



República Federativa do Brasil
Ministério do Desenvolvimento, Indústria
e Comércio Exterior
Instituto Nacional de Propriedade Industrial

(21) **PI0615728-9 A2**

(22) Data de Depósito: 29/08/2006
(43) Data da Publicação: 24/05/2011
(RPI 2107)



(51) *Int.Cl.:*
C07C 209/48 2006.01
C07B 61/00 2006.01
C07C 211/21 2006.01

(54) Título: **AMINA PRIMÁRIA ALIFÁTICA INSATURADA E MÉTODO DE PRODUÇÃO DA MESMA**

(30) Prioridade Unionista: 06/09/2005 JP 2005-258497

(73) Titular(es): LION AKZO CO., LTD.

(72) Inventor(es): HIROYUKI IZUMOTO, MICHITO MAKIMURA

(74) Procurador(es): Di Blasi, Parente, S. G. & Associados S/C

(86) Pedido Internacional: PCT JP2006317010 de 29/08/2006

(87) Publicação Internacional: WO 2007/029571 de 15/03/2007

(57) Resumo: AMINA PRIMARIA ALIFATICA INSATURADA E MÉTODO DE PRODUÇÃO DA MESMA. Um objetivo da presente invenção é fornecer um método para produção de uma amina primária alifática insaturada que supprime a geração de amina primária alifática saturada como um subproduto, não gera turvação ou espuma nos produtos e pode produzir uma amina primária alifática insaturada com um baixo ponto de solidificação de maneira eficiente; e fornecer uma amina primária alifática insaturada produzida através do método para produção de uma amina primária alifática insaturada. Assim, a presente invenção se refere a um método para produção de uma amina primária alifática insaturada incluindo a sujeição de uma nitrila alifática insaturada tendo de 16 a 22 átomos de carbono à redução com hidrogênio na presença de amônia usando um catalisador de hidrogenação para produzir uma amina primária alifática insaturada, em que de 0,01 parte em peso a 1,0 parte em peso de amida de ácido carboxílico aromático é adicionada baseada em 100 partes em peso da nitrila alifática insaturada e uma pressão parcial de amônia para hidrogênio é ajustada para 8/2 a 6/4. A presente invenção também se refere a uma amina primária alifática insaturada a qual é produzida através do método de produção, em que a amina primária alifática insaturada tem uma taxa de conversão de amina, expressa pela fórmula (1) a seguir, de 95% ou mais e tem uma taxa de retenção de valor de iodo, expressa pela fórmula (2) a seguir, de 95% ou mais: Fórmula (1): (valor de amina encontrado de amina Taxa de primária alifática insaturada) conversão de X 100 (valor de amina teórico de amina amina (%)) = primária alifática insaturada) Fórmula (2) (valor de iodo de Taxa de amina primária (peso molecular retenção de amina) alifática insaturada) de valor x 100 (valor de iodo de de iodo nitrila alifática (peso molecular (%)) = insaturada) de nitrila)

$$\begin{aligned} \text{アミン転換率(\%)} &= \frac{\text{BB}}{\text{CC}} \times 100 \quad (1) \\ \text{ヨウ素価保持率(\%)} &= \frac{\text{DD}}{\text{FF}} \times 100 \quad (2) \end{aligned}$$

AA Amine conversion rate (%)
BB (found amine value of unsaturated aliphatic primary amine)
CC (calculated amine value of the amine)
DD Iodine value retention ratio (%)
EE (iodine value of unsaturated aliphatic primary amine) ×
(molecular weight of the amine)
FF (iodine value of unsaturated aliphatic nitrile) × (molecular weight
of the nitrile)

Resumo da Patente de Invenção Para: "AMINA PRIMÁRIA ALIFÁTICA INSATURADA E MÉTODO DE PRODUÇÃO DA MESMA".

Um objetivo da presente invenção é fornecer um método para produção de uma amina primária alifática insaturada que suprime a geração de amina primária alifática saturada como um subproduto, não gera turvação ou espuma nos produtos e pode produzir uma amina primária alifática insaturada com um baixo ponto de solidificação de maneira eficiente; e fornecer uma amina primária alifática insaturada produzida através do método para produção de uma amina primária alifática insaturada.

Assim, a presente invenção se refere a um método para produção de uma amina primária alifática insaturada incluindo a sujeição de uma nitrila alifática insaturada tendo de 16 a 22 átomos de carbono à redução com hidrogênio na presença de amônia usando um catalisador de hidrogenação para produzir uma amina primária alifática insaturada, em que de 0,01 parte em peso a 1,0 parte em peso de amida de ácido carboxílico aromático é adicionada baseada em 100 partes em peso da nitrila alifática insaturada e uma pressão parcial de amônia para hidrogênio é ajustada para 8/2 a 6/4. A presente invenção também se refere a uma amina primária alifática insaturada a qual é produzida através do método de produção, em que a amina primária alifática

insaturada tem uma taxa de conversão de amina, expressa pela fórmula (1) a seguir, de 95% ou mais e tem uma taxa de retenção de valor de iodo, expressa pela fórmula (2) a seguir, de 95% ou mais:

