

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 416 058**

51 Int. Cl.:

C07D 207/267 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **26.11.2008 E 08856062 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **05.06.2013 EP 2229357**

54 Título: **Procedimiento para la obtención de N-vinilpirrolidona a partir de pirrolidona exenta de lactona**

30 Prioridad:

07.12.2007 EP 07122636

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

30.07.2013

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**STAFFEL, WOLFGANG;
KÄSHAMMER, STEFAN;
KESSINGER, ROLAND;
VOGELANG, REGINA;
PAUL, AXEL y
TUTTELBERG, LEMBIT**

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 416 058 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).

DESCRIPCION

Procedimiento para la obtención de N-vinilpirrolidona a partir de pirrolidona exenta de lactona

5 La invención se refiere a un procedimiento para la obtención de N-vinilpirrolidona mediante reacción de 2-pirrolidona con acetileno, que está caracterizado porque la 2-pirrolidona empleada como material de partida (a continuación llamada 2-pirrolidona de partida) contiene menos de 1 parte en peso de γ -butirolactona sobre 100 partes en peso de 2-pirrolidona.

10 N-vinilpirrolidona se obtiene técnicamente mediante vinilación de 2-pirrolidona con acetileno. A su vez, la 2-pirrolidona (γ -butirolactama) es obtenible mediante reacción de butirolactona con amoníaco, como se describe, por ejemplo, en la DE-A 1 795 007. Por lo tanto, la 2-pirrolidona empleada en la obtención de N-vinilpirrolidona contiene en general cantidades residuales de γ -butirolactona.

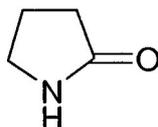
Era tarea de la presente invención un procedimiento para la obtención de N-vinilpirrolidona con rendimientos espacio-tiempo elevados, y los mayores rendimientos posibles en N-vinilpirrolidona.

Por consiguiente, se encontró el procedimiento definido al inicio.

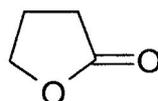
Las sustancias de partida para el procedimiento son 2-pirrolidona y acetileno.

15 La 2-pirrolidona empleada en el procedimiento según la invención se denomina a continuación 2-pirrolidona de partida.

2-pirrolidona se denomina también γ -butirolactama, y es el compuesto conocido de la fórmula



20 Como 2-pirrolidona de partida, según la invención se emplea una sustancia de partida que contiene menos de 1 parte en peso, preferentemente menos de 0,5 partes en peso, y de modo especialmente preferente menos de 0,3, en especial menos de 0,15, y de modo muy especialmente preferente menos de 0,1 partes en peso de γ -butirolactona de la fórmula



sobre 100 partes en peso de 2-pirrolidona.

25 γ -butirolactona se puede eliminar posteriormente a partir de 2-pirrolidona en la medida deseada. Alternativamente, ya la obtención de 2-pirrolidona se puede efectuar de modo que la 2-pirrolidona obtenida no contenga mas que las cantidades de γ -butirolactona indicadas anteriormente. En el mercado se pueden adquirir 2-pirrolidonas con los contenidos máximos en γ -butirolactona indicados anteriormente.

30 Las 2-pirrolidonas de partida apropiadas pueden contener otras impurezas o productos secundarios, pero, si acaso, preferentemente contienen las mismas sólo en cantidades reducidas.

La 2-pirrolidona de partida apropiada puede contener sobre 100 partes en peso de 2-pirrolidona, en caso dado, los siguientes componentes adicionales:

0 a 2 partes en peso, en especial 0 a 1 parte en peso, de modo especialmente preferente 0 a

0,1 partes en peso de agua, y

35 0 a 2 partes en peso, en especial 0 a 1 parte en peso, de modo especialmente preferente 0 a

0,1 partes en peso de metilpirrolidona.

