



19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 362 302**

51 Int. Cl.:  
**C07C 253/34** (2006.01)  
**C07C 255/24** (2006.01)  
**C07C 255/25** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **06754975 .8**  
96 Fecha de presentación : **03.05.2006**  
97 Número de publicación de la solicitud: **1883623**  
97 Fecha de publicación de la solicitud: **06.02.2008**

54 Título: **Procedimiento para el aislamiento de metilglicin-nitrilo-N,N-diacetonitrilos a partir de una mezcla acuosa cruda.**

30 Prioridad: **06.05.2005 DE 10 2005 021 056**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**01.07.2011**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**01.07.2011**

73 Titular/es: **BASF SE**  
**67056 Ludwigshafen, DE**

72 Inventor/es: **Ofring, Alfred;**  
**Judat, Bernd;**  
**Rauls, Matthias y**  
**Friese, Katrin**

74 Agente: **Carvajal y Urquijo, Isabel**

ES 2 362 302 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 el aislamiento de metilglicin-nitrilo-N,N-diacetonitrilos a partir de una mezcla acuosa cruda

La invención se refiere a un procedimiento para el aislamiento de metilglicin-nitrilo-N,N-diacetonitrilo a partir de una mezcla cruda acuosa, como se produce en la obtención de metilglicin-nitrilo-N,N-diacetonitrilo.

5 Los aminopolifosfonatos empleados frecuentemente como complejantes en detergentes domésticos, o aminopolicarboxilatos, como ácido etilendiaminotetraacético (EDTA), son biodegradables sólo en medida reducida. Constituyen una alternativa económica los derivados de ácido glicín-N,N-diacético, como el ácido metilglicín-N,N-diacético (MGDA), que no es tóxico, y es convenientemente biodegradable. El empleo de MGDA y de derivados de ácido glicín-N,N-diacético análogos en agentes de limpieza, así como sus síntesis, se describen en la WO-A  
10 94/29421 y la US 5 849 950. Para una producción económica de derivados de ácido glicín-N,N-diacético se plantean requisitos elevados en el rendimiento de pasos de síntesis aislados y pureza de productos intermedios aislados.

MGDA se obtiene mediante reacción de iminodiacetonitrilo con acetaldehído o ácido cianhídrico, o de alfa-alanin-nitrilo con formaldehído y ácido cianhídrico, e hidrólisis alcalina de MGDN obtenido como producto intermedio con hidróxido sódico, obteniéndose la sal trisódica de MGDA. Para conseguir altos rendimientos en MGDA es deseable  
15 aislar MGDN como producto intermedio, y emplear el mismo como sustancia pura en el paso de hidrólisis subsiguiente. En la US 5 849 950, ejemplo 2, mediante refrigeración de la mezcla de productos se cristaliza MGDN a partir de la mezcla de productos crudos de reacción de HCN, formaldehído y alanin-nitrilo, que se genera en un paso previo in situ a partir de acetaldehído, HCN y amoniaco.

La mezcla cruda acuosa que contiene MGDN puede contener una serie de componentes secundarios. Si se obtiene  
20 MGDN mediante reacción de Strecker controlada por pH, o de iminodiacetonitrilo (IDN) con acetaldehído y ácido cianhídrico, se puede emplear IDN como materia prima cristalina, o bien se puede generar mediante reacción controlada por pH de urotropina con HCN en disolución acuosa, y emplear sin aislamiento para dar MGDN. Como componentes secundarios, la mezcla cruda acuosa de MGDN contiene entonces sulfato amónico, cianhidrina de acetaldehído, cianhidrina de formaldehído, metilen-bis-iminodiacetonitrilo (MBIDN), nitrilotriacetoneitrilo (NTN), así  
25 como eductos no transformados.

MGDN posee una solubilidad en agua fuertemente dependiente de la temperatura. De este modo, a 10°C se puede disolver sólo aproximadamente un 0,5 % en peso de MGDN en agua, o en una disolución acuosa de sulfato amónico. A aproximadamente 60°C, la solubilidad asciende aproximadamente a un 5 % en peso. Por encima de aproximadamente 60°C se presenta una emulsión de MGDN y su disolución acuosa con más de un 5 % en peso de  
30 MGDN disuelto. No es conocido un diagrama de fases del sistema agua-MGDN.