Fórmula (1):

$$\text{Taxa de conversão de amina (\%)} = \frac{(\text{valor de amina encontrado de amina primária alifática insaturada})}{(\text{valor de amina teórico de amina primária alifática insaturada})} \times 100$$

Fórmula (2):

$$\text{Taxa de retenção de valor de iodo (\%)} = \frac{(\text{valor de iodo de amina primária alifática insaturada}) \cdot (\text{peso molecular de amina})}{(\text{valor de iodo de nitrila alifática insaturada}) \cdot (\text{peso molecular de nitrila})} \times 100$$

produção de amina primária alifática saturada. Uma vez que as aminas primárias preparadas através desses métodos têm um alto ponto de solidificação (ponto de fulgor), existem problemas. Particularmente, quando aminas primárias derivadas são usadas, elas são difíceis de manipular.

Para resolver esse problema, um método para produção de uma amina primária alifática insaturada com um baixo ponto de fulgor é proposto (veja literatura de patente 3). O método descrito na literatura de patente 3, contudo, pode gerar uma amina primária alifática saturada de cadeia longa como um subproduto como resultado da hidrogenação de ligações insaturadas em cadeias de hidrocarbonetos. Além disso, quando uma amida alifática é adicionada, é difícil removê-la através de filtração após a reação, e turvação, espuma ou semelhante podem ser gerados nos produtos.

Assim, na presente situação, um método que suprime a geração de amina primária alifática saturada como um subproduto, não gera turvação ou espuma no produto e pode produzir uma amina primária alifática insaturada com um baixo ponto de solidificação não foi eficientemente fornecido e há um desejo por aperfeiçoamento adicional.

Literatura de patente 1: publicação de pedido de patente japonês (JP-B) No. 38-21353

Literatura de patente 2: JP-A No. 04-266859

Literatura de patente 3: JP-A No. 2001-226327

Divulgação da Invenção

Um objetivo da presente invenção é resolver os problemas convencionais e obter os objetivos a seguir.

5 Especificamente, um objetivo da presente invenção é fornecer um método para produção de uma amina primária alifática insaturada que suprima a geração de amina primária alifática saturada como um subproduto, não gere
10 turvação ou espuma no produto e possa produzir uma amina primária alifática insaturada com um baixo ponto de solidificação de maneira eficiente; e fornecer uma amina primária alifática insaturada produzida através do método para a produção de uma amina primária alifática insaturada.

Como resultado de investigações dedicadas conduzidas
15 pelos presentes inventores para resolver os problemas acima mencionados, eles descobriram que, quando uma amina primária alifática insaturada é produzida através da sujeição de uma nitrila alifática insaturada à redução com hidrogênio na presença de amônia, adição de amida de ácido
20 carboxílico aromático e uma proporção de pressão parcial de amônia para hidrogênio (aqui depois referida como "proporção de pressão") de 8/2 a 6/4 suprime a geração de amina primária alifática saturada como um subproduto, não gera turvação ou espuma e pode produzir uma amina primária

alifática insaturada com um baixo ponto de solidificação de maneira eficiente, e obtiveram a presente invenção.

A presente invenção é baseada nas descobertas acima mencionadas pelos presentes inventores e os meios para resolver os problemas acima mencionados são como segue. Especificamente:

1) Um método para produção de uma amina primária alifática insaturada incluindo a sujeição de uma nitrila alifática insaturada tendo de 16 a 22 átomos de carbono à redução com hidrogênio na presença de amônia usando um catalisador de hidrogenação para produzir uma amina primária alifática insaturada, em que 0,01 parte em peso a 1,0 parte em peso de amida de ácido carboxílico aromático é adicionada baseada em 100 partes em peso da nitrila alifática insaturada e uma proporção de pressão de amônia para hidrogênio é ajustada para 8/2 a 6/4.

2) O método para produção de uma amina primária alifática insaturada de acordo com 1), em que a amida de ácido carboxílico aromático é uma dentre para-toluamida e benzamida.

3) O método para produção de uma amina primária alifática insaturada de acordo com um dentre 1) e 2), em que a quantidade de amida de ácido carboxílico aromático a ser adicionada é 0,05 partes em peso a 0,50 partes em peso

baseada em 100 partes em peso da nitrila alifática insaturada.

