

19



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



11 Veröffentlichungsnummer: **0 287 885 B1**

12

EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

- 45 Veröffentlichungstag der Patentschrift: **29.01.92** 51 Int. Cl.⁵: **C07C 229/32, C07C 255/18, C11D 3/33**
- 21 Anmeldenummer: **88105376.3**
- 22 Anmeldetag: **02.04.88**

54 Verfahren zur Herstellung von Serin-N,N-diessigsäure und Derivaten.

- 30 Priorität: **11.04.87 DE 3712329**
- 43 Veröffentlichungstag der Anmeldung:
26.10.88 Patentblatt 88/43
- 45 Bekanntmachung des Hinweises auf die
Patenterteilung:
29.01.92 Patentblatt 92/05
- 84 Benannte Vertragsstaaten:
AT BE CH DE ES FR GB IT LI LU NL SE
- 56 Entgegenhaltungen:
DE-A- 2 258 257
US-A- 3 864 389

**CHEMICAL ABSTRACTS, Band 54, Nr. 14, 25.
Juli 1960, Columbus, Ohio, US; L. ERDEY et
al.: "Preparation of some new complex for-
ming compounds and determination of their
constats", Zusammenfassung-Nr. 14 137g -
14 138b**

- 73 Patentinhaber: **BASF Aktiengesellschaft
Carl-Bosch-Strasse 38
W-6700 Ludwigshafen(DE)**
- 72 Erfinder: **Baur, Richard, Dr.
Nelkenstrasse 1
W-6704 Mutterstadt(DE)**
Erfinder: **Richter, Felix, Dr.
Kaiserstrasse 15
W-6835 Bruehl(DE)**
Erfinder: **Birnbach, Stefan, Dr.
Budapester Strasse 45
W-6700 Ludwigshafen(DE)**
Erfinder: **Fikentscher, Rolf, Dr.
Von-Stephan-Strasse 27
W-6700 Ludwigshafen(DE)**
Erfinder: **Oftring, Alfred, Dr.
Berner Weg 26
W-6700 Ludwigshafen(DE)**
Erfinder: **Winkler, Ekhard, Dr.
74 Pfalzring
W-6704 Mutterstadt(DE)**

EP 0 287 885 B1

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Serin-N,N-diessigsäure und Derivaten und das Zwischenprodukt Serin-N,N-diacetonitril für die Herstellung von Serin-N,N-diessigsäure und ihren Salzen.

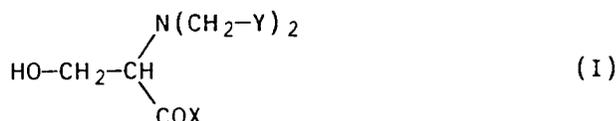
5 In einer Veröffentlichung von L. Erdey et al. in Acta Chim. Hung., Tomus 21, S. 327-332 (1959) werden die komplexbildenden Eigenschaften von 2,3-Dihydroxypropylamin-N,N-diessigsäure, Serin-N,N-diessigsäure, hergestellt aus D,L-Serin und Chloressigsäure, und L-Gutaminsäure-N,N-diessigsäure im Hinblick auf die Stabilität der mit Erdalkalimetallionen gebildeten Komplexe beschrieben.

10 Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es, Komplexbildner für Erdalkali- und Schwermetallionen für die verschiedensten technischen Gebiete, insbesondere für Waschmittel, zur Verfügung zu stellen, die neben guten komplexbildenden Eigenschaften ökologisch unbedenklich, möglichst keinen Phosphor enthalten und biologisch gut abbaubar sind. Für diese Komplexbildner soll ein technisch vorteilhaftes Herstellungsverfahren entwickelt werden.

15 Es wurde gefunden, daß Serin-N,N-diessigsäure in Form der freien Säure oder insbesondere der Natrium-, Kalium-, Ammonium- oder organischen Aminsalze hervorragende Komplexbildner für Calcium-, Magnesium- sowie Eisen-, Kupfer-, Nickel- und Manganionen darstellen, während die Säurederivate, insbesondere Amide, Ester und die Nitrile bevorzugt Zwischenprodukte für die Herstellung der Säure und ihren Salzen sind.