Debido a la fuerte dependencia con la temperatura de la solubilidad de MGDN en agua, se puede aislar MGDN mediante cristalización por refrigeración y subsiguiente separación sólido/líquido a partir de su disolución acuosa. En el enfriamiento de una disolución o emulsión acuosa de MGDN precipita MGDN como producto sólido en forma de  
35 cristales finos aciculares, que se aglomeran. Las aguas madre incluidas en los aglomerados contienen como impurezas todos los componentes secundarios de la síntesis de MGDN, de modo que el cristalizado húmedo separado mediante filtración presenta un color marrón oscuro. En la cristalización por refrigeración se producen además incrustaciones en las paredes del cristalizador.

Es tarea de la invención poner a disposición un procedimiento mejorado para la separación de MGDN a partir de las mezclas acuosas de productos crudos producidas en su obtención.

40 El problema se soluciona mediante un procedimiento para el aislamiento de metilglicin-nitrilo-N,N-diacetonitrilo (MGDN) a partir de una emulsión acuosa que contiene MGDN con un contenido en MGDN de un 3 - 50 % en peso en un cristalizador, con los pasos:

(a) partiendo de una temperatura por encima del punto de solidificación, la emulsión acuosa se enfría a una temperatura por debajo del punto de solidificación, no sobrepasando la velocidad de refrigeración en media temporal  
45 5 K/h, hasta que esencialmente la cantidad total de MGDN emulsionado se ha solidificado,

(b) la suspensión acuosa obtenida se enfría y/o se concentra adicionalmente, pudiendo ser la velocidad de enfriamiento mayor que en el paso (a).

Es esencial que en el paso (a) la mezcla de productos crudos que contiene MGDN, que se presenta como fase continua acuosa por encima del punto de solidificación de MGDN como emulsión de MGDN como fase orgánica dispersa en una disolución acuosa saturada de MGDN como fase continua acuosa, se enfría apenas muy lentamente en media temporal, es decir, con una velocidad de enfriamiento reducida (expresada en K/h) bajo el punto de solidificación. El punto de solidificación es aquella temperatura a la que solidifica MGDN de pureza dada,  
50

es decir, las gotitas de MGDN emulsionadas en la fase acuosa también solidifican. Este punto, dependiendo del tipo y cantidad de impurezas contenidas en MGDN, puede variar en algunos °C, y se sitúa en aproximadamente 65°C para MGDN puro.

5 La velocidad de enfriamiento en el paso (a) es en media temporal  $\leq 5$  K/h, preferentemente  $\leq 3$  K/h. La velocidad de enfriamiento puede ser arbitraria en principio, para fines prácticos asciende generalmente de 1 K/h a 5 K/h. La velocidad de enfriamiento momentánea puede ser constante o variar, en tanto hasta el momento en el que prácticamente la cantidad total de MGDN emulsionado ha pasado de estado líquido a estado sólido (cristalino) se ha formado una suspensión a partir de la emulsión, la velocidad de enfriamiento en media temporal no sobrepasa el valor límite indicado. A modo de ejemplo, la emulsión se puede enfriar rápidamente con una velocidad que sobrepasa claramente el valor límite indicado de manera momentánea, y a continuación se enfría adicionalmente con una velocidad de enfriamiento bastante más reducida, que se sitúa claramente por debajo del valor límite indicado, o a continuación se mantiene esencialmente constante la temperatura durante un intervalo de tiempo, y hasta que se ha solidificado prácticamente el MGDN emulsionado total. A modo de ejemplo, la emulsión se puede enfriar "rápidamente", por ejemplo con una velocidad de enfriamiento momentánea de  $> 5$  K/h, a una temperatura hasta 10°C por debajo del punto de solidificación, a lo que sigue un "tiempo de mantenimiento" durante el cual la temperatura se mantiene esencialmente constante, hasta que se ha solidificado prácticamente el MGDN total emulsionado. A modo de ejemplo, este tiempo de mantenimiento puede ascender de 0,5 a 2 h.

El enfriamiento de la emulsión acuosa en el paso (a) se puede efectuar mediante evaporación de agua y/o mediante descarga de calor a través de la pared del cristizador.

