

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 649 812**

51 Int. Cl.:

C07C 227/18 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **02.03.2009 PCT/EP2009/052447**

87 Fecha y número de publicación internacional: **11.09.2009 WO09109544**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **02.03.2009 E 09716225 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **30.08.2017 EP 2262760**

54 Título: **Procedimiento para la producción de ácidos N,N-diacéticos de ácido aminodicarboxílico**

30 Prioridad:

03.03.2008 EP 08152207

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

15.01.2018

73 Titular/es:

**BASF SE (100.0%)
Carl-Bosch-Strasse 38
67056 Ludwigshafen am Rhein, DE**

72 Inventor/es:

**OFTRING, ALFRED;
STAMM, ARMIN;
WIRSING, FRIEDRICH y
BRAUN, GEROLD**

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

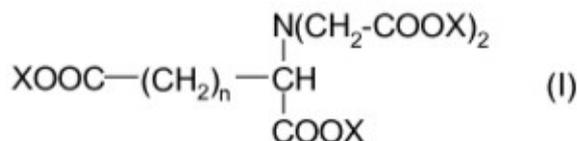
ES 2 649 812 T3

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 ácidos N,N-diacéticos de ácido aminodicarboxílico

La presente invención se refiere a un procedimiento para la producción de ácidos N,N-diacéticos de ácido aminodicarboxílico de la fórmula I general



5 representando X independientemente entre sí hidrógeno o metal alcalino e indicando n un número 1 o 2. La invención se refiere además de ello a ácidos N,N-diacéticos de ácido aminodicarboxílico de alta pureza.

10 Los ácidos N,N-diacéticos de ácido aminodicarboxílico I son de interés sobre todo como agentes quelantes en agentes detergentes y de limpieza. Las sustancias habituales para estos fines, como policarboxilatos, fosfonatos, trifosfatos, ácido etilendiaminotetraacético (EDTA) y ácido nitrilotriacético (NTA) se relacionan con desventajas. En particular contribuyen a la eutrofización, son difíciles de degradar biológicamente o tienen efectos tóxicos. Una alternativa la representa el ácido glutámico-N,N-ácido diacético (GLDA) o sus sales, económico y biodegradable, que resulta con n = 2 de la fórmula I.

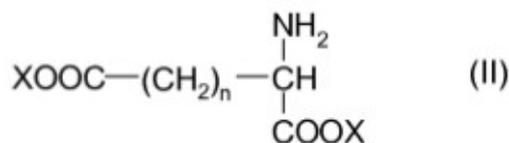
15 Los procedimientos para la producción de los derivados de ácido N,N-diacético de α-aminoácidos se conocen básicamente desde hace tiempo. De esta manera el documento US 250019 describe la producción de este tipo de derivados de ácido diacético mediante reacción de α-aminoácidos con formaldehído y cianuro de sodio de manera preferente en solución acuosa fuertemente básica a temperaturas de 30 a 100 °C. Con ácido glutámico como α-aminoácido se obtuvo una mezcla de ácido glutámico-N,N-ácido diacético y ácido amino butírico-N,N-ácido diacético, dado que en las condiciones fuertemente básicas el grupo carboxílico final se descarboxiliza parcialmente.

20 En el documento DE 4211713 se describen procedimientos para la producción de ácidos N,N-diacéticos de ácido aminodicarboxílico en base a reacciones de Strecker ácidas y básicas. En este caso se hace reaccionar el α-aminoácido con al menos 2 moles del formaldehído y al menos dos moles de ácido cianhídrico o cianuro de metal alcalino. El comparativamente bajo rendimiento del 91 % con respecto al ácido aspártico hace presuponer que han resultado productos secundarios no deseados, como por ejemplo NTA, que son difíciles de separar.

25 La presente invención se basa por lo tanto en la tarea de poner a disposición un procedimiento que pueda llevarse a cabo de manera fácil para la producción de ácidos N,N-diacéticos de ácido aminodicarboxílico de la fórmula I general que se ha indicado arriba, que proporcione estos compuestos con un buen rendimiento con proporciones de producto secundario reducidas. En particular la proporción de NTA ha de ser lo más reducida posible. Otra tarea de la presente invención es la puesta a disposición de este tipo de de ácidos N,N-diacéticos de ácido aminodicarboxílico de alta pureza.