Gegenstand der Erfindung ist daher ein Verfahren zur Herstellung von Verbindungen der Formel I

20



25

in der Y für den Rest -COOH, der gegebenenfalls in Form eines Alkalimetall-, Ammonium- oder substituierten Ammoniumsalzes vorliegt, oder für den Rest -CN steht und

30 X eine Hydroxylgruppe, wobei die dadurch vorliegende Carbonsäuregruppe gegebenenfalls in Form eines Alkalimetall-, Ammonium- oder substituierten Ammoniumsalzes vorliegt, oder einen Rest -NR³R⁴, in dem R³ und R⁴ gleich oder verschiedenen sind und für ein Wasserstoffatom oder einen Alkylrest mit 1 bis 4 C-Atomen stehen,

35 bedeutet, indem man 1 Mol Serin (3-Hydroxy-2-aminopropionsäure) ggfs. in Form eines Alkalisalzes oder des Säureamids, ggfs. am Amidstickstoffatom durch ein oder zwei Alkylreste mit 1 bis 4 C-Atomen substituiert, in Wasser, einem organischen Lösungsmittel oder ihren Mischungen mit 2,0 bis 2,6 Mol Formaldehyd und 2,0 bis 2,3 Mol flüssigen Blausäure bei Temperaturen von 0 bis 45 °C oder mit 2,0 bis 2,3 Mol Alkalicyanid bei Temperaturen von 40 bis 100 °C umsetzt und ggfs. vorliegende Amid- und die Nitrilgruppen in Gegenwart von einer Säure oder Base hydrolysiert und ggfs. die freie Säure oder ein Salz gemäß Formel I isoliert.

40 Im einzelnen sind zu nennen die freie Serin-N,N-diessigsäure und die Natrium-, Kalium- und Ammoniumsalze, insbesondere das Trinatrium-, Trikalium- und Triammoniumsalz, sowie organische Triaminsalze mit einem tertiären Stickstoffatom.

45 Als den organischen Aminsalzen zugrundeliegende Basen kommen insbesondere tertiäre Amine, wie Trialkylamine mit 1 bis 4 C-Atomen im Alkyl, wie Trimethyl- und Triethylamin, und Trialkanolamine mit 2 oder 3 C-Atomen im Alkanolrest, bevorzugt Triethanolamin und Tripropanolamin, in Betracht.

Die bevorzugte Ausgangsverbindung ist Serin in Form seines racemischen Gemisches und ggfs. in Form des Natrium-, Kalium- oder Ammoniumsalzes.

Die Umsetzung erfolgt in an sich üblicher Weise nach Art einer Strecker'schen Synthese, vgl. Houben-Weyl, Bd. 11/2, S. 408-412 (1958), Thieme-Verlag, Stuttgart.

50 Als Lösemittel kommen vorzugsweise Wasser zum Einsatz, oder mit Wasser mischbare organische Lösemittel, wie Methanol, Ethanol, n-Propanol, iso-Propanol, tertiär-Butanol, Dioxan oder Tetrahydrofuran. Es können auch Mischungen dieser organischen Lösungsmittel untereinander oder ihre Mischungen mit Wasser verwendet werden. Bei wäßrigen Mischungen wird zweckmäßigerweise zum Gewicht des Wassers 10 bis 70 Gew.% organisches Lösungsmittel gegeben.

55 Die Konzentration der Ausgangsverbindungen im jeweiligen Lösungsmittel beträgt vorteilhaft 10 bis 80 Gew.%, vorzugsweise 20 bis 70 Gew.%.

Bei einer zweckmäßigen und bevorzugten Reaktionsführung wird das Natrium- oder Kaliumsalz des Serins in einem der o.g. Lösungsmittel oder Lösungsmittelgemische, wobei eine wäßrige Lösung bevorzugt

wird, mit dem Formaldehyd in Form seiner wäßrigen, ca. 30 gew.%igen Lösung und der flüssigen Blausäure bei den bevorzugten Temperaturen von 15 bis 25 °C umgesetzt.

Die Umsetzung mit Alkalicyanid, insbesondere Natrium- oder Kaliumcyanid, anstelle der flüssigen Blausäure erfolgt bevorzugt bei 70 bis 100 °C.

5 Für die Umsetzung mit flüssiger Blausäure kommen zweckmäßigerweise pH-Bereiche von 0 bis 11, vorzugsweise 3 bis 9, in Betracht, die entsprechend mit einer Säure oder Base eingestellt werden können.

Das entstandene Zwischenprodukt Serin-N,N-diacetonitril ist in der Literatur noch nicht beschrieben.

In der Regel schließt sich für die vorliegenden Nitrilgruppen und ggfs. vorhandenen Ester- oder Amidgruppen eine Hydrolyse oder Verseifung zur Carbonsäure in an sich üblicher Weise in einem wäßrigen Reaktionsgemisch ggfs. nach Zusatz von Wasser in Gegenwart von Alkalien, wie Natrium- oder Kaliumhydroxid, oder von Säure, wie Schwefel- oder Salzsäure, an.