20 En el paso subsiguiente (b) se enfría y/o concentra adicionalmente la suspensión acuosa obtenida, pudiendo ser la velocidad de enfriamiento mayor en el paso (a).

Mediante el enfriamiento lento de la suspensión en el paso (a) se asegura que el MGDN emulsionado se haya solidificado ya y se presente en forma cristalina antes de llegar a cristalización de MGDN disuelto a partir de la disolución mediante enfriamiento adicional de la mezcla de MGDN/agua en extensión digna de mención. Por lo tanto se separan en el tiempo la solidificación de MGDN emulsionado y la cristalización de MGDN disuelto de la disolución. De este modo se suprime sensiblemente una nueva formación de gérmenes de cristalización, mediante lo cual se evita la formación de fracción fina. La cristalización de MGDN de la disolución se efectúa de modo completamente predominante en los cristales groseros de MGDN ya presentes. Este efecto no se produce si mediante enfriamiento demasiado rápido de las gotitas de MGDN emulsionadas y cristalización de MGDN disuelto se efectúan esencialmente de manera simultánea.

Preferentemente, durante el proceso de cristalización se evapora agua de la mezcla acuosa al menos parcialmente, pudiendo ir acompañado este proceso de evaporación de un enfriamiento y/o concentración de la mezcla. Mediante la evaporación, de manera sensiblemente adyacente a la interfase espacio líquido/gas de la mezcla acuosa se produce una zona de sobresaturación, en la que se llega a la cristalización de MGDN de la disolución de manera acrecentada. Si se forman otros gérmenes de cristalización, estos se forman sólo en la zona relativamente delgada de sobresaturación en la proximidad a la interfase, de modo que se limita su número. Estos se transportan a continuación al interior de la suspensión, donde crecen adicionalmente en el caso de sobresaturación apenas reducida.

40 Enfriamiento mediante evaporación de agua es preferente al enfriamiento mediante descarga de calor a través de la pared del depósito, en tanto sea aún posible técnicamente sin problema un enfriamiento por evaporación. De este modo se evita también que precipiten cristales de MGDN en la pared del cristizador, y se llegue a la incrustación de la pared del cristizador. En general es posible un enfriamiento por evaporación hasta una temperatura de la mezcla acuosa de aproximadamente 30°C.

45 Se puede enfriar la mezcla y mantener esencialmente constante la fracción de agua de la mezcla. La mezcla se enfría mediante la extracción de calor mediante el proceso de evaporación si el proceso de evaporación se lleva a cabo por vía sensiblemente (o al menos parcialmente) adiabática. La fracción de agua de la mezcla de MGDN se mantiene sensiblemente constante condensándose el vapor de agua y recirculándose a la mezcla (trabajo con "reflujo total"). La evaporación se provoca mediante reducción de presión a una presión por debajo de la presión parcial de vapor de agua de la mezcla a la temperatura respectiva. Alternativamente se puede concentrar la mezcla mediante evaporación de agua, manteniéndose la temperatura esencialmente constante, es decir, llevándose a cabo el proceso de evaporación por vía esencialmente isotérmica.

55 La mezcla se puede tanto enfriar, como también concentrar, mediante evaporación de agua. Estos dos procesos se pueden llevar a cabo de manera simultánea o sucesiva. Ambos procesos tienen lugar simultáneamente, si el proceso de evaporación se lleva a cabo por vía adiabática, y el agua evaporada no se substituye completamente, es decir, por ejemplo si se trabaja sólo con reflujo parcial del agua condensada o sin reflujo. No obstante, también se

puede llevar a cabo, por ejemplo, en primer lugar una evaporación isotérmica bajo aumento de concentración, y a continuación una evaporación adiabática, pudiéndose trabajar con reflujo total, parcial, o sin reflujo.

5 En una forma de ejecución del procedimiento según la invención, en el paso (b) se enfría mediante enfriamiento por evaporación, llevándose a cabo el mismo hasta que la temperatura de la mezcla ha descendido al menos a 30°C. Además es preferente descargar calor a través de la pared del cristalizador, tan pronto se sobrepase una temperatura que se sitúa en aproximadamente 30°C o por debajo. Además es preferente mantener en el paso (b) una velocidad de refrigeración que asciende en media temporal al menos a 5 K/h, preferentemente  $\leq 7,5$  K/h, en especial en el intervalo de 10 a 30 K/h.

