

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 532 982**

51 Int. Cl.:

**C07C 253/30** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **18.10.2005 E 10190880 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **31.12.2014 EP 2322503**

54 Título: **Proceso de preparación de 3-aminopentanonitrilo**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**06.04.2015**

73 Titular/es:

**INVISTA TECHNOLOGIES S.À.R.L. (100.0%)  
Zweigniederlassung St. Gallen,  
Kreuzackerstrasse 9  
9000 St. Gallen, CH**

72 Inventor/es:

**AMEY, RONALD L.**

74 Agente/Representante:

**IZQUIERDO BLANCO, María Alicia**

**Observaciones :**

**Véase nota informativa (Remarks) en el folleto original publicado por la Oficina Europea de Patentes**

**ES 2 532 982 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).

**Proceso de preparación de 3-aminopentanonitrilo****Descripción**5 CAMPO DE LA INVENCION

La presente invención se refiere a un proceso de preparación de 3-aminopentanonitrilo a partir de 2-pentenonitrilo haciendo reaccionar con amoniaco, amoniaco acuoso o hidróxido de amonio. La invención se refiere particularmente a un proceso de preparación de 3-aminopentanonitrilo a partir de 2-pentenonitrilo en bruto (por ejemplo, mezclas que contienen 2-pentenonitrilo, 2-metil-2-butenonitrilo y 2-metil-3-butenonitrilo).

ANTECEDENTES

15 El 3-aminopentanonitrilo es un producto intermedio químico importante. Por ejemplo, puede usarse para preparar 1,3-diaminopentano, que tiene una variedad de usos que incluyen su uso como agente de curado de epoxi, un agente quelante de metales, un extensor de la cadena para formulaciones de poliuretano, o un monómero para formar polímeros que incluyen poliamidas o poliimidas. Otros usos del 3-aminopentanonitrilo incluyen el uso como producto intermedio en la síntesis de productos farmacéuticos, como precursor para aminoácidos y aminoamidas, y como producto intermedio en la formación de reactivos químicos de especialidad.

20 Las patentes de EE.UU. nº 4.211.725 y 4.260.556 desvelan la reacción de 2-pentenonitrilo y "agentes nucleófilos", tales como amoniaco y etilendiamina, para producir alquilaminonitrilos y dímeros. Tales reacciones tienen lugar en presencia de un catalizador de adición de metal.

25 La patente de EE.UU. nº 4.496.474 desvela la reacción de 2-pentenonitrilo y alquilaminas para producir los compuestos de nitrilo correspondientes.

La patente de EE.UU. nº 5.070.202 desvela la reacción de 2-pentenonitrilo y una alquilamina en presencia de 15 % al 60% en peso de agua para producir un alquilaminonitrilo.

30 La patente de EE.UU. nº 5.902.883 desvela la cianobutilación de amoniaco, una alquilamina o hidracina con 3-pentenonitrilo y 4-pentenonitrilo y mezclas de los mismos para formar alquilaminonitrilos. El 3-aminopentanonitrilo puede, por tanto, prepararse por un proceso de reacción de 2-pentenonitrilo con amoniaco, amoniaco acuoso o hidróxido de amonio. El material de partida preferido para este proceso es un 2-pentenonitrilo purificado, y no un 2-pentenonitrilo en bruto (por ejemplo, una mezcla que contiene 2-pentenonitrilo, 2-metil-2-butenonitrilo y 2-metil-3-butenonitrilo). A este respecto, se creyó que reacciones secundarias significativas conducirían a productos no deseables y reducirían el rendimiento del 3-aminopentanonitrilo.

40 Sin embargo, sería ventajoso usar 2-pentenonitrilo en bruto debido a que elimina la necesidad del caro refino del 2-pentenonitrilo en bruto, por ejemplo, por destilación fraccionaria a vacío, proporcionando así un proceso global más económico para la fabricación de 3-aminopentanonitrilo. La presente invención proporciona un proceso tal que puede usar un 2-pentenonitrilo en bruto para preparar 3-aminopentanonitrilo.

RESUMEN DE LA INVENCION

45 La presente invención proporciona un proceso para la preparación de 3-aminopentanonitrilo a partir de un 2-pentenonitrilo en bruto ("2PN en bruto"). El proceso incluye poner en contacto (I) un 2PN en bruto, que puede incluir 2-pentenonitrilo, en combinación con uno o más de 2-metil-2-butenonitrilo y 2-metil-3-butenonitrilo, con (II) un fluido que contiene amoniaco, y (III) agua. El proceso implica producir una mezcla de reacción usando un exceso molar de amoniaco en el intervalo del 10% al 20% con respecto al contenido de 2-pentenonitrilo del 2PN en bruto.