Diese Hydrolyse wird zweckmäßigerweise bei Temperaturen von 20 bis 110 °C, vorzugsweise 40 bis 100 °C, durchgeführt, bei ggfs. geringem Überschuß an Base oder Säure.

15 Entsprechend den Reaktionsbedingungen wird bevorzugt die Serin-N,N-diessigsäure oder ein Alkalisalz erhalten. Anschließend können ohne weiteres Salze mit einem anderen Kation hergestellt werden.

Falls erforderlich, kann auch umgekehrt aus der erhaltenen Säure in üblicher Weise ein Säurederivat hergestellt werden.

Die Verbindungen der Formel I können ohne Schwierigkeiten in reiner Form isoliert werden. Für die freie Säure und die Salze bieten sich insbesondere Sprüh- oder Gefriertrocknung, Kristallisation oder Fällung an. Es kann vorteilhaft sein, die angefallene Lösung direkt einer technischen Verwendung zuzuführen.

Das erfindungsgemäße Herstellungsverfahren hat gegenüber bekannten Verfahren insbesondere zur Herstellung von Serin-N,N-diessigsäure und ihren Salzen den Vorteil, daß praktisch keine anorganische Salzlast anfällt. Aufgrund der leichten Verfügbarkeit der Ausgangsverbindungen werden außerordentlich günstige großtechnische Verfahren zur Verfügung gestellt.

Die durch die Erfindung hergestellte Serin-N,N-diessigsäure und ihre Salze sind in hervorragender Weise geeignet, Erdalkali- und Schwermetallionen, insbesondere Calcium-, Magnesium- sowie Eisen-, Kupfer-, Nickel- und Manganionen, zu komplexieren. Aufgrund dieser Fähigkeit weisen sie eine Vielzahl von technischen Anwendungsmöglichkeiten auf. Da es sich um biologisch sehr gut abbaubare Verbindungen handelt, können sie in großen Mengen überall dort eingesetzt werden, wo die Abwässer geklärt werden müssen und auch phosphorhaltige Verbindungen vermieden werden sollen.

In Wasch- und Reinigungsmitteln können die genannten Komplexbildner eingesetzt werden, um den Gehalt an freien Schwermetallionen in den Waschmitteln selbst und in den Waschlösungen zu kontrollieren. Die Einsatzmenge als Komplexbildner beträgt zweckmäßigerweise 0,1 bis 2 % bezogen auf das Gesamtgewicht der Waschmittelbestandteile.

Ihre vorteilhafte Wirkung liegt auch in einer Bleichmittelstabilisierung, beispielsweise für Natriumperborat, in Waschmitteln und bei der Bleiche von Textilien, Zellstoff oder Papierrohstoff. Spuren von Schwermetallen wie Eisen, Kupfer und Mangan, kommen im Waschpulver selbst, im Wasser und im Textilgut vor und katalysieren die Zersetzung des Natriumperborates. Die genannten Komplexbildner binden diese Metallionen und verhindern die unerwünschte Zersetzung des Bleichsystems während der Lagerung und in der Waschlösung. Dadurch erhöht sich die Effizienz des Bleichsystems und Faserschädigungen werden zurückgedrängt.

Zusätzlich werden Enzyme, opt. Aufheller und Duftstoffe vor schwermetallkatalysierter oxidativer Zersetzung geschützt.

45 In flüssigen Waschmittelformulierungen können die genannten Komplexbildner als sog. Konservierungsmittel, zweckmäßig in einer Menge von 0,05 bis 1 Gew.%, bezogen auf das Gesamtgewicht der Waschmittelformulierung, eingesetzt werden.

In Seifen verhindern die genannten Komplexbildner beispielsweise metallkatalysierte oxidative Zersetzungen.

50 Weiterhin dienen sie in hervorragender Weise in Wasch- und Reinigungsmitteln als Gerüststoff (Builder), um Ausfällungen und Inkrustationen auf dem Gewebe zu verhindern.

Sie können in vorteilhafter Weise überall dort eingesetzt werden, wo bei technischen Verfahren Ausfällungen von Ca-, Mg- und Schwermetallsalzen stören und verhindert werden sollen. Beispielsweise zur Verhinderung von Ablagerungen und Verkrustungen in Kesseln, Rohrleitungen, an Sprühdüsen oder allgemein an glatten Oberflächen.

Sie können zur Stabilisierung von Phosphaten in alkalischen Entfettungsbädern und Verhinderung der Ausfällung von Kalkseifen dienen und verhindern dadurch das "Anlaufen" von Nichteisenoberflächen und verlängern die Standzeiten von alkalischen Reinigerbädern.

