la salida 20. Además, el producto bruto puede alimentarse de nuevo al menos parcialmente con ayuda de la bomba 16 a la corriente de reacción. Durante la recirculación al menos parcial se genera también durante la hidrogenación un proceso en circulación, lo que se prefiere. Esta mezcla producida de hidrógeno, monoamina y amoniaco puede descargarse a través de la salida 19.
- 35
- 40
- 45

Ejemplos

Ejemplo 1

- 50 La adición de DMA a ACN se lleva a cabo en una cascada de recipientes con agitación que funcionan de manera continua, que se compone de tres recipientes de agitación. La relación en volumen de los tres recipientes de agitación asciende a 1:1,5:2,5. La reacción se lleva a cabo a una presión de 5 bar (0,5 MPa).

La temperatura en los dos primeros recipientes con agitación asciende a 60 °C, en el tercer recipiente a 30 °C. La

adición se lleva a cabo con una carga, calculada como entrada de acrilonitrilo por unidad de tiempo, con respecto al volumen del primer recipiente de agitación, de 0,54 kg/l/h. La relación molar de sustancias utilizadas de DMA con respecto a ACN asciende a 0,98. El contenido residual en acrilonitrilo asciende al 3 % en peso (con respecto a la descarga de reacción total). El tiempo de permanencia medio de la mezcla de reacción en los recipientes de la etapa de adición asciende a aproximadamente 4 horas.

Las descargas de reacción de la etapa de adición se hidrogenan en una segunda etapa de reacción en un reactor que funciona de manera continua sobre un catalizador de lecho fijo que contiene cobalto. La carga de catalizador asciende a 1,0 kg de (descarga bruta de DMAPN)/kg de (catalizador)/h. La hidrogenación se lleva a cabo a una presión absoluta de 180 bar (18 MPa). La temperatura de salida de reactor asciende a 120 °C. La relación de masas de corriente laminada con respecto a entrada de DMAPN asciende a 2,5 kg/kg. El porcentaje de amoniaco en la entrada de reacción asciende a 0,8 kg de (amoniaco)/kg de (DMAPN), la relación molar de amoniaco con respecto a nitrilo asciende a 5.

Después de un tiempo de ejecución de en total 1300 h se determina en la hidrogenación una notable separación de nitrilo (> 0,1 % de DMAPN en la descarga).

Ejemplo 2

La adición de DMA a ACN se lleva a cabo en una cascada de recipientes con agitación que funcionan de manera continua, que se compone de siete recipientes de reacción. La relación en volumen de los siete recipientes de reacción asciende a 1:1,5:2,5:3,4:3,4:3,4:3,4. La reacción se lleva a cabo a una presión de 5 bar (0,5 MPa).

La temperatura en los dos primeros recipientes con agitación asciende a 60 °C, en el tercero al séptimo recipiente a 40 °C. La adición se lleva a cabo con una carga, calculada como entrada de acrilonitrilo por unidad de tiempo, con respecto al volumen del primer recipiente de agitación, de 0,54 kg/l/h. La relación molar de sustancias utilizadas de DMA con respecto a ACN asciende a 0,98. El contenido residual en acrilonitrilo asciende a aproximadamente el 2 % en peso (con respecto a la descarga de reacción total). El tiempo de permanencia medio de la mezcla de reacción en los recipientes de la etapa de adición asciende a aproximadamente 16 horas.

Después de un tiempo de ejecución de 500 h se añade durante aproximadamente 24 h una cantidad de DMA reducida en el reactor de adición, lo que lleva a un aumento del contenido residual de acrilonitrilo en la descarga hasta del 5 al 30 % en peso.

Las descargas de reacción de la etapa de adición se hidrogenan en una segunda etapa de reacción en un reactor que funciona de manera continua sobre un catalizador de lecho fijo que contiene cobalto. La carga de catalizador asciende a 1,0 kg de (descarga bruta de DMAPN)/kg de (catalizador)/h. La hidrogenación se lleva a cabo a una presión absoluta de 180 bar (18 MPa). La temperatura de salida de reactor asciende a 120 °C. La relación de masas de corriente laminada con respecto a entrada de DMAPN asciende a 2,5 kg/kg. El porcentaje de amoniaco en la entrada de reacción asciende a 0,8 kg de (amoniaco)/kg de (DMAPN), la relación molar de amoniaco con respecto a nitrilo asciende a 5.