10 En el paso (b) se enfría preferentemente a una temperatura por debajo de 20°C. De este modo se alcanza una cristalización sensible de MGDN disuelto.

15 Según la invención se forman cristales mayores en suma. No obstante, a éste se adhieren menos aguas madre, en especial no se pueden "incluir" aguas madre en aglomerados de cristales ultrafinos, o bien las aguas madre adheridas se pueden separar fácilmente, por ejemplo mediante filtración o centrifugado simple. El gasto de limpieza se reduce considerablemente de este modo. También se evita eficazmente una incrustación de las paredes del cristalizador.

20 La concentración de MGDN de la mezcla acuosa de productos crudos asciende en general a un 3 hasta un 50 % en peso, preferentemente a un 15 hasta un 40 % en peso, de modo especialmente preferente un 20 a un 35 % en peso. Un contenido en MGDN disuelto de un 1 % en peso corresponde a una temperatura de cristalización de aproximadamente 20°C, un contenido en MGDN disuelto de un 5 % en peso corresponde a una temperatura de cristalización de aproximadamente 55°C. A 10°C, la solubilidad en agua de MGDN asciende aún aproximadamente a un 0,5 % en peso.

25 En el caso de contenidos en MGDN de la mezcla apenas reducidos, en general hasta un 10 % en peso, al comienzo del proceso de cristalización puede ser conveniente llevar a cabo un denominado "ciclo de inoculación", es decir, calentar la mezcla de nuevo algunos °C, para disolver otra vez una parte de cristales formados, y enfriar nuevamente a continuación.

En una forma de ejecución del procedimiento según la invención, en el paso (b) se concentra la mezcla acuosa mediante evaporación de agua, manteniéndose esencialmente constante la temperatura de la mezcla. Esta variante se puede denominar también "cristalización por evaporación isotérmica".

30 En otra forma de ejecución del procedimiento según la invención, el paso (b) comprende tanto enfriamiento, como también concentración de la mezcla acuosa, pudiéndose efectuar ambos pasos de manera simultánea o sucesiva. En una variante preferente de esta forma de ejecución se lleva a cabo una cristalización por enfriamiento en vacío con reflujo sólo parcial del vapor de agua condensado, o sin reflujo.

35 La ejecución del cristalizador, en el que se lleva a cabo el procedimiento según la invención, es arbitraria. En este caso se puede tratar, por ejemplo, de un cristalizador de caldera de agitación, circulación forzada, tubo guía o lecho fluidizado, a modo de ejemplo de tipo Oslo. El procedimiento según la invención se puede llevar a cabo de manera discontinua, semicontinua o continua. Preferentemente se lleva a cabo de manera discontinua, a modo de ejemplo en un cristalizador de caldera de agitación.

40 La separación del cristalizado mediante separación sólido/líquido se puede efectuar con cualquier aparato de separación sólido/líquido, por ejemplo un embudo de filtración, un filtro giratorio, un filtro de banda, una centrífuga de empuje, una centrífuga de descortezado, o similares. El cristal separado se puede lavar a continuación, a modo de ejemplo con agua o la mezcla de partida de cristalización como líquido acuoso.

La mezcla acuosa de productos crudos que contiene MGDN, a partir de la cual se aísla MGDN en el procedimiento según la invención, se obtiene generalmente mediante

45 1. Reacción de iminodiacetonitrilo (IDN) con HCN y acetaldehído en disolución acuosa. Iminodiacetonitrilo se puede obtener en una etapa previa a partir de urotropina y ácido cianhídrico, o a partir de cianhidrina de formaldehído y amoniaco como emulsión acuosa.

2. Reacción de alanin-nitrilo con HCN y formaldehído en disolución acuosa. Alanin-nitrilo se puede obtener en una etapa previa a partir de acetaldehído, HCN y amoniaco, o cianhidrina de acetaldehído y amoniaco.