30 Esta y otras tareas se solucionan mediante el procedimiento que se describe a continuación con mayor detalle. Es objeto de la presente invención un procedimiento para la producción de ácidos N,N-diacéticos de ácido aminodicarboxílico de la fórmula I general que se ha indicado arriba, comprendiendo los siguientes pasos:

a) reacción de un ácido aminodicarboxílico de la fórmula II general



35 teniendo X y n los significados que se han mencionado anteriormente, con 0,8 a 1,2 equivalentes molares de formaldehído y con 0,8 a 1,2 equivalentes molares de ácido cianhídrico; comprendiendo la adición de formaldehído y ácido cianhídrico, disponiéndose el ácido aminodicarboxílico en el recipiente de reacción y añadiéndose formaldehído y ácido cianhídrico; dejándose reaccionar durante un periodo de tiempo de un minuto hasta 5 horas,

b) a continuación reacción del producto de reacción obtenido en el paso a) con 0,8 a 1,2 equivalentes molares de ácido cianhídrico y con 0,8 a 1,2 equivalentes molares de formaldehído;

c) hidrólisis del producto de reacción obtenido en el paso b).

- 5 El procedimiento según la invención conlleva una serie de ventajas. Por un lado es comparativamente fácil de llevar a cabo por ejemplo en una síntesis de contenedor simple con tiempos de ciclo más cortos. Proporciona además de ello los ácidos N,N-diacéticos de ácido aminocarboxílico en buenas cantidades y con alta pureza, de manera que no son necesarios procedimientos de limpieza laboriosos. El procedimiento puede manejarse bien además de ello a escala industrial.
- 10 En el marco del procedimiento según la invención se entiende con formaldehído el reactivo formaldehído o bien en estado gaseoso o disuelto en un solvente acuoso, de manera preferente en una concentración de 20 a 50 % en peso, o equivalente de formaldehído. Este tipo de equivalentes son compuestos los cuales liberan formaldehído durante el desarrollo de la reacción o se hacen reaccionar directamente a los mismos productos que el formaldehído. Son ejemplos conocidos por el experto en lo que a estos equivalentes se refiere, paraformaldehído, trioxano y metilal, así como mezclas a partir de éstos o mezclas con formaldehído. De manera preferente se usa una solución acuosa de formaldehído.
- 15 En el marco del procedimiento según la invención se usa el reactivo ácido cianhídrico o bien en solución acuosa o de manera preferente en forma pura.
- 20 En el paso a) del procedimiento según la invención se usa el ácido aminocarboxílico II libre o el ácido aminocarboxílico II parcial o completamente neutralizado, produciéndose una neutralización de manera preferente con bases de metal alcalino como hidróxido de sodio, hidróxido de potasio, carbonato de sodio, carbonato de potasio, carbonato de hidrógeno de sodio o carbonato de hidrógeno de potasio. Pueden usarse también sales metálicas mono o dialcalinas de II o mezclas de las mismas, siendo preferentes las sales de sodio. En lo que se refiere al compuesto II usado se usan normalmente según la invención de 0,8 a 1,2 equivalentes molares, en particular de 0,9 a 1,1 equivalentes molares de formaldehído y de 0,8 a 1,2 equivalentes molares, en particular de 0,9 a 1,1 equivalentes molares de ácido cianhídrico.
- 25 En el caso del ácido glutámico se usa de manera preferente su sal de metal monoalcalina, en particular el monohidrato de sal monosódica. Por el contrario, el ácido aspártico se usa de manera preferente en forma del ácido aminocarboxílico libre. De entre los ácidos aminocarboxílicos de la fórmula II se prefieren los L-isómeros o sus sales.
- 30 La reacción en el paso a) se produce normalmente en un solvente. La concentración del ácido aminocarboxílico o de su sal es en este caso preferentemente del 10 al 60 % en peso y en particular del 20 al 50 % en peso, referido al peso total de la mezcla de reacción.
- 35 En una forma de realización preferente la reacción se produce en un solvente acuoso. En el marco del procedimiento según la invención se entiende con solvente acuoso agua o mezclas de agua con agentes solventes orgánicos solubles en agua. Como solventes orgánicos se tienen en consideración en este caso en particular metanol, etanol, n-propanol, isopropanol, butanol terciario, dioxano o tetrahidrofurano o mezclas de estos solventes orgánicos entre sí. La proporción de solventes orgánicos solubles en agua no superará de manera preferente el 50 % en volumen y en particular el 20 % en volumen, referido a la cantidad total del solvente acuoso.
- El ácido aminocarboxílico II o una sal de II se dispone de manera preferente en el recipiente de reacción, preferentemente en el solvente deseado.
- 40 Los reactivos formaldehído y ácido cianhídrico pueden añadirse al mismo tiempo o de forma sucesiva. En una forma de realización preferente se añade en primer lugar el formaldehído y a continuación el ácido cianhídrico al ácido aminocarboxílico de la fórmula II o a su sal. En este caso se entiende que la cantidad principal, en particular al menos el 80 % del formaldehído se introduce en el recipiente de reacción, antes de que se produzca la adición del ácido cianhídrico. Es preferente también añadir los dos reactivos respectivamente durante tiempos relativamente cortos de por ejemplo 10 segundos hasta 1 hora, en particular en dependencia particularmente del desarrollo de la temperatura o de otros factores como por ejemplo la cantidad de preparación. Tras finalizarse la adición se deja por regla general reaccionar, por ejemplo durante un periodo de tiempo de por ejemplo 1 minuto hasta 5 horas, en particular durante tanto tiempo hasta que ya no puede comprobarse exotermia.
- 45 Las reacciones del paso a) se producen de manera preferente con control de temperatura y habitualmente a temperaturas en el intervalo de 0 a 100 °C, en particular de 10 a 70 °C. En correspondencia con una forma de realización preferente durante las reacciones ni se calienta de forma externa ni se enfría de forma externa.
- 50 Se supone que en el paso a) se forma como componente principal el N-monoacetoniitrilo de ácido aminocarboxílico. Como componentes secundarios pueden presentarse el ácido aminocarboxílico usado como educto, el ácido aminocarboxílico-N,N-diacetonitrilo, así como productos de hidrólisis de los compuestos de acetoniitrilo mencionados, por ejemplo las correspondientes amidas y amidas parciales, como también las sales de los compuestos que se han mencionado anteriormente.
- 55 El producto de reacción del paso a) puede usarse con o bien sin preparación anterior en el paso b) del procedimiento según la invención. Para la preparación pueden usarse procedimientos conocidos por el experto para la eliminación del solvente y eventualmente para la purificación del producto, como por ejemplo reducción para el