ES 2 416 058 T3

La 2-pirrolidona de partida está constituida preferentemente por 2-pirrolidona en más de un 97 % en peso, en especial en más de un 98 % en peso, de modo especialmente en más de un 98,5 % en peso, y de modo muy especialmente preferente en más de un 99 % en peso, en especial en más de un 99,5 % en peso, o bien en más de un 99,7 % en peso.

- 5 También el acetileno empleado puede contener, en caso dado, productos secundarios e impurezas. En especial, el acetileno apropiado puede contener, en caso dado sobre 100 partes de acetileno, hasta 2 partes en peso, en especial hasta 1 parte en peso de propino.

La reacción de la 2-pirrolidona de partida con acetileno se efectúa preferentemente en presencia de un catalizador.

Como catalizador han dado buen resultado en especial pirrolidatos de metal alcalino.

- 10 A tal efecto se hace reaccionar preferentemente 2-pirrolidona de partida en primer lugar con un hidróxido alcalino o alcoholato alcalino. Por ejemplo se puede tratar de un hidróxido de litio, sodio o potasio; es especialmente preferente hidróxido potásico.

- 15 El hidróxido alcalino se emplea preferentemente en forma de una disolución acuosa. El contenido en hidróxido alcalino puede ascender, por ejemplo, a un 5 hasta un 90 % en peso, referido a la disolución; en especial asciende a un 30 hasta un 60 % en peso, de modo especialmente preferente un 45 a un 55 % en peso.

La reacción con el hidróxido alcalino se efectúa preferentemente a temperaturas de 50 a 250°C y 1 mbar a 1 bar, en especial a 20 hasta 250°C. La temperatura en la cabeza de la columna asciende preferentemente a 20 hasta 100, en especial 25 a 60°C; la temperatura en la cola de la columna asciende preferentemente a 100 hasta 250°C, en especial 120 a 200°C.

- 20 Esta reacción se realiza preferentemente de manera semicontinua o continua. De modo especialmente preferente se realiza de manera continua.

La reacción se efectúa preferentemente en una columna, de modo especialmente preferente en una columna de cuerpos de relleno o columna de empaquetadura, que se acciona a las anteriores temperaturas y presiones. Esta se acciona preferentemente de manera continua.

- 25 Son especialmente preferentes columnas que contienen tanto cuerpos de relleno, como también empaquetaduras, por ejemplo en cargas de cuerpos de relleno en la parte inferior, y elementos de empaquetadura en la parte superior (por ejemplo chapas de acero incorporadas).

La columna tiene preferentemente al menos dos, de modo especialmente preferente al menos 3 platos teóricos. Esta puede contener, por ejemplo, 2 a 100, en especial 3 a 20 platos teóricos.

- 30 El hidróxido alcalino y 2-pirrolidona se añaden preferentemente en el tercio superior, de modo especialmente preferente en el cuarto superior de la columna.

El tiempo de residencia medio de hidróxido alcalino y de 2-pirrolidona de partida en la zona de reacción, o bien en la columna, es menor que 6 minutos, en especial menor que 5 minutos, de modo especialmente preferente asciende a 50 hasta 200 segundos.

- 35 En la reacción se forma la correspondiente sal alcalina, es decir, el pirrolidato alcalino, preferentemente pirrolidato potásico.

La cantidad de hidróxido alcalino se selecciona preferente de modo que se presenta un 0,25 a un 25 % en peso, preferentemente un 5 a un 20 % en peso de 2-pirrolidona como pirrolidato, o bien pirrolidato potásico.

- 40 El producto de reacción se puede extraer continuamente en la parte inferior de la columna o en la cola de la columna. A continuación se efectúa la reacción con acetileno, preferentemente en un recipiente de reacción separado.

La sal alcalina cataliza la subsiguiente reacción con acetileno (vinilación). La descarga de la anterior columna se puede mezclar con 2-pirrolidona de partida adicional.