Preferentemente se obtiene una mezcla acuosa de productos crudos que contienen MGDN como sigue:

1a. Iminodiacetonitrilo (IDN) se obtiene mediante reacción de urotropina, que se puede generar in situ a partir de amoníaco y formaldehído, con ácido cianhídrico a un valor de pH de 5,5 a 6,3, preferentemente de 5,7 a 6,1, de modo especialmente preferente de 5,8 a 6,0, y a una temperatura en el intervalo de 20 a 90°C, preferentemente de 25 a 80°C. La proporción molar amoníaco : formaldehído : ácido cianhídrico asciende en general a 1 : 1,5 : 1,5 - 1,9, la concentración de IDN en la emulsión acuosa obtenida asciende en general a un 15-40 % en peso, preferentemente un 20-35 % en peso. A continuación se ajusta el valor de pH de la emulsión acuosa de IDN con ácido mineral a 2-1,0, preferentemente 1,8-1,5, de modo especialmente preferente 1,8-1,7. La emulsión de IDN acidificada se hace reaccionar entonces con acetaldehído y ácido cianhídrico para dar MGDN. La proporción molar IDN : acetaldehído : HCN asciende en general a 1 : 1-1,2 : 1-1,2, preferentemente 1 : 1,0-1,1 : 1,1-1,2, la temperatura en la reacción asciende en general a 40-90°C, preferentemente 50-80°C. La concentración de MGDN de la emulsión acuosa obtenida asciende en general a un 20-50 % en peso, preferentemente a un 25-40 % en peso. La emulsión acuosa se diluye preferentemente antes de la puesta en práctica de la cristalización con agua a un contenido en MGDN de un 15-40 % en peso, preferentemente un 20-35 % en peso.

15 IDN se puede obtener también mediante reacción de cianhidrina de formaldehído con amoníaco. Alternativamente se puede partir de IDN cristalino como educto, que se emulsiona en agua.

2a. Alfa-alanin-nitrilo (AN) se obtiene mediante reacción de amoníaco excedente con acetaldehído y HCN o mediante reacción de cianhidrina de acetaldehído con amoníaco excedente, pudiéndose emplear amoníaco como disolución acuosa, en forma gaseosa o líquida. La reacción se puede llevar a cabo bajo presión. El amoníaco excedente se destila preferentemente en vacío. El AN crudo se hace reaccionar con formaldehído y ácido cianhídrico para dar MGDN. A tal efecto se ajusta el valor de pH de la disolución acuosa de AN con ácido mineral a 2-1,0, preferentemente a 1,8-1,5, de modo especialmente preferente a 1,8-1,7. La proporción molar AN : formaldehído : HCN asciende en general a 1 : 1,0 -1,2 : 1,0-1,2, la temperatura en la reacción asciende en general a 40-90°C, preferentemente a 50-80°C. La concentración de MGDN de la emulsión acuosa obtenida asciende en general a un 20-50 % en peso, preferentemente a un 25-40 % en peso. Antes de la puesta en práctica de la cristalización, la emulsión acuosa se diluye con agua preferentemente a un contenido en MGDN de un 15-40 % en peso, preferentemente un 20-35 % en peso.

La invención se explica más detalladamente mediante los siguientes ejemplos

### 30 Ejemplos

Obtención de una emulsión cruda acuosa de MGDN

#### Ejemplo 1

IDN se obtiene mediante reacción de una disolución de 173,9 g (1,241 moles) de urotropina en 535 g de agua con 210,9 g (7,814 moles) de ácido cianhídrico. Para la regulación del valor de pH a 5,8-5,9 se añaden con dosificación en total 188 g de ácido sulfúrico al 50 % en peso. Resultan 1090 g de una disolución acuosa, que contiene 336,3 (3,54 moles) de IDN contiene (95 % de rendimiento, referido a formaldehído). El valor de pH de la disolución se ajusta mediante adición de 60 g (0,306 moles) de ácido sulfúrico a 1,8 y su temperatura se ajusta a 60°C. A continuación se añaden con dosificación en el intervalo de 75 minutos 105,1 g (3,894 moles) de HCN y 171,6 g (3,894 moles) de acetaldehído. La temperatura aumenta a aproximadamente 80°C. Se agita adicionalmente 60 minutos más a 80°C. El valor de pH desciende durante la adición de reactivos y durante la reacción subsiguiente a aproximadamente 1,2. Resultan aproximadamente 1440 g de una emulsión de MGDN al 36 % en peso, que contiene 515 g de MGDN (3,469 moles; 98 % de rendimiento, referido a IDN).