Sie können als Komplexbildner in alkalischen Entrostungs- und Entzunderungsbädern verwendet werden sowie in galvanischen Bädern anstelle von Cyaniden, um Verunreinigungen zu maskieren.

Die Kühlwasserbehandlung mit den genannten Komplexbildnern verhindert Ablagerungen bzw. löst bereits vorhandene wieder auf. Von Vorteil ist die Anwendung in alkalischem Medium und damit die Beseitigung von Korrosionsproblemen.

Bei der Polymerisation von Kautschuk können sie zur Herstellung der dabei verwendeten Redoxkatalysatoren verwendet werden. Sie verhindern zusätzlich das Ausfallen von Eisenhydroxid im alkalischen Polymerisationsmilieu.

In der photographischen Industrie können die genannten Komplexbildner in Entwickler/Fixierbädern, die mit hartem Wasser angesetzt werden, verwendet werden, um die Ausfällung schwerlöslicher Ca- und Mg-salze zu verhindern. Die Ausfällungen führen zur Grauschleiern auf Filmen und Bildern sowie Ablagerungen in den Tanks, die somit vorteilhaft vermieden werden können. Eisen-III-Komplexbildnerlösungen können vorteilhaft in Bleichfixierbädern eingesetzt werden, wo sie die aus ökologischen Gründen bedenklichen Hexacyanoferratlösungen ersetzen können.

In der Textilindustrie können sie zur Entfernung von Schwermetallspuren während des Herstellungs- bzw. Färbeprozesses von natürlichen und synthetischen Fasern dienen. Dadurch werden viele Störungen verhindert: Schmutzflecken und Streifen auf dem Textilgut, Verlust des Glanzes, schlechte Benetzbarkeit, unegale Färbungen und Farbfehler.

In der Papierindustrie können sie zur Eliminierung von Schwermetall/Eisenionen verwendet werden. Die Ablagerung von Eisen auf Papier führt zu "heißen Flecken", an denen die oxidative, katalytische Zerstörung der Zellulose beginnt.

Als verschiedene Anwendungen kommen beispielsweise Anwendungen in Pharmazeutika, Kosmetika und Nahrungsmitteln in Betracht, um die metallkatalysierte Oxidation von olefinischen Doppelbindungen und damit das Ranzigwerden der Erzeugnisse zu verhindern.

In der Pflanzenernährung werden zur Behebung von Schwermetalldefiziten Cu, Fe, Mn, Zn-Komplexe verwendet. Die Schwermetalle werden als Chelate zugegeben, um die Ausfällung als biologisch inaktive, unlösliche Salze zu verhindern.

Weitere Anwendungsgebiete für die genannten Komplexbildner sind die Rauchgaswäsche, und zwar die Entfernung von NO_x aus Rauchgasen, die H₂S-Oxidation, die Metallextraktion, sowie Anwendung als Katalysatoren für org. Synthesen (z.B. Lufoxidation von Paraffinen, Hydroformylierung von Olefinen zu Alkoholen).

Die genannten Komplexbildner für Erdalkali- und Schwermetallionen werden als Komplexbildner allgemein und ganz besonders hervorzuheben in Wasch- und Reinigungsmitteln sowie Spül- und Waschhilfsmitteln, insbesondere als Komplexbildner für Schwermetall- und/oder Erdalkaliionen, als Bleichmittelstabilisatoren sowie als Gerüststoffe (Builder) verwendet.

Die genannten Verbindungen werden in Wasch- und Reinigungsformulierungen im allgemeinen in eine Menge von 0,01 bis 20 Gew.%, bevorzugt 0,05 bis 10 Gew.%, bezogen auf das Gesamtgewicht der Waschmittelformulierung, eingesetzt.

Bei einer Verwendung bevorzugt als Gerüststoff sind Mengen von 1 bis 10 Gew.%, bei einer Verwendung bevorzugt als Bleichmittelstabilisator für Perborate sind Mengen von 0,05 bis 1 Gew.% besonders bevorzugt. Bei einer Verwendung insbesondere als Komplexbildner in Waschmitteln sind Mengen von 0,1 bis 2 Gew.% bevorzugt.

Wasch- und Reinigungsmittelformulierungen, die, bezogen auf das Gesamtgewicht, 0,01 bis 20, bevorzugt 0,05 bis 10 Gew.%, genannte Verbindung enthalten, enthalten in der Regel als zusätzliche Bestandteile, bezogen auf das Gesamtgewicht, 6 bis 25 Gew.% Tenside, 15 bis 50 Gew.% Builder und gegebenenfalls