La 2-pirrolidona empleada para la vinilación se presenta como pirrolidato preferentemente en un 0,25 a un 10 % en peso, en especial un 1,5 a un 6 % en peso.

La subsiguiente vinilación con acetileno se puede efectuar igualmente de manera discontinua, semicontinua o continua.

La vinilación se efectúa preferentemente de manera continua.

5 La reacción con acetileno se efectúa preferentemente a temperaturas de 120 a 220, de modo especialmente preferente a 140 hasta 170°C, y preferentemente a presiones de 1,0 a 25, y de modo especialmente preferente a 10 hasta 20.

10 Mediante el procedimiento según la invención se puede obtener N-vinilpirrolidona en rendimiento y pureza elevados. Por el contrario, el empleo de 2-pirrolidona de partida, que contiene más de 1 parte en peso de γ -butirolactona sobre 100 partes en peso de 2-pirrolidona, muestra rendimientos bastante peores. La reducción del rendimiento en vinilpirrolidona supera el simple contenido en γ -butirolactona que no se vinila. Por lo tanto, la presencia de más de 1 parte en peso de γ -butirolactona reduce de modo no evidente y desproporcionado el rendimiento en vinilpirrolidona.

Ejemplos

Ejemplo 1

15 Se dispusieron 85,1 g (1 mol) de 2-pirrolidona y 2,05 g (30 mmoles) de metanolato potásico y se separó por destilación metanol en vacío. Se sometieron a vinilación durante 1 h 30 g de carga obtenida de este modo a 150°C y 20 bar de acetileno. El rendimiento en N-vinilpirrolidona (NVP) ascendía a un 69 % de la teoría (determinado mediante cromatografía de gases).

Ejemplo comparativo 1

20 Se dispusieron 85,1 g (1 mol) de 2-pirrolidona, 2,05 g (30 mmoles) de metanolato potásico y 2,58 g (30 mmoles) de γ -butirolactona, y se separó por destilación metanol en vacío. Se sometieron a vinilación durante 1 h 30 g de carga obtenida de este modo a 150°C y 20 bar de acetileno. El rendimiento en N-vinilpirrolidona (NVP) ascendía a un 49 % de la teoría.

Ejemplo comparativo 2

25 Se dispusieron 85,1 g (1 mol) de 2-pirrolidona, 2,05 g (30 mmoles) de metanolato potásico y 1,29 g (150 mmoles) de γ -butirolactona, y se separó por destilación metanol en vacío. Se sometieron a vinilación durante 1 h 30 g de carga obtenida de este modo a 150°C y 20 bar de acetileno. El rendimiento en N-vinilpirrolidona (NVP) ascendía a un 52 % de la teoría.

Ejemplo 2

30 Se dispusieron 85,1 g (1 mol) de 2-pirrolidona, 2,05 g (30 mmoles) de metanolato potásico y 0,26 g (3 mmoles) de γ -butirolactona, y se separó por destilación metanol en vacío. Se sometieron a vinilación durante 1 h 30 g de carga obtenida de este modo a 150°C y 20 bar de acetileno. El rendimiento en N-vinilpirrolidona (NVP) ascendía a un 66 % de la teoría.

REIVINDICACIONES

- 1.- Procedimiento para la obtención de N-vinilpirrolidona mediante reacción de 2-pirrolidona con acetileno, caracterizado porque la 2-pirrolidona empleada como substancia de partida (a continuación llamada 2-pirrolidona de partida) contiene menos de 1 parte en peso de γ -butirolactona sobre 100 partes en peso de 2-pirrolidona.
- 5 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la 2-pirrolidona de partida contiene menos de 0,15 partes en peso de γ -butirolactona.
- 3.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 o 2, caracterizado porque la reacción de la 2-pirrolidona de partida con acetileno se efectúa continuamente a temperaturas de 120 a 220°C y presiones de 1 a 25 bar.
- 10 4.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque la reacción se efectúa en presencia de pirrolidato potásico como catalizador.