secado, secado por pulverización o liofilización, precipitación y cristalización. De manera preferente no se lleva a cabo sin embargo ninguna preparación y las reacciones posteriores según el paso b) se producen directamente en la mezcla de reacción obtenida en el paso a).

5 En el paso b) se hace reaccionar el producto de reacción obtenido en el paso a) con, en relación con el compuesto usado de la fórmula II, 0,8 a 1,2 equivalentes molares, en particular 0,9 a 1,1 equivalentes molares de ácido cianhídrico y con 0,8 a 1,2 equivalentes molares, en particular 0,9 a 1,1 equivalentes molares de formaldehído.

10 La reacción en el paso b) se produce típicamente mediante la adición del ácido cianhídrico y del formaldehído al producto de reacción obtenido en el paso a). En una forma de realización preferente la adición de los reactivos ácido cianhídrico y formaldehído se produce directamente a la mezcla de reacción, la cual se obtuvo en el paso a). En caso de que a continuación del paso a) se haya eliminado parcial o completamente el solvente, se recoge de manera preferente con anterioridad en un solvente acuoso.

15 Los reactivos ácido cianhídrico y formaldehído pueden añadirse en el paso b) al mismo tiempo o de forma sucesiva a la mezcla de reacción obtenida en el paso a). En una forma de realización preferente se añade en primer lugar el ácido cianhídrico y a continuación el formaldehído. En este caso se entiende que se introduce la cantidad principal, en particular al menos el 80 % del ácido cianhídrico en el recipiente de reacción, antes de que se produzca la adición del formaldehído.

En otra forma de realización de la invención se produce en el paso b) la adición del ácido cianhídrico y del formaldehído en paralelo, es decir, la cantidad principal, es decir, al menos el 50 % y en particular al menos el 80 % del formaldehído y del ácido cianhídrico se añaden durante el mismo periodo de tiempo.