Aislamiento de MGDN a partir de la emulsión cruda

#### Ejemplo comparativo

45 En un recipiente de agitación de camisa doble de 1 l de vidrio como cristizador se disponen 1120 g de una emulsión acuosa al MGDN al 8 % en peso a 70°C bajo agitación. A través del líquido de temperado en la camisa doble se enfría la disolución a 61°C. En este caso se producen muchos gérmenes de cristalización. Tras calentamiento a 64°C, apenas por debajo del punto de solidificación desaparece una parte de estos gérmenes de nuevo. A continuación se enfría a 10°C bajo agitación con una velocidad de refrigeración de 10 K/h mediante refrigeración de agua salina. El cristalizado precipitado se separa con un embudo de filtración. Como es visible bajo el microscopio (figura 1), además de cristales aciculares aproximadamente de 100 µm de longitud, el cristalizado contiene predominantemente fracción fina de un tamaño < 10 µm. Ya que los cristales tienen a la aglomeración y entre los cristales se adhieren aguas madre, el cristalizado húmedo adopta la coloración fuertemente marrón de las aguas madre. Las paredes del depósito del cristizador presentan incrustaciones fuertes.

**Ejemplo 2**

5 En el recipiente de agitación de camisa doble de 1 l se dispone una emulsión acuosa de MGDN al 22 % en peso a 70°C. A través del líquido de temperado en la camisa doble se enfría la disolución a 57°C. En este caso se forman gérmenes de cristalización. Mediante calentamiento a 58°C se disuelve de nuevo una parte de producto sólido formado. A continuación se aplica vacío y se evapora agua con una velocidad de evaporación de 250 g/h a 58°C y 170 mbar durante dos horas. Después se reduce adicionalmente la presión en el cristalizador a 40 mbar. El vapor de agua extraído se condensa ahora, y vuelve completamente al cristalizador como condensado. En el intervalo de otras 2,5 horas se enfría la suspensión con una velocidad de 20 K/h de 30°C a una temperatura final de 10°C

10 mediante enfriamiento con agua salina de la pared del depósito. La suspensión fría formada se filtra con un embudo de filtración. La torta de filtración húmeda, beige, se lava con 1,5 veces la cantidad de agua, tras la cual la misma adopta un color ligeramente amarillento. El análisis del índice de color de una disolución al 1 % en peso de cristalizado obtenido en acetonitrilo proporciona un índice de color según Hazen de 48. Como es identificable bajo el microscopio (figura 2), una gran parte de cristalizado está constituido por cristales gruesos, aciculares, de 100 a 200 µm de longitud y 20 a 40 µm. No se puede identificar fracción fina con un tamaño < 1 µm.

**15 Ejemplo 3**

En el cristalizador del ejemplo 1 se disponen 1300 g de una emulsión acuosa de MGDN al 30 % en peso a 70°C. Después de pasar a un nivel inferior del punto de solidificación y una fase de mantenimiento de 40 min a 60°C, la disolución se enfría a 10°C mediante evaporación a una presión de 170 a 40 mbar, y con reflujo total del vapor de agua condensado, con una velocidad de 12,5 K/h en el intervalo de 4 horas. A partir de aproximadamente 30°C, en este caso se extrae el calor mediante enfriamiento con disolución salina a través de la camisa doble del cristalizador.

20 La suspensión se carga en una centrífuga de vaso de tamizado y se centrifuga a 2000 min<sup>-1</sup>. Se obtiene un cristalizado beige claro. Bajo el microscopio (figura 3) son identificables cristales gruesos, aciculares, con una longitud de hasta 1 mm y un grosor de hasta 100 µm. No es identificable fracción fina con un tamaño < 1 µm. El análisis del índice de color de una disolución al 1 % en peso de cristalizado en acetonitrilo según Hazen da por

25 resultado un valor de índice de color de 65.