4) Uma amina primária alifática insaturada a qual é produzida através do método para produção de uma amina primária alifática insaturada de qualquer um de 1) a 3), em que a amina primária alifática insaturada tem uma taxa de conversão de amina, expressa pela fórmula (1) a seguir, de 95% ou mais e tem uma taxa de retenção de valor de iodo, expressa pela fórmula (2) a seguir, de 95% ou mais:

10 Fórmula (1):

$$\begin{array}{l} \text{Taxa de} \\ \text{conversão de} \\ \text{amina (\%)} = \end{array} \frac{\begin{array}{l} \text{(valor de amina encontrado de amina} \\ \text{primária alifática insaturada)} \\ \text{(valor de amina teórico de amina} \\ \text{primária alifática insaturada)} \end{array}}{\text{primária alifática insaturada)}} \times 100$$

20 Fórmula (2):

$$\begin{array}{l} \text{Taxa de} \\ \text{retenção} \\ \text{de valor} \\ \text{de iodo} \\ \text{(\%)} = \end{array} \frac{\begin{array}{l} \text{(valor de iodo de} \\ \text{amina primária} \\ \text{alifática insaturada)} \end{array} \times \begin{array}{l} \text{(peso molecular} \\ \text{de amina)} \end{array}}{\begin{array}{l} \text{(valor de iodo de} \\ \text{nitrila alifática} \\ \text{insaturada)} \end{array} \times \begin{array}{l} \text{(peso molecular} \\ \text{de nitrila)} \end{array}}} \times 100$$

A presente invenção pode fornecer um método para produção de uma amina primária alifática insaturada que suprime a geração de amina primária alifática saturada como um

subproduto, não gera turvação ou espuma no produto e pode produzir uma amina primária alifática insaturada com um baixo ponto de solidificação de maneira eficiente; e fornece uma amina primária alifática insaturada produzida
5 através do método para produção de uma amina primária alifática insaturada.

Melhor Modo para Realização da Invenção

(Método para produção de uma amina primária alifática insaturada)

10 O método para produção de uma amina primária alifática insaturada da presente invenção compreende a sujeição de uma nitrila alifática insaturada tendo de 16 a 22 átomos de carbono à redução com hidrogênio na presença de amônia usando um catalisador de hidrogenação para produzir uma
15 amina primária alifática insaturada, em que 0,01 parte em peso a 1,0 parte em peso de amida de ácido carboxílico aromática é adicionada baseada em 100 partes em peso da nitrila alifática insaturada e uma proporção de pressão de amônia para hidrogênio é ajustada para 8/2 a 6/4.

20 Nitrila alifática insaturada

No método para produção de uma amina primária alifática insaturada da presente invenção, a nitrila alifática insaturada a ser usada como uma matéria prima (aqui depois, pode ser referida como "nitrila de material

de partida") não está particularmente limitada contanto que ela tenha de 16 a 22 átomos de carbono, ela pode ser apropriadamente selecionada de acordo com a finalidade e é, de preferência, uma nitrila alifática insaturada de cadeia
5 longa tendo de 18 a 22 átomos de carbono.

A nitrila alifática insaturada pode ser uma mistura de nitrilas tendo diferentes átomos de carbono.

Exemplos da nitrila alifática insaturada incluem aquelas produzidas a partir de ácidos graxos
10 correspondentes através de métodos conhecidos; exemplos específicos da nitrila alifática insaturada incluem aquelas produzidas a partir de ácido oléico, ácido linoléico, ácido linolênico, ácido erúcico; e ácidos graxos produzidos a partir de óleos e gorduras animais e vegetais, tais como
15 ácido graxo de sebo, ácido graxo de soja, ácido graxo de óleo de palma, ácido graxo de resina líquida (talol) e ácido graxo de colza.

Dentre esses, nitrilas alifáticas insaturadas derivadas de ácido oléico e ácido erúcico são preferíveis;
20 exemplos específicos das mesmas incluem oleonitrila e erucanitrila.

Catalisador de hidrogenação

O catalisador de hidrogenação não está particularmente limitado e pode ser apropriadamente selecionado dentre

catalisadores de hidrogenação conhecidos. Exemplos dos mesmos incluem catalisadores de níquel, catalisadores de cobre, catalisadores de metais preciosos e semelhantes.

Dentre esses, catalisadores de níquel são preferíveis.

5 Particularmente, catalisadores de níquel suportados sobre o veículo são mais preferíveis em termos, por exemplo, da capacidade de manipulação e custo; exemplos dos mesmos incluem catalisador de níquel-kieselguhr, catalisador de níquel-alumina, catalisador de níquel sílica-alumina e
10 semelhantes.

A quantidade de catalisador de hidrogenação usada é, de preferência, 0,01 parte em peso a 2,0 partes em peso e, mais preferivelmente, 0,1 parte em peso a 0,5 partes em peso, baseada em 100 partes em peso das nitrilas de
15 material de partida. Se a quantidade do catalisador de hidrogenação usada é menor do que 0,01 parte em peso, a taxa de conversão da nitrila de material de partida em amina pode se tornar pior. Se ela é maior do que 2,0 partes em peso, a amina primária alifática insaturada resultante
20 pode ter uma taxa de retenção de valor de iodo acentuadamente reduzida.

Amida de ácido carboxílico aromático

Para a amida de ácido carboxílico aromático, por exemplo, para-toluamida e benzamida são preferíveis.