20 Es preferente también añadir los dos reactivos respectivamente a través de periodos de tiempo relativamente cortos de por ejemplo 10 segundos a 1 hora, en dependencia en particular del desarrollo de la temperatura o de otros factores, como por ejemplo, la cantidad de preparación.

25 Una vez finalizada la adición por regla general se deja continuar la reacción, por ejemplo durante un periodo de tiempo de por ejemplo 1 minuto hasta 5 horas, en particular durante tanto tiempo hasta que ya no puede comprobarse una exotermia.

Las reacciones del paso b) se producen de manera preferente bajo control de temperatura y habitualmente a temperaturas de 0 a 100 °C, en particular de 20 a 90 °C. En correspondencia con una forma de realización preferente durante las reacciones ni se calienta de forma externa ni se enfría de forma externa.

30 Para las reacciones de los pasos a) y b) se tiene en consideración por norma general un intervalo de pH amplio. De manera típica se llevan a cabo las reacciones con ácido cianhídrico con valores de pH en el intervalo de pH 0 a pH 12, en particular de pH 1 a pH 10. De manera preferente se dejan ocurrir las reacciones con valor de pH de ajuste autógeno y no se toman medidas para el ajuste del valor de pH antes o durante las reacciones.

35 El producto de reacción del paso b) puede usarse o bien con o sin una preparación previa en el paso c) del procedimiento según la invención. Para la preparación pueden usarse procedimientos habituales para el experto para la eliminación del solvente y eventualmente para la purificación del producto, como por ejemplo reducción para el secado, secado por pulverización o liofilización, precipitación y cristalización. De manera preferente no se lleva a cabo sin embargo ninguna preparación y las reacciones posteriores según el paso c) se producen directamente con la mezcla de reacción obtenida en el paso b).

40 En el paso c) se hidroliza de manera ácida o preferentemente básica el producto de reacción obtenido en el paso b) para convertir los grupos nitrilo presentes y eventuales grupos amida presentes en grupos carboxilos. El paso c) se lleva a cabo normalmente bajo control de temperatura y en correspondencia con formas de realización preferentes o bien sin o durante la entrada en contacto del producto de reacción del paso b) con la base o el ácido, con enfriamiento exterior.

45 La hidrólisis ácida se produce preferentemente con ácido clorhídrico acuoso o ácido sulfúrico acuoso. Típicamente se añade el ácido, en particular en dependencia del desarrollo de la temperatura, dentro de un periodo de tiempo de 10 minutos a 10 horas y especialmente de 30 minutos a 3 horas a la mezcla de reacción acuosa obtenida en el paso b). En caso de que a continuación del paso b) se haya eliminado el solvente, se recoge normalmente con anterioridad en un solvente acuoso. Las temperaturas se encuentran durante la adición habitualmente en de 10 a 100 °C, en particular en de 20 a 80 °C.

50 Para la hidrólisis básica se usan de manera preferente soluciones acuosas de hidróxido de potasio o en particular hidróxido de sodio, en concentraciones de 5 a 50 % en peso y en particular de 20 a 50 % en peso. Típicamente se añade la mezcla de reacción acuosa obtenida en el paso b), en particular en dependencia del desarrollo de temperatura, dentro de un periodo de tiempo de 10 minutos a 10 horas y en especial de 30 minutos a 3 horas directamente a la solución de hidróxido de potasio o de sodio. En caso de que a continuación del paso b) se haya eliminado el solvente, se recoge normalmente con anterioridad en un solvente acuoso. Las temperaturas durante la adición se encuentran habitualmente en de 10 a 100 °C, en particular en de 20 a 80 °C.

Tras la puesta en contacto del producto de reacción del paso b) con la base o el ácido se calienta normalmente durante un periodo de tiempo de por ejemplo 10 minutos a 10 horas para completar la hidrólisis a de 60 a 120 °C, en especial a de 95 a 110 °C, preferentemente hasta que ha finalizado el desarrollo de amoniaco.