50 Como se usa en el presente documento, el término "2PN en bruto" pretende englobar cis-2-pentenonitrilo, trans-2-pentenonitrilo, una mezcla de cis-2-pentenonitrilo y trans-2-pentenonitrilo, además de otros compuestos o materiales comúnmente asociados al material de partida de 2-pentenonitrilo sin purificar. Por ejemplo, el término 2PN en bruto puede definir una mezcla que comprende 50 % al 85 % de cis-2-pentenonitrilo; 3 % al 25 % de 2-metil-2-butenonitrilo y 2-metil-3-butenonitrilo, 0,5 % al 10 % de mononitrilos alifáticos lineales seleccionados de, por ejemplo, 3-pentenonitrilo, 4-pentenonitrilo y trans-2-pentenonitrilo, y 0,01 % al 15 % de hidrocarburos seleccionados de, por ejemplo, ciclohexano y benceno.

60 El fluido que contiene amoniaco debe contener al menos un miembro seleccionado del grupo que consiste en amoniaco, amoniaco acuoso e hidróxido de amonio. La concentración de agua en la mezcla de reacción debe estar en el intervalo del 15 % en peso al 60 % en peso, basado en el peso total de la mezcla de reacción.

65 Los procesos que se encuentran dentro del alcance de la invención pueden llevarse a cabo en modo continuo o discontinuo y no requieren un catalizador.

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCÓN

El 3-aminopentanitrilo puede prepararse a partir de un 2-pentenitrilo en bruto ("2PN en bruto") que comprende 2-pentenitrilo, 2-metil-2-butenitrilo y 2-metil-3-butenitrilo por procesos de cianobutilación que se encuentran dentro del alcance de la presente invención. En tales procesos, el 2PN en bruto se pone en contacto con un fluido que contiene amoníaco y agua para producir una mezcla de reacción. El fluido que contiene amoníaco puede incluir al menos un miembro seleccionado del grupo que consiste en amoníaco, amoníaco acuoso e hidróxido de amonio. La mezcla de reacción debe contener agua en el intervalo del 15% al 60%, tal como en el intervalo del 25% al 40% en peso, basado en el peso total de la mezcla de reacción.

El proceso de la presente invención puede, por ejemplo, ejecutarse a una temperatura de reacción de 25 °C a 135 °C, tal como en el intervalo de aproximadamente 80 °C a aproximadamente 110 °C, tanto a presión atmosférica como autógena. Además, pueden emplearse presiones de hasta aproximadamente 1500 psig en el proceso.

El proceso puede llevarse a cabo con un fluido que contiene amoníaco que incluye al menos un reactivo seleccionado de amoníaco, amoníaco acuoso e hidróxido de amonio en presencia de agua. En una realización, la reacción se realiza con 19 al 29 por ciento en peso de amoníaco acuoso. Se prefiere un exceso molar del 10 % al 20 % de amoníaco (es decir, en total al menos un contenido de reactivo de fluido que contiene amoníaco) con respecto a 2-pentenitrilo para tanto mejorar la velocidad de reacción como la selectividad hacia el producto de 3-aminopentanitrilo deseado.

Puede emplearse tanto cis- como trans-2-pentenitrilo en procesos que se encuentran dentro del alcance de la presente invención. También pueden usarse mezclas de los dos isómeros. También pueden usarse mezclas de 2-pentenitrilo, 2-metil-2-butenitrilo y 2-metil-3-butenitrilo en la presente invención. Para el óptimo rendimiento de 3-aminopentanitrilo, tales mezclas pueden contener más de aproximadamente el 50 % en peso de 2-pentenitrilo, tal como del 65 % al 75 % en peso de 2-pentenitrilo, basado en el peso total del 2PN en bruto. Tales mezclas también pueden contener cantidades variables de compuestos no reactivos que incluyen, pero no se limitan a, ciclohexano, benceno y valeronitrilo. A este respecto, puede lograrse un rendimiento del 85 % de 3-aminopentanitrilo o mayor mediante procesos que se encuentran dentro del alcance de la invención. Además, los procesos que se encuentran dentro del alcance de la presente invención pueden proporcionar más del 90 % de conversión del contenido de 2-pentenitrilo de 2PN en bruto en 3-aminopentanitrilo.

Aunque los procesos que se encuentran dentro del alcance de la presente invención pueden llevarse a cabo en ausencia de disolventes añadidos, es posible usar disolventes orgánicos que son generalmente inertes bajo las condiciones de reacción de la presente invención. Disolventes adecuados incluyen, por ejemplo, dioxano, tetrahidrofurano, dimetilformamida, dimetilacetamida, metanol, isopropanol y butanol. Tales disolventes pueden añadirse a la mezcla de reacción por separado o conjuntamente con agua.

La presente reacción puede ejecutarse discontinuamente o como una reacción continua, usando agua, que puede disolverse o suspenderse homogéneamente en la fase líquida. El modo continuo de operación puede ejecutarse, por ejemplo, usando un reactor de tanque con agitación continuo, un reactor de aspersion o un reactor de flujo pistón.

El 3-aminopentanitrilo formado en la presente invención puede hidrogenarse adicionalmente para formar 1,3-diaminopentano. El 1,3-diaminopentano tiene una variedad de usos que incluyen, por ejemplo, su uso como agente de curado de epoxi, un agente quelante de metales, un extensor de la cadena para formulaciones de poliuretano, o como monómero para formar polímeros que incluyen poliamidas o poliimidas.