Através da adição da amida de ácido carboxílico em uma quantidade de 0,01 parte em peso a 1,00 parte em peso baseada em 100 partes em peso das nitrilas de material de partida, um efeito para impedir a hidrogenação de ligações insaturadas em cadeias de hidrocarbonetos pode ser obtido e a geração de amina primária alifática saturada como um subproduto pode ser reduzida. Além disso, a reação de redução da nitrila do material de partida não é inibida e o rendimento de amina primária alifática insaturada é aperfeiçoado.

Se a quantidade da amida de ácido carboxílico aromático adicionada é menor do que 0,01 parte em peso baseada em 100 partes em peso das nitrilas de material de partida, o valor de iodo da amina primária alifática insaturada pode ser diminuído, resultando na taxa de retenção de valor de iodo sendo menor do que 95% algumas vezes. Se a quantidade adicionada é maior do que 1,00, a atividade do catalisador de hidrogenação é inibida, resultando em acentuada diminuição na taxa de conversão da nitrila de material de partida em amina algumas vezes. A quantidade da amida de ácido carboxílico aromático adicionada é, mais preferivelmente, 0,01 parte em peso a 0,80 partes em peso e, particularmente de preferência, 0,05 partes em peso a 0,50 partes em peso baseada em 100 partes

em peso das nitrilas de material de partida.

Amônia

No método para produção de uma amina primária alifática insaturada, de forma a obter uma amina primária alifática insaturada como um produto principal, amônia é deixada estar presente em um sistema de reação para realizar uma reação para converter as nitrilas de material de partida em aminas.

A quantidade de amônia usada é, de preferência, 5,5 partes em peso a 8,5 partes em peso baseada em 100 partes em peso da nitrila de material de partida.

Através do ajuste da pressão parcial de amônia em um sistema de reação para uma pressão parcial de amônia para hidrogênio de $8/2$ a $6/4$, amina primária alifática insaturada com uma alta taxa de retenção de valor de iodo pode ser produzida eficazmente.

Se a proporção de pressão de amônia para hidrogênio é maior do que $8/2$, o progresso da reação de conversão em aminas é acentuadamente lento, tornando difícil produzir a amina primária alifática insaturada algumas vezes. Por outro lado, se a proporção de pressão é menor do que $6/4$, a quantidade de amina secundária e amina terciária geradas como um subproduto aumenta e, além disso, a taxa de retenção de valor de iodo pode ser diminuída.

Reação de conversão em aminas

A reação de conversão em aminas é uma reação na qual as nitrilas de material de partida são convertidas em aminas. Especificamente, a nitrila de material de partida, o catalisador de hidrogenação e a amida de ácido carboxílico aromático são colocados em um vaso de reação e, enquanto eles são agitados na presença de amônia, a nitrila de material de partida e o hidrogênio são deixados reagir.

A condição de temperatura da reação de conversão em aminas é, de preferência, de 80°C a 200°C, mais preferivelmente de 100°C a 180°C e, ainda mais preferivelmente, de 130°C a 170°C.

O tempo de reação da reação de conversão em aminas é, de preferência, de 1 hora a 5 horas.

A pressão de hidrogênio na reação de conversão em aminas é, de preferência, uma pressão manométrica de 0,5 MPa a 7,0 MPa e, mais preferivelmente, uma pressão manométrica de 1,0 MPa a 4,0 MPa. Se a pressão de hidrogênio é menor do que 0,5 MPa, o progresso da reação é acentuatadamente lento. Se a pressão de hidrogênio é maior do que 7,0 MPa, a taxa de retenção de valor de iodo da amina primária alifática insaturada a ser obtida é baixa.

Após a reação de conversão em aminas, o produto obtido é resfriado e filtrado para separar o catalisador de

hidrogenação.

A filtração pode ser realizada através de qualquer método sem limitação e o método pode ser apropriadamente selecionado de métodos conhecidos. Exemplos dos mesmos
5 incluem filtração sob pressão usando, por exemplo, um equipamento de separação sólido-líquido e semelhantes.

O método para produção de uma amina primária alifática insaturada da presente invenção suprime a geração de amina primária alifática saturada como um subproduto, não gera
10 turvação ou espuma no produto e pode produzir uma amina primária alifática insaturada com um baixo ponto de solidificação de maneira eficiente. Assim, o método para produção de uma amina primária alifática insaturada da presente invenção é extremamente útil como um método para
15 produção de uma amina primária alifática insaturada em escala industrial.

Amina primária alifática insaturada

A amina primária alifática insaturada preparada através do método para produção de uma amina primária
20 alifática insaturada da presente invenção tem uma taxa de conversão de amina, expressa pela fórmula (1) a seguir, de 95% ou mais e tem uma taxa de retenção de valor de iodo, expressa pela fórmula (2) a seguir, de 95% ou mais.