5 Los equivalentes molares de hidróxido de sodio que han de usarse habitualmente para la producción de la sal tetrasódica del ácido N,N-diacético de ácido aminodicarboxílico en la hidrólisis, referido al compuesto II usado en el paso a) pueden determinarse mediante la siguiente fórmula:

$$\text{equivalente molar NaOH} = ((4 \text{ a } 4,1) - Y)$$

10 representando Y el número de los grupos carboxilato del compuesto II. Si se parte por ejemplo de la sal monosódica del ácido aminodicarboxílico, se necesitan para la hidrólisis en este caso de 3,0 a 3,1 equivalentes molares de hidróxido de sodio. De manera análoga puede obtenerse la sal monosódica tripotásica en caso de la reacción con por ejemplo la misma cantidad de equivalentes molares de hidróxido de potasio. Las condiciones necesarias para la producción de los compuestos de I con otras combinaciones de cationes pueden ser fácilmente determinadas por el experto.

15 De manera alternativa los compuestos II puede neutralizarse antes de su reacción en el paso a), del 0 al 100 % en el caso de las sales de metal monoalcalinas y del 0 al 200 % en el caso de los ácidos dicarboxílicos libres de manera parcial o completamente. Una neutralización de este tipo se produce normalmente con base de sodio o de potasio. Los equivalentes molares de hidróxido de metal alcalino (MOH) requeridos entonces habitualmente para la hidrólisis básica en el paso c) se calculan de la siguiente manera:

$$\text{equivalentes molares MOH} = ((4 \text{ a } 4,1) - Y - Z/100)$$

20 respondiendo Y a la definición anterior y siendo Z el grado de neutralización en el intervalo de entre 0 a 100 % para Y = 1, o 0 hasta 200 % para Y = 0. Si se neutraliza parcialmente por ejemplo la sal monosódica del compuesto II mencionada anteriormente en 25 %, resulta mediante esta fórmula una cantidad de 2,75 a 2,85 equivalentes molares de MOH, que se utilizaría para la producción de la sal de metal tetraalcalina en el paso c). Se obtiene el mismo resultado para el caso de que el ácido dicarboxílico libre del compuesto II se use neutralizado parcialmente al 125 %.

25 Según otra forma de realización de la invención, el producto obtenido con hidrólisis ácida puede neutralizarse con una base de sodio o de potasio, como por ejemplo, NaOH, KOH, Na₂CO₃, K₂CO₃, NaHCO₃ o KHCO₃, y obtenerse de esta manera la sal de ácido N,N-diacético de ácido aminodicarboxílico. Como puede ver el experto sin mayor dificultad, pueden producirse también las sales metálicas mono, di y trialcalinas mediante el uso de cantidades adecuadas de base. Pueden obtenerse además de ello las sales de sodio-potasio diferentes mezcladas mediante correspondiente combinación de bases de sodio y de potasio.

30 El procedimiento según la invención puede llevarse a cabo tanto en un procedimiento discontinuo, semidiscontinuo, como también continuo. En el caso de llevarse a cabo de manera continua pueden añadirse mediante dosificación en el paso a) por ejemplo en una primera zona de reacción en paralelo un compuesto II y formaldehído y a continuación, en una segunda zona de reacción, ácido cianhídrico. El paso b) puede llevarse a cabo por ejemplo de forma análoga, añadiéndose en primer lugar en paralelo la mezcla de reacción del paso a) y el ácido cianhídrico y entonces en otra zona de reacción, el formaldehído. De manera alternativa pueden reunirse los tres componentes de este paso en paralelo en una zona de reacción. Para la hidrólisis básica puede dosificarse por ejemplo la mezcla de reacción obtenida de esta manera en otra zona de reacción en paralelo con solución de hidróxido de sodio.

35 Partiendo de ello el experto puede desarrollar fácilmente correspondientes procedimientos semidiscontinuos. Para el procedimiento según la invención se usa de manera preferente un procedimiento semidiscontinuo, en el cual los pasos a) y b) se llevan a cabo en un reactor por lotes, preferentemente como reacción de contenedor simple, y el paso c) preferentemente en un reactor de dos lotes con dosificación de la solución b) a la lejía alcanina puesta a disposición. En lo que se refiere a otros detalles se remite al ejemplo de la solicitud.

40 A continuación de la hidrólisis puede suministrarse la mezcla de reacción resultante directamente a un uso técnico. De esta manera una solución acuosa de por ejemplo el 38 al 40 % en peso de la sal tetrasódica del compuesto I representa un producto comercial habitual. De manera alternativa el compuesto I puede aislarse de la mezcla de reacción de la hidrólisis y procesarse. Para ello el experto tiene a su disposición procedimientos conocidos, en particular para la eliminación del solvente y eventualmente para la purificación, como por ejemplo, reducción para el secado, secado por pulverización o liofilización, precipitación y cristalización. Típicamente se obtiene compuesto 1 directamente de la mezcla de reacción mediante la eliminación del solvente, preferentemente mediante secado por pulverización.