En el plazo de las primeras 500 h de tiempo de ejecución no se detecta separación de nitrilo alguna en la descarga de la etapa de hidrogenación.

Después de un tiempo de ejecución de en total 530 h se determina en la hidrogenación una notable separación de nitrilo (> 0,2 % de DMAPN en la descarga).

Ejemplo 3

La adición de DMA a ACN se lleva a cabo en una cascada de recipientes con agitación que funcionan de manera continua, que se compone de tres recipientes de agitación. La relación en volumen de los tres recipientes de agitación asciende a 1:1,5:2,5. La reacción se lleva a cabo a una presión de 5 bar (0,5 MPa).

La temperatura en los dos primeros recipientes con agitación asciende a de 60 a 80 °C, en el tercer recipiente a de 30 a 45 °C. La adición se lleva a cabo con una carga, calculada como entrada de acrilonitrilo por unidad de tiempo, con respecto al volumen del primer recipiente de agitación, de 0,44 a 0,54 kg/l/h. La relación molar de sustancias utilizadas de DMA con respecto a ACN asciende a de 1,08 a 1,18. El contenido residual en acrilonitrilo asciende a menos del 0,2 % en peso (con respecto a la descarga de reacción total). El tiempo de permanencia medio de la mezcla de reacción en los recipientes de la etapa de adición asciende a aproximadamente 4 horas.

Las descargas de reacción de la etapa de adición se hidrogenan en una segunda etapa de reacción en un reactor que funciona de manera continua sobre un catalizador de lecho fijo que contiene cobalto. La carga de catalizador asciende a 1,0 kg de (descarga bruta de DMAPN)/kg de (catalizador)/h. La hidrogenación se lleva a cabo a una presión absoluta de 180 bar (18 MPa). La temperatura de salida de reactor asciende a 120 °C. La relación de masas de corriente laminada con respecto a entrada de DMAPN asciende a 2,5 kg/kg. El porcentaje de amoniaco en la entrada de reacción asciende a 0,8 kg de (amoniaco)/kg de (DMAPN), la relación molar de amoniaco con respecto a nitrilo asciende a 5.

En el plazo de un tiempo de ejecución de 600 h no se determina en la hidrogenación separación de nitrilo alguna.

Ejemplo 4

5 La adición de DMA a ACN se lleva a cabo en una instalación que funciona de manera continua, que se compone de un circuito bombeado con dos recipientes así como un recipiente con flujo laminar y dos recipientes adicionales. La relación en volumen de los recipientes del circuito de bombeo con respecto al recipiente con flujo laminar y los dos recipientes adicionales asciende a 1:0,2:2:3.

10 La temperatura en el circuito de bombeo asciende a 60 °C, en los recipientes adicionales de 30 a 45 °C. La adición se lleva a cabo con una carga, calculada como entrada de acrilonitrilo por unidad de tiempo, con respecto al volumen del circuito de bombeo, de 0,75 kg/l/h. La relación de cantidad de DMAPN bruto bombeada en los dos primeros recipientes con respecto a la descarga de reacción asciende a 30 kg/kg.

15 La relación molar de sustancias utilizadas de DMA con respecto a ACN asciende a 1,08. El contenido residual en acrilonitrilo asciende a menos del 0,1 % en peso (con respecto a la descarga de reacción total) en la corriente de reacción después del 5º recipiente. El tiempo de permanencia medio de la mezcla de reacción en los recipientes de la etapa de adición asciende a aproximadamente 4 horas. La reacción se lleva a cabo a una presión de 4 bar (0,4 MPa). El acrilonitrilo utilizado tiene un contenido en agua de aproximadamente el 0,4 %.