Taxa de conversão de amina

Fórmula (1):

$$\begin{array}{lcl}
 & & (\text{valor de amina encontrado de amina} \\
 & \text{Taxa de} & \text{primária alifática insaturada)} \\
 & \text{conversão de} & \frac{\hspace{10em}}{(\text{valor de amina teórico de amina} \\
 5 \quad \text{amina (\%)} = & & \text{primária alifática insaturada)} \quad \times 100
 \end{array}$$

Conforme mostrado na fórmula (1), a taxa de conversão de amina é a taxa de valor de amina encontrado para o valor de amina teórico da amina primária alifática insaturada preparada através do método para produção de uma amina primária alifática insaturada da presente invenção. A taxa de conversão de amina é, mais preferivelmente, 95% ou ainda e mais preferivelmente, 98% ou mais.

O valor de amina encontrado pode ser obtido através de qualquer método de medição sem limitação e o método de medição pode ser apropriadamente selecionado de métodos conhecidos. Por exemplo, 1 g de amina primária alifática insaturada obtida é precisamente pesado, dissolvido em etanol e, então, o valor de amina é medido usando um titulador potenciométrico ou semelhante.

Taxa de retenção de valor de iodo

Fórmula (2):

$$\begin{array}{l}
 \text{Taxa de} \\
 \text{reten\c{c}\~ao} \\
 \text{de valor} \\
 \text{de iodo} \\
 5 \quad (\%) = \\
 \end{array}
 = \frac{
 \begin{array}{l}
 \text{(valor de iodo de} \\
 \text{amina prim\~aria} \\
 \text{alif\~atica insaturada)} \\
 \text{(valor de iodo de} \\
 \text{nitrila alif\~atica} \\
 \text{insaturada)}
 \end{array}
 \times
 \begin{array}{l}
 \text{(peso molecular} \\
 \text{de amina)} \\
 \text{(peso molecular} \\
 \text{de nitrila)}
 \end{array}
 }{
 }
 \times 100$$

Conforme mostrado na f\~ormula (2), a taxa de reten\c{c}\~ao de valor de iodo \~e a taxa de valor de iodo de amina prim\~aria alif\~atica insaturada obtida para o valor de iodo de nitrila alif\~atica insaturada, como uma mat\~eria prima. A taxa de reten\c{c}\~ao de valor de iodo \~e, mais preferivelmente, 97% ou mais e, ainda mais preferivelmente, 98% ou mais.

O valor de iodo pode ser medido atrav\~es de qualquer m\~etodo sem limita\c{c}\~ao e o m\~etodo pode ser apropriadamente selecionado de m\~etodos conhecidos; exemplos dos mesmos incluem o m\~etodo Wijs-ciclohexano e semelhantes.

Quando a taxa de reten\c{c}\~ao de valor de iodo \~e calculada, \~e necess\~ario converter os valores de iodo para o peso molecular.

20 Pureza (seletividade pela amina prim\~aria)

A pureza da amina prim\~aria alif\~atica insaturada nas aminas preparadas atrav\~es do m\~etodo para produ\c{c}\~ao de uma amina prim\~aria alif\~atica insaturada (seletividade pela amina prim\~aria) pode ser calculada a partir da amina

encontrada obtida para a taxa de conversão de amina e os valores de amina encontrados medidos após bloqueio da amina primária através da reação com salicilaldeído (valores de amina secundária + terciária).

- 5 A pureza é, de preferência, 90% ou mais e, mais preferivelmente, 95% ou mais.

Ponto de solidificação

O ponto de solidificação da amina primária alifática insaturada é, de preferência, menor do que 10°C.

- 10 A amina primária alifática insaturada tem alta qualidade e excelente capacidade de manipulação. Assim, a amina primária alifática insaturada pode ser adequadamente usada em uma variedade de aplicações como um intermediário de tensoativo, dispersante, agroquímico, desinfetante, 15 agente anti-estática, agente de tratamento têxtil, etc.

Exemplos

A seguir, exemplos da presente invenção serão descritos, os quais, contudo, não deverão ser interpretados como limitando a presente invenção aos mesmos.

20 Exemplos de 1 a 12

Em uma autoclave de 2 litros equipada com um agitador de indução foram carregados 600 g de oleonitrila como a nitrila de material de partida, 2 g de catalisador de Ni-kieselguhr (0,33 partes em peso baseada na nitrila de

material de partida) e para-toluamida ou benzamida como a amida de ácido carboxílico aromático em uma quantidade mostrada nas tabelas 1 e 2 em anexo e agitados.

Amônia e hidrogênio foram fornecidos, a temperatura de
5 reação foi ajustada para 140°C, a pressão de reação foi ajustada para uma pressão manométrica de 3,5 MPa e amônia e hidrogênio foram mantidos na proporção de reação mostrada nas tabelas 1 e 2 em anexo.

Enquanto se corrigia a pressão de hidrogênio por causa
10 da diminuição na pressão de hidrogênio em virtude da redução, foi observada, com aquecimento, a reação de redução foi conduzida durante cerca de 3,5 horas, até que diminuição na pressão de hidrogênio não fosse observada, desse modo, convertendo a nitrila de material de partida em
15 amina para obter uma amina primária alifática insaturada. Para a amina primária alifática insaturada, a taxa de conversão de amina, pureza (seletividade pela amina primária), taxa de retenção de valor de iodo e ponto de solidificação foram avaliados através dos métodos a seguir
20 e se turvação ou espuma foram geradas, não foi observado visualmente. Os resultados são mostrados nas tabelas 1 e 2 em anexo.