45 El procedimiento según la invención proporciona los compuestos de la fórmula I en grandes cantidades de normalmente más del 88 %, en particular de más del 92 %, en relación con la cantidad usada del compuesto II. Mediante el procedimiento según la invención se obtienen los compuestos de la fórmula I con gran pureza. La proporción de NTA se encuentra normalmente por debajo del 0,75 % en peso y en particular por debajo del 0,25 % en peso, referido al 100 % del compuesto I.

Eventualmente pueden sumarse otros pasos conocidos por el experto para el procesamiento y envasado, como por ejemplo precipitación, cristalización e intercambio iónico.

Puede producirse también un paso para blanquear la solución acuosa, por ejemplo, mediante tratamiento con carbón activo o mediante oxidación con peróxido de hidrógeno o inducción UV.

- 5 Otros objetos de la divulgación son la puesta a disposición de sales del ácido glutámico-N,N-ácido diacético con menos del 0,75 % en peso, especialmente con menos del 0,25 % en peso de sales de NTA, referido al 100 % del compuesto I. Con la ayuda del procedimiento según la invención pueden ponerse a disposición sales con estas características.

Los siguientes ejemplos sirven para la explicación de la invención:

- 10 Ejemplo: producción de sal tetrasódica de ácido L-glutámico-N,N-ácido diacético

En el recipiente de reacción se dispuso una solución de aproximadamente el 40 % en peso de 187 g (1,0 moles) de monohidrato de sal monosódica de ácido L-glutámico en 280,5 g de agua. A ello se añadieron mediante agitación y sin enfriamiento en primer lugar en un intervalo de 30 segundos 100,0 g (1,0 moles) de una solución de formaldehído acuosa del 30 % en peso y a continuación en un intervalo de 40 segundos 27,0 g (1,0 moles) de ácido cianhídrico a temperatura de entorno. Tras la finalización de la adición se continuó agitando durante otros 5 minutos. Tras ello ya no pudo comprobarse ningún desarrollo de calor y la temperatura estaba en 45 °C. La mezcla obtenida se mezcló entonces mediante agitación y sin enfriamiento en primer lugar durante 70 segundos con 27,0 g (1,0 moles) de ácido cianhídrico y a continuación durante 160 segundos con 100,0 g (1,0 moles) de una solución de formaldehído acuosa del 30 % en peso, aumentando la temperatura hasta aproximadamente 60 °C. Tras finalizarse la adición se continuó agitando durante otros 5 minutos. Los resultantes aproximadamente 720 g de una solución ligeramente amarilla se dosificaron entonces dentro de 1 hora a 489,6 g (3,06 moles) a una sosa cáustica del 25 % en peso a 25 °C. Tras finalizarse la adición la temperatura estaba en 60 °C. Se calentó a continuación a de 100 hasta 110 °C hasta que tras aproximadamente 4 horas ya no pudo comprobarse ningún desarrollo de amoniaco. Se obtuvieron 1100 g de una solución amarilla, la cual según analítica de HPCL contenía 330 g de la sal tetrasódica de ácido L-glutámico-N,N-ácido diacético y con ello representaba una solución de aproximadamente el 30 % en peso del producto. En lo que se refiere al glutamato resultó un rendimiento del 94 %. La proporción determinada mediante HPLC de sal trisódica de NTA en la solución fue de 0,05 % en peso.