20 Las descargas de reacción de la etapa de adición se hidrogenan en una segunda etapa de reacción en un reactor que funciona de manera continua sobre un catalizador de lecho fijo que contiene cobalto. La carga de catalizador asciende en promedio a 1,0 kg de (descarga bruta de DMAPN)/kg de (catalizador)/h. La hidrogenación se lleva a cabo a una presión absoluta de 180 bar (18 MPa). La temperatura de salida de reactor en el reactor asciende a aproximadamente 144 °C. La relación de masas de corriente laminada con respecto a entrada de DMAPN asciende a 2,5 kg/kg. El porcentaje de amoníaco en la entrada de reacción asciende a 0,8 kg de (amoníaco)/kg de (DMAPN), la relación molar de amoníaco con respecto a nitrilo asciende a 5.

En el plazo de un tiempo de ejecución de 6 meses no se determina en la hidrogenación separación de nitrilo alguna, en este tiempo se hidrogenó una cantidad total de aproximadamente 4500 kg de (DMAPN)/kg de (catalizador).

25

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la producción de un aminoalquilnitrilo mediante reacción de una monoamina correspondiente con un alquenilnitrilo correspondiente en un modo de proceder continuo, que contiene las etapas
 - (a) alimentar la monoamina correspondiente a una corriente de reacción conducida de manera continua;
 - (b) alimentar el alquenilnitrilo correspondiente a la corriente de reacción, conteniendo ésta con la adición ya el aminoalquilnitrilo;
 - (c) hacer reaccionar la corriente de reacción en una primera zona de reacción; y
 - (d) transferir al menos parcialmente la corriente de reacción a al menos una segunda zona de reacción para la reacción adicional.
2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado porque** en el caso del aminoalquilnitrilo se trata de 3-dimetilaminopropionitrilo.
3. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, **caracterizado porque** al menos las etapas (a) a (c) se llevan a cabo en un modo de proceder de corriente circular.
4. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado porque** el alquenilnitrilo y la monoamina se alimentan en forma líquida.
5. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado porque** con la adición del alquenilnitrilo correspondiente la corriente de reacción presenta un exceso mínimo de monoamina correspondiente del 0,1 % en moles con respecto al alquenilnitrilo.
6. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 5, **caracterizado porque** la reacción en la etapa (c) tiene lugar de tal manera que el consumo de alquenilnitrilo se encuentra en el intervalo del 80 al 98 %.
7. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 6, **caracterizado porque** después de la reacción en la etapa (d) el contenido residual en alquenilnitrilo en la corriente de reacción se encuentra por debajo del 1 % en peso.
8. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 7, **caracterizado porque** la corriente de reacción en la primera y segunda zona de reacción durante la reacción presenta diferentes temperaturas.
9. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 8, **caracterizado porque** la corriente de reacción en la primera zona de reacción durante la reacción presenta una temperatura mayor que en la al menos segunda zona de reacción.
10. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 9, **caracterizado porque** la temperatura de la corriente de reacción en la primera zona de reacción se encuentra en el intervalo de 20 °C a 110 °C.
11. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 10, **caracterizado porque** la temperatura de la corriente de reacción en la al menos segunda zona de reacción se encuentra en el intervalo de 0 °C a 100 °C.
12. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 11, **caracterizado porque** la sobrepresión en la primera y segunda zona de reacción es igual o distinta y se encuentra en el intervalo de 1 bar (0,1 MPa) a 20 bar (2 MPa).
13. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 12, **caracterizado porque** se alimenta agua a la corriente de reacción antes de la reacción en la primera zona de reacción.
14. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 13, **caracterizado porque** la monoamina se alimenta en forma de una disolución acuosa a la corriente de reacción.
15. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 14, **caracterizado porque** de la corriente de reacción después de la reacción en la segunda zona de reacción se extrae la monoamina sin reaccionar en o fuera de la segunda zona de reacción.
16. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 15 que contiene la etapa adicional
 - (e) descargar la corriente de reacción después de la transformación a partir de la segunda zona de reacción.
17. Procedimiento para la producción de una diamina a partir de un aminoalquilnitrilo correspondiente, que se produce mediante reacción de una monoamina correspondiente con un alquenilnitrilo correspondiente en un modo de proceder continuo, que contiene las etapas
 - (a) alimentar la monoamina correspondiente a una corriente de reacción conducida de manera continua;
 - (b) alimentar el alquenilnitrilo correspondiente a la corriente de reacción, con lo cual ésta, con la adición contiene ya el aminoalquilnitrilo;