Taxa de conversão de amina

1 g de amina primária alifática insaturada obtida foi

precisamente pesado em um béquer e dissolvido em etanol. O valor de amina foi medido usando um titulador potenciométrico (número do modelo: COM-980, fabricado pela Hiranuma Sangyo Co., Ltda.) para obter o valor de amina encontrado. A partir do valor encontrado e valor teórico, a taxa de conversão de amina foi determinada de acordo com a fórmula (1) a seguir.

Fórmula (1):

$$\begin{array}{lcl} & (\text{valor de amina encontrado de amina} \\ & \text{primária alifática insaturada}) \\ \text{Taxa de} & & \\ 10 \text{ conversão de} & \frac{\hspace{10em}}{(\text{valor de amina teórico de amina} \\ & \text{primária alifática insaturada})} \times 100 \\ \text{amina (\%)} = & & \end{array}$$

Pureza (seletividade pela amina primária)

1 g de amina primária alifática insaturada obtida foi precisamente pesado em um béquer e deixado reagir com salicilaldeído. O valor de amina foi medido da mesma forma conforme descrito acima para determinar o valor de amina secundária + terciária encontrado.

A partir do valor de amina encontrado obtido na medição da taxa de conversão de amina descrita acima (valor total de amina encontrado) e valores de amina encontrados de amina secundária e amina terciária (valor de amina secundária + terciária encontrado), a pureza (seletividade pela amina primária) foi determinada de acordo com a

fórmula (3) a seguir.

Fórmula (3):

$$\text{Pureza (\%)} = \frac{\frac{(\text{valor de amina total} - \text{secundária} + \text{terciária})}{\text{encontrado}}}{\frac{(\text{valor de amina total encontrado})}{5}} \times 100$$

Taxa de retenção de valor de iodo

10 Para a amina primária alifática insaturada e a nitrila de material de partida, o valor de iodo foi medido através do método Wijs-ciclohexano. O valor obtido foi convertido a peso molecular para determinar a taxa de retenção de valor de iodo de acordo com a fórmula (2) a seguir.

15 Fórmula (2):

$$\begin{aligned} &\text{Taxa de retenção de valor de iodo (\%)} = \frac{(\text{valor de iodo de amina primária alifática insaturada}) \times (\text{peso molecular de amina})}{(\text{valor de iodo de nitrila alifática insaturada}) \times (\text{peso molecular de nitrila})} \times 100 \end{aligned}$$

Ponto de solidificação

O ponto de solidificação da amina primária alifática insaturada foi medido de acordo com o método padrão de

análise de óleos e gorduras 2.2.5.2-1996 (método de Shukoff).

Exemplo Comparativo 1

A reação de conversão em aminas foi realizada da mesma forma conforme no exemplo 1, exceto que para-toluamida não foi adicionada para obter uma amina primária alifática insaturada. Para a amina primária alifática insaturada, a taxa de conversão de amina, pureza (seletividade pela amina primária), taxa de retenção de valor de iodo e ponto de solidificação foram avaliados da mesma forma conforme no exemplo 1 e se turvação ou espuma foram geradas, não foi observado visualmente. Os resultados são mostrados na tabela 3 em anexo.

Exemplos Comparativos de 2 a 4 e de 6 a 10

As reações de conversão em amina foram realizadas da mesma forma conforme no exemplo 1, exceto que para-toluamida ou benzamida foi adicionada em uma quantidade mostrada nas tabelas 3 e 4 em anexo e amônia e hidrogênio foram mantidos na proporção de pressão mostrada nas tabelas 3 e 4 em anexo para obter aminas primárias alifáticas insaturadas. Para as aminas primárias alifáticas insaturadas, a taxa de conversão de amina, pureza (seletividade pela amina primária), taxa de retenção de valor de iodo e ponto de solidificação foram avaliados da

mesma forma conforme no exemplo 1 e se turvação ou espuma foram geradas, não foi observado visualmente. Os resultados são mostrados nas tabelas 3 e 4 em anexo.

Exemplo Comparativo 5

5 A reação de conversão em aminas foi realizada da mesma forma conforme no exemplo 1, exceto que para-toluamida foi trocada por oleilamida. A taxa de conversão de amina, pureza (seletividade pela amina primária), taxa de retenção de valor de iodo e ponto de solidificação foram avaliados

10 da mesma forma conforme no exemplo 1 e se turvação ou espuma foram geradas, não foi observado visualmente. Os resultados são mostrados na tabela 3 em anexo. A partir dos resultados das Tabelas de 1 a 4 em anexo, descobriu-se que aminas alifáticas insaturadas, preparadas através dos

15 métodos de produção dos Exemplos de 1 a 12, nos quais 0,01 parte em peso para 1,0 parte em peso de amida de ácido carboxílico aromático foi adicionada baseado em 100 partes em peso da nitrila de material de partida e a proporção de pressão de amônia para hidrogênio foi ajustada em 8/2 a

20 6/4, são de alta qualidade com uma alta taxa de conversão de amina, pureza e taxa de retenção de valor de iodo e excelentes quanto à capacidade de manipulação em virtude de um baixo ponto de solidificação e que a aparência é satisfatória, uma vez que turvação ou espuma não foi

gerada.