**REIVINDICACIONES**

- 1.- Procedimiento para el aislamiento de metilglicin-nitril-N,N-diacetonitrilo (MGDN) a partir de una emulsión acuosa que contiene MGDN con un contenido en MGDN de un 3 - 50 % en peso en un cristalizador, con los pasos:
- 5 (a) partiendo de una temperatura por encima del punto de solidificación, la emulsión acuosa se enfría a una temperatura por debajo del punto de solidificación, no sobrepasando la velocidad de refrigeración en media temporal 5 K/h, hasta que esencialmente la cantidad total de MGDN emulsionado se ha solidificado,
- (b) la suspensión acuosa obtenida se enfría y/o se concentra adicionalmente, pudiendo ser la velocidad de enfriamiento mayor que en el paso (a).
- 10 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque en el paso (a) se enfría la mezcla acuosa mediante evaporación de agua y/o mediante descarga de calor a través de la pared del cristalizador.
- 3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque en el paso (b) se enfría y/o se concentra la mezcla acuosa mediante evaporación de agua.
- 4.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque en el paso (b) se descarga calor a través de la pared del cristalizador por debajo de una temperatura de  $\leq 30^{\circ}\text{C}$ .
- 15 5.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque en el paso (b) la velocidad de enfriamiento asciende al menos a 5 K/h en media temporal.
- 6.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque en el paso (b) se enfría a una temperatura por debajo de  $20^{\circ}\text{C}$ .
- 20 7.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque la mezcla cruda que contiene MGDN se obtiene mediante reacción de metilglicin-nitrilo con HCN y formaldehído.