Ejemplos

La presente invención puede ilustrarse adicionalmente en vista de los siguientes ejemplos.

Ejemplo comparativo 1 Cianobutilación de amoníaco acuoso con cis-2-pentenitrilo

Una mezcla de aproximadamente 440 kg (970 libras) de cis-2-pentenitrilo y aproximadamente 821 kg (1810 libras) de amoníaco acuoso al 29 % se agitó vigorosamente y se calentó a 110 °C durante cuatro horas en un autoclave de acero inoxidable de 227 litros (50 galones) a una presión autógena de 7,6 bar (150 psig). Se eliminaron impurezas de bajo punto de ebullición de la mezcla de productos de reacción final evaporando a vacío la mezcla a una presión de 0,8 bar (610 mm de Hg) y a una temperatura de vapor de aproximadamente 62 °C. El rendimiento aislado del 3-aminopentanitrilo fue del 90%.

Ejemplo 2 Cianobutilación de amoníaco acuoso con una mezcla de 2-pentenitrilo, 2-metil-2-butenitrilo y 2-metil-3-butenitrilo

Una mezcla de aproximadamente el 70 por ciento en peso de cis-2-pentenitrilo, 14 por ciento en peso de 2-metil-2-butenitrilo, 4 por ciento en peso de 2-metil-3-butenitrilo, siendo el resto ciclohexano, benceno y valeronitrilo, se hizo reaccionar con 29 por ciento en peso de amoníaco acuoso (un exceso molar del 15 por ciento con respecto a

## ES 2 532 982 T3

cis-2-pentenitrilo) en un reactor discontinuo con agitación a aproximadamente 90 ° a 100 °C, a una presión autógena de aproximadamente 4,1 a 8,1 bar (60 a 118 psig), durante aproximadamente diez horas. La destilación a vacío de la mezcla de reacción en bruto para eliminar impurezas de bajo punto de ebullición y agua produjo el 91 % de selectividad hacia 3-aminopentanitrilo con el 97 % de conversión del cis-2-pentenitrilo de partida.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

**Reivindicaciones**

- 5 1. Un proceso para la preparación de 3-aminopentanitrilo, que comprende (a) poner en contacto (i) un 2-pentenitrilo en bruto ("2PN en bruto") que comprende 50 % al 85 % de cis-2-pentenitrilo; 3 % al 25 % de 2-metil-2-butenitrilo y 2-metil-3-butenitrilo; 0,5 % al 10 % de mononitrilos alifáticos lineales; y 0,01 % al 15 % de hidrocarburos, con (ii) un fluido que contiene amoníaco, y (iii) agua, usando un exceso molar de amoníaco con respecto al contenido de 2-pentenitrilo de 2PN en bruto en el intervalo del 10 % al 20 %, para producir una mezcla de reacción,  
10 en el que:  
el 2-pentenitrilo es cis-2-pentenitrilo, o una mezcla de cis-2-pentenitrilo y trans-2-pentenitrilo; y  
el fluido que contiene amoníaco comprende al menos un miembro seleccionado del grupo que consiste en amoníaco, amoníaco acuoso e hidróxido de amonio; y  
15 (b) mantener la concentración de agua en la mezcla de reacción en el intervalo del 15 % en peso al 60 % en peso, basado en el peso total de la mezcla de reacción.
- 20 2. El proceso de la reivindicación 1, en el que el fluido que contiene amoníaco comprende amoníaco acuoso que comprende del 19 % en peso al 29 % en peso de amoníaco.
3. El proceso de la reivindicación 1, en el que el exceso molar de amoníaco con respecto al contenido de 2-pentenitrilo de 2PN en bruto es del 15 %.
- 25 4. El proceso de la reivindicación 1, en el que el proceso se lleva a cabo en un reactor a una temperatura en el intervalo de 25 °C a 135 °C, preferentemente 80 °C a 110 °C, y a una presión en el intervalo de presión atmosférica a 10.342 kPa (1500 psig).
5. El proceso de la reivindicación 1, en el que el 2PN en bruto comprende más del 50 % en peso de 2-pentenitrilo, preferentemente del 65 % en peso al 75 % en peso de 2-pentenitrilo, basado en el peso total del 2PN en bruto.
- 30 6. El proceso de la reivindicación 1, en el que la concentración de agua en la mezcla de reacción se mantiene en el intervalo del 25 % en peso al 40 % en peso, basado en el peso total de la mezcla de reacción.
- 35 7. El proceso de la reivindicación 1, en el que la mezcla de reacción incluye adicionalmente al menos un disolvente añadido seleccionado del grupo que consiste en dioxano, tetrahidrofurano, dimetilformamida, dimetilacetamida, metanol, isopropanol y butanol.
- 40 8. El proceso de la reivindicación 1, que comprende además (c) separar por ebullición las impurezas para aislar 3-aminopentanitrilo.
9. El proceso de la reivindicación 8, en el que más del 90 % del contenido de 2-pentenitrilo del 2PN en bruto se convierte en 3-aminopentanitrilo.

45

50

55

60

65