Aplicabilidade Industrial

Uma vez que o método para produção de uma amina primária alifática insaturada da presente invenção suprime a geração de amina primária alifática saturada como um subproduto, não gera turvação ou espuma e pode produzir uma amina primária alifática insaturada com um baixo ponto de solidificação de maneira eficiente, ele é adequado como um método para produção de uma amina primária alifática insaturada em escala industrial.

Além disso, a amina primária alifática insaturada produzida através do método para produção de uma amina primária alifática insaturada da presente invenção é de alta qualidade e é excelente quanto à capacidade de manipulação em virtude de um baixo ponto de solidificação. Assim, a amina primária alifática insaturada pode ser adequadamente usada em uma variedade de aplicações como um intermediário de tensoativo, dispersante, agroquímico, desinfetante, agente anti-estática, agente de tratamento têxtil, etc.

Tabela 1

	Exemplo 1	Exemplo 2	Exemplo 3	Exemplo 4	Exemplo 5	Exemplo 6
Amida de ácido carboxílico aromático	para-toluamida	para-toluamida	para-toluamida	benzamida	benzamida	benzamida
Quantidade adicionada (partes em peso) baseada em 100 partes em peso da nitrila de material de partida	0,07	0,15	0,15	0,07	0,15	0,15
Proporção de pressão de amônia para hidrogênio	6/4	6/4	8/2	6/4	6/4	8/2
Taxa de conversão de amina (%)	99	97	97	98	97	97
Pureza de amina primária (%)	97	95	96	97	97	95

Taxa de retenção de valor de iodo (%)	98,9	99,3	97,7	97,1	98,6	98,2
Ponto de solidificação (°C)	8	8	8	9	8	9
Geração de turvação ou escuma	Nenhuma	Nenhuma	Nenhuma	Nenhuma	Nenhuma	Nenhuma

Tabela 2

	Exemplo 7	Exemplo 8	Exemplo 9	Exemplo 10	Exemplo 11	Exemplo 12
Amida de ácido carboxílico aromático	Para-toluamida	Para-toluamida	Para-toluamida	benzamida	benzamida	Para-toluamida
Quantidade adicionada (partes em peso) baseada em 100 partes em peso da nitrila de material de partida	0,05	1,00	0,01	1,00	0,01	0,50
Proporção de pressão de amônia para hidrogênio	6/4	6/4	6/4	6/4	6/4	7/3
Taxa de conversão de amina (%)	99	95	99	95	98	96
Pureza de amina primária (%)	98	97	97	97	96	96

Taxa de retenção de valor de iodo (%)	97,1	99,5	95,1	99,3	95,0	98,9
Ponto de solidificação (°C)	9	7	10	8	10	8
Geração de turvação ou escuma	Nenhuma	Nenhuma	Nenhuma	Nenhuma	Nenhuma	Nenhuma

Tabela 3

	Exemplo Comp. 1	Exemplo Comp. 2	Exemplo Comp. 3	Exemplo Comp. 4	Exemplo Comp. 5
Amida de ácido carboxílico aromático	-	Para- toluamida	Para- toluamida	Para- toluamida	oleilamida
Quantidade adicionada (partes em peso) baseada em 100 partes em peso da nitrila de material de partida	0	1,50	0,07	0,07	0,07
Proporção de pressão de amônia para hidrogênio	6/4	6/4	5/5	9/1	6/4
Taxa de conversão de amina (%)	98	68	97	81	98
Pureza de amina primária (%)	97	88	94	98	97
Taxa de retenção de valor de iodo (%)	89,4	98,5	88,9	94,1	98,0

Ponto de solidificação (°C)	17	5	12	7	10
Geração de turvação ou escuma	Nenhuma	Nenhuma	Nenhuma	Nenhuma	Observada

Tabela 4

	Exemplo Comp. 6	Exemplo Comp. 7	Exemplo Comp. 8	Exemplo Comp. 9	Exemplo Comp. 10
Amida de ácido carboxílico aromático	benzamida	benzamida	benzamida	Para- toluamida	benzamida
Quantidade adicionada (partes em peso) baseada em 100 partes em peso da nitrila de material de partida	1,50	0,07	0,07	1,10	1,10
Proporção de pressão de amônia para hidrogênio	6/4	5/5	9/1	6/4	6/4
Taxa de conversão de amina (%)	65	98	79	86	87
Pureza de amina primária (%)	93	94	97	98	97
Taxa de retenção de valor de iodo (%)	99,0	89,2	94,5	97,7	97,1