- (c) hacer reaccionar la corriente de reacción en una primera zona de reacción; y
 (d) transferir al menos parcialmente la corriente de reacción a al menos una segunda zona de reacción para la reacción adicional;
 (e) descargar la corriente de reacción después de la reacción a partir de la segunda zona de reacción;
 5 (f) introducir la corriente de reacción evacuada en la etapa (e) en una zona de reducción; y
 (g) reducir el aminoalquilnitrilo que se encuentra en la corriente de reacción para dar la diamina correspondiente.
18. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 17, **caracterizado porque** la reducción tiene lugar con ayuda de hidrógeno.
- 10 19. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 17 o 18, **caracterizado porque** antes de la etapa (g) se alimenta amoniaco a la corriente de reacción.
20. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 17 a 19, **caracterizado porque** las etapas (f) y (g) se llevan a cabo en un modo de proceder continuo.
- 15 21. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 20, **caracterizado porque** el producto bruto de la etapa (g) de la reivindicación 17 se recircula al menos parcialmente en una corriente circular.
22. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 18, 19 y 21, **caracterizado porque** se alimentan hidrógeno y amoniaco a la corriente circular en la dirección de la corriente circular antes de la introducción de la corriente de reacción en la etapa (f) de la reivindicación 17.
- 20 23. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 22, **caracterizado porque** después de la alimentación del hidrógeno así como del amoniaco y antes de la introducción en la etapa (f) de la reivindicación 17, la corriente circular atraviesa un intercambiador de calor para su calentamiento.
24. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 17 a 23, **caracterizado porque** la reducción tiene lugar en un catalizador de lecho fijo.
- 25 25. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 17 a 24, **caracterizado porque** la temperatura máxima en la zona de reducción durante la reducción asciende a 150 °C.
26. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 17 a 25, **caracterizado porque** la reducción tiene lugar de manera adiabática.
27. Dispositivo para la producción de un aminoalquilnitrilo mediante reacción de una monoamina correspondiente con un alquenilnitrilo correspondiente en un modo de proceder continuo que contiene
- 30 - una primera zona de reacción que contiene
 - una entrada con una línea de alimentación, presentando la línea de alimentación
 - una primera entrada, que es adecuada para alimentar la monoamina a la línea de alimentación;
 - una segunda entrada, que es adecuada para alimentar el alquenilnitrilo a la línea de alimentación y que se encuentra entre la entrada y la entrada de la primera zona de reacción;
 35 - una salida, que está conectada con la línea de alimentación; y
 - un conducto de transferencia a una segunda zona de reacción; y
 - una segunda zona de reacción, conteniendo la línea de alimentación el aminoalquilnitrilo.
28. Dispositivo de acuerdo con la reivindicación 27, **caracterizado porque** la primera y segunda zona de reacción representan diferentes recipientes de reactor.
- 40 29. Dispositivo de acuerdo con la reivindicación 28, **caracterizado porque** el conducto de transferencia de los diferentes recipientes de reactor representa una conducción tubular.
30. Dispositivo para la producción de una diamina a partir de un aminoalquilnitrilo correspondiente que contiene
- un dispositivo de acuerdo con una de las reivindicaciones 27 a 29; y
 - una zona de reducción.
- 45 31. Dispositivo de acuerdo con la reivindicación 30, **caracterizado porque** la zona de reducción es un reactor de lecho fijo.
32. Uso de un dispositivo de acuerdo con una de las reivindicaciones 27 a 29, para la producción de un aminoalquilnitrilo mediante reacción de una monoamina correspondiente con un alquenilnitrilo correspondiente en un modo de proceder continuo.
- 50 33. Uso de un dispositivo de acuerdo con la reivindicación 30 o 31, para la producción de una diamina a partir de un aminoalquilnitrilo correspondiente.