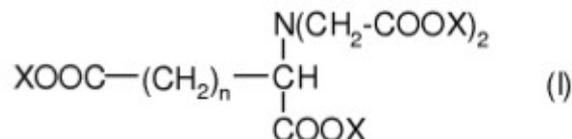
Ejemplo de comparación:

- 30 Producción de sal tetrasódica de ácido L-glutámico-N,N-ácido diacético (realización análoga a los ejemplos 1 y 2 del documento DE4211713, usándose en lugar del ácido aspártico la sal monosódica del ácido glutámico)

En un recipiente de reacción se dispuso una solución de 187 g (1,0 moles) de monohidrato de sal monosódica de ácido L-glutámico en 300,0 g de agua. Para ello se añadieron mediante goteo bajo agitación dentro de 1 hora al mismo tiempo 200 g (2,0 moles) de una solución de formaldehído acuosa del 30 % en peso y 54,0 g (2,0 moles) de ácido cianhídrico, siendo mantenida la temperatura mediante enfriamiento en de 20 a 25 °C. Tras haberse finalizado la adición se calentó durante un periodo de tiempo de 1 hora hasta 70 °C. La mezcla de reacción obtenida se añadió entonces mediante goteo en el plazo de 1 hora a 408,0 g (3,06 moles) de una sosa cáustica de 30 % en peso a 40 °C. Tras finalizarse la adición se calentó hasta 100 °C, hasta que tras aproximadamente 4 horas ya no pudo comprobarse ningún desarrollo de amoniaco. Se obtuvieron 1041 g de una solución, la cual según analítica de HPCL contenía 312,4 g de la sal tetrasódica de ácido L-glutámico-N,N-ácido diacético y con ello representaba una solución de aproximadamente el 30 % en peso del producto. En lo que se refiere al glutamato resultó un rendimiento del 89 %. La proporción determinada mediante HPLC de sal trisódica de NTA en la solución fue de 0,35 % en peso.

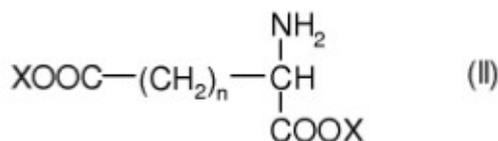
REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la producción de ácidos N,N-diacéticos de ácido aminodicarboxílico de la fórmula general I,



5 representando X independientemente entre sí hidrógeno o metal alcalino e indicando n un número 1 o 2, comprendiendo los pasos:

a) reacción de un ácido aminodicarboxílico de la fórmula general II



10 teniendo X y n los significados que se han mencionado anteriormente, con 0,8 a 1,2 equivalentes molares de formaldehído y con 0,8 a 1,2 equivalentes molares de ácido cianhídrico, comprendiendo la adición de formaldehído y ácido cianhídrico, disponiéndose el ácido aminodicarboxílico en el recipiente de reacción y añadiéndose formaldehído y ácido cianhídrico;

se deja reaccionar durante un periodo de tiempo de un minuto hasta 5 horas,

15 b) a continuación reacción del producto de reacción obtenido en el paso a) con 0,8 a 1,2 equivalentes molares de ácido cianhídrico y con 0,8 a 1,2 equivalentes molares de formaldehído;
c) hidrólisis del producto de reacción obtenido en el paso b).

2. Procedimiento según la reivindicación 1, añadiéndose en el paso a) en primer lugar el formaldehído y a continuación el ácido cianhídrico al ácido aminodicarboxílico de la fórmula general (II).

3. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 o 2, produciéndose en el paso b) la adición del formaldehído tras la adición del ácido cianhídrico.

20 4. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 o 2, produciéndose en el paso b) la reacción mediante la adición en paralelo de formaldehído y ácido cianhídrico.

5. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 4, llevándose a cabo la reacción en el paso a) en un solvente acuoso.

25 6. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 5, produciéndose la reacción en el paso b) sin una preparación previa del producto de reacción obtenido en el paso a).

7. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 6, produciéndose la hidrólisis en el paso c) sin una preparación previa del producto de reacción obtenido en el paso b).

8. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 7, produciéndose la hidrólisis en el paso c) en condiciones básicas.

30 9. Procedimiento según la reivindicación 8, produciéndose la hidrólisis con solución acuosa de hidróxido de sodio.

10. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 9, usándose en los pasos a) y b) en cada caso tanto para formaldehído, como también para ácido cianhídrico, de 0,9 a 1,1 equivalentes molares.

11. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 10, siendo n = 2.

35 12. Procedimiento según la reivindicación 11, usándose en el paso a) sal monosódica de ácido L- glutámico como compuesto II.

13. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 12, llevándose a cabo el procedimiento de manera continua.
14. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 12, llevándose a cabo el procedimiento de manera discontinua.
- 5 15. Procedimiento según la reivindicación 14, llevándose a cabo el procedimiento mediante el procedimiento semidiscontinuo.