FIG.1

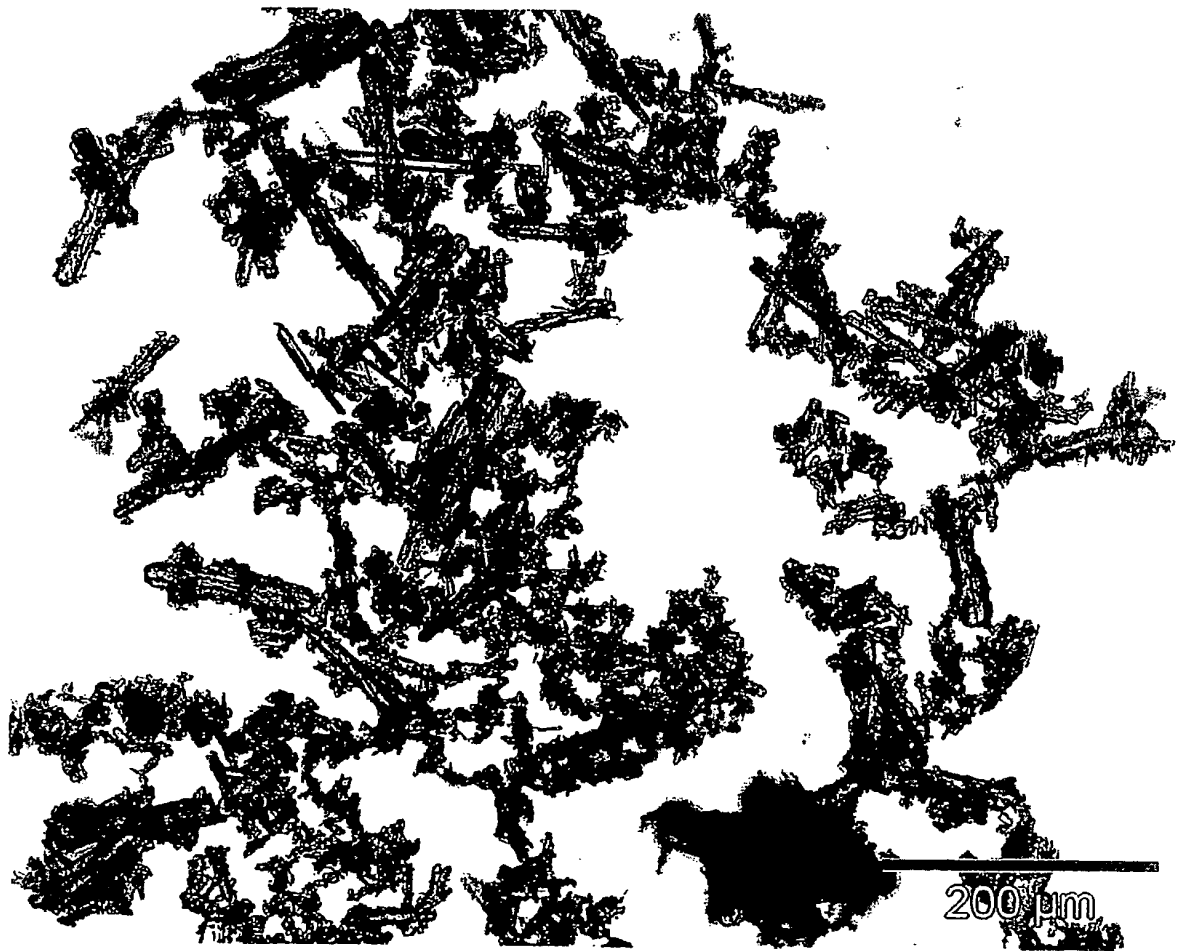




FIG.2

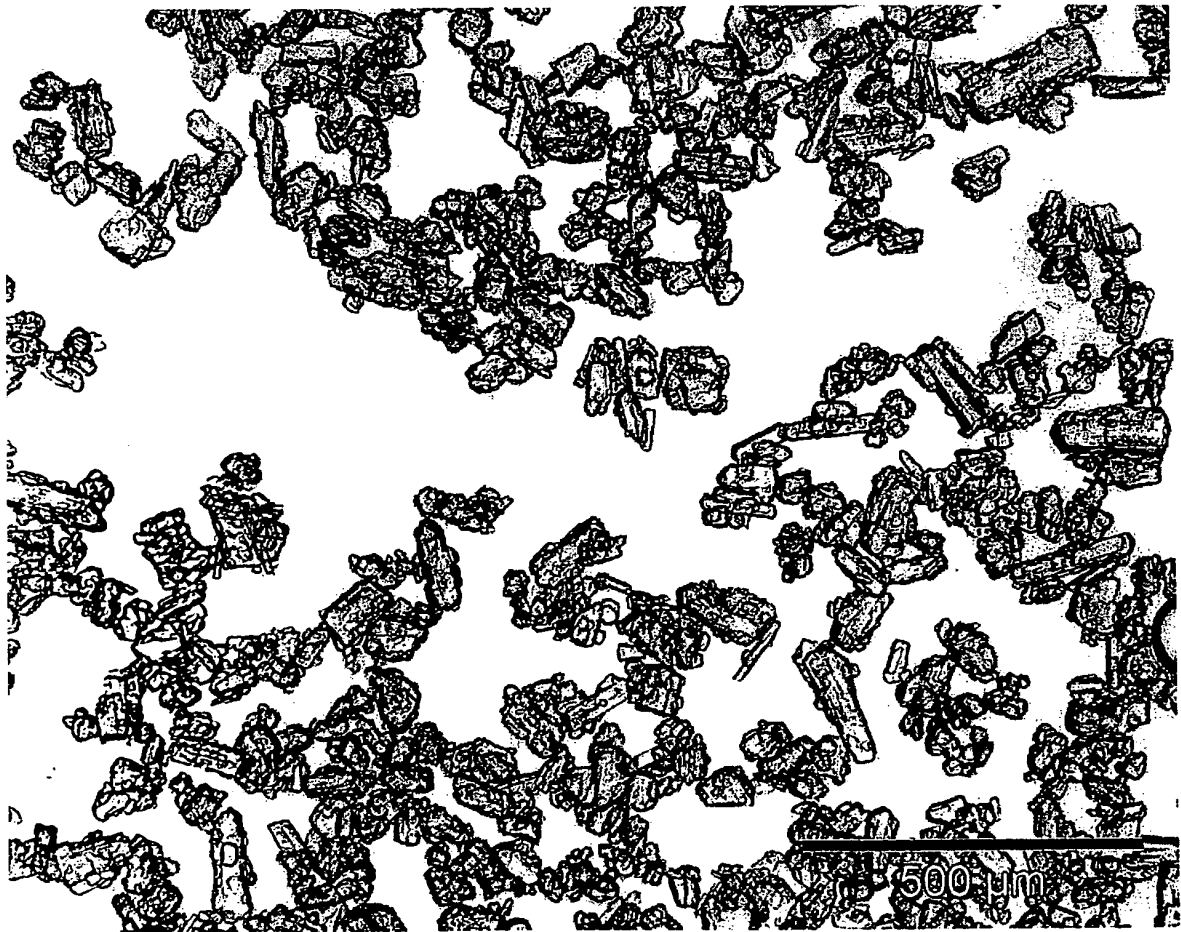


FIG.3