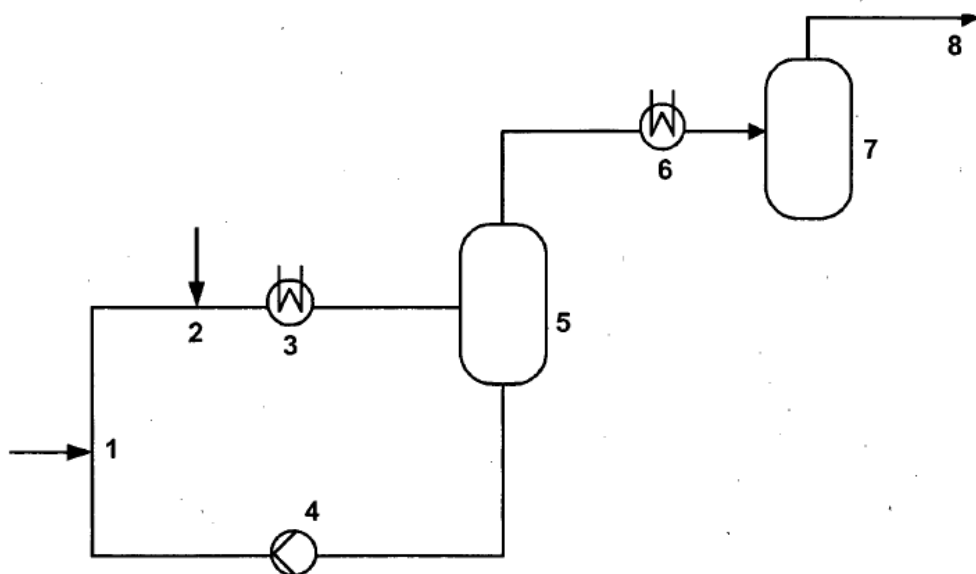


Figura 1

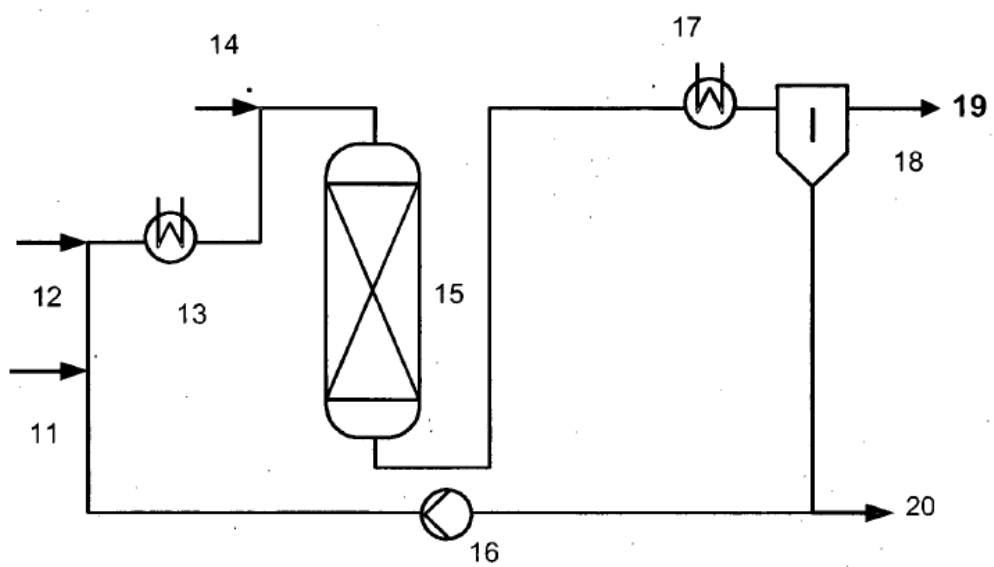


Figura 2