Ponto de solidificação (°C)	6	12	8	6	7
Geração de turvação ou escuma	Nenhuma	Nenhuma	Nenhuma	Nenhuma	Nenhuma

REIVINDICAÇÕES

1. Método para produção de uma amina primária alifática insaturada compreendendo a sujeição de uma nitrila alifática insaturada tendo de 16 a 22 átomos de carbono à redução com hidrogênio na presença de amônia usando um catalisador de hidrogenação para produzir uma amina primária alifática insaturada **caracterizado pelo** fato de que de 0,01 parte em peso a 1,0 parte em peso de amida de ácido carboxílico aromático é adicionada baseada em 100 partes em peso da nitrila alifática insaturada e uma pressão parcial de amônia para hidrogênio é ajustada para 8/2 a 6/4.

2. Método, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado pelo** fato de que a amida de ácido carboxílico aromático é uma dentre para-toluamida e benzamida.

3. Amina primária alifática insaturada, a qual é produzida através do método para produção de uma amina primária alifática insaturada, conforme definido em qualquer uma das reivindicações de 1 a 2, **caracterizada pelo** fato de que a amina primária alifática insaturada tem uma taxa de conversão de amina, expressa pela fórmula (1) a seguir, de 95% ou mais e tem uma taxa de retenção de valor de iodo, expressa pela fórmula (2) a seguir, de 95% ou mais:

Fórmula (1):

$$\text{Taxa de conversão de amina (\%)} = \frac{(\text{valor de amina encontrado de amina primária alifática insaturada})}{(\text{valor de amina teórico de amina primária alifática insaturada})} \times 100$$

Fórmula (2):

$$\begin{aligned} \text{Taxa de retenção de valor de iodo (\%)} = & \frac{(\text{valor de iodo de amina primária alifática insaturada}) \times (\text{peso molecular de amina})}{(\text{valor de iodo de nitrila alifática insaturada}) \times (\text{peso molecular de nitrila})} \times 100 \end{aligned}$$

$$\text{アミン転換率(\%)} = \frac{\text{AA}}{\text{BB}} \times 100 \quad (1)$$

(不飽和脂肪族第1級アミンのヨウ素価)
(不飽和脂肪族第1級アミンの理論アミン価)

$$\text{ヨウ素価保持率(\%)} = \frac{\text{DD}}{\text{EE}} \times 100 \quad (2)$$

(不飽和脂肪族第1級アミンのヨウ素価) × (アミンの分子量)
(不飽和脂肪族ニトリルのヨウ素価) × (ニトリルの分子量)

AA Amine conversion rate (%)

BB (found amine value of unsaturated aliphatic primary amine)

CC (calculated amine value of the amine)

DD Iodine value retention ratio (%)

EE (iodine value of unsaturated aliphatic primary amine) ×
(molecular weight of the amine)

FF (iodine value of unsaturated aliphatic nitrile) × (molecular weight
of the nitrile)

PE0615128-9

Resumo da Patente de Invenção para: "AMINA PRIMÁRIA ALIFÁTICA INSATURADA E MÉTODO DE PRODUÇÃO DA MESMA".

Um objetivo da presente invenção é fornecer um método para produção de uma amina primária alifática insaturada que suprime a geração de amina primária alifática saturada como um subproduto, não gera turvação ou espuma nos produtos e pode produzir uma amina primária alifática insaturada com um baixo ponto de solidificação de maneira eficiente; e fornecer uma amina primária alifática insaturada produzida através do método para produção de uma amina primária alifática insaturada.

Assim, a presente invenção se refere a um método para produção de uma amina primária alifática insaturada incluindo a sujeição de uma nitrila alifática insaturada tendo de 16 a 22 átomos de carbono à redução com hidrogênio na presença de amônia usando um catalisador de hidrogenação para produzir uma amina primária alifática insaturada, em que de 0,01 parte em peso a 1,0 parte em peso de amida de ácido carboxílico aromático é adicionada baseada em 100 partes em peso da nitrila alifática insaturada e uma pressão parcial de amônia para hidrogênio é ajustada para 8/2 a 6/4. A presente invenção também se refere a uma amina primária alifática insaturada a qual é produzida através do método de produção, em que a amina primária alifática

insaturada tem uma taxa de conversão de amina, expressa pela fórmula (1) a seguir, de 95% ou mais e tem uma taxa de retenção de valor de iodo, expressa pela fórmula (2) a seguir, de 95% ou mais:

Fórmula (1):

$$\text{Taxa de conversão de amina (\%)} = \frac{(\text{valor de amina encontrado de amina primária alifática insaturada})}{(\text{valor de amina teórico de amina primária alifática insaturada})} \times 100$$

Fórmula (2):

$$\text{Taxa de retenção de valor de iodo (\%)} = \frac{(\text{valor de iodo de amina primária alifática insaturada}) \times (\text{peso molecular de amina})}{(\text{valor de iodo de nitrila alifática insaturada}) \times (\text{peso molecular de nitrila})} \times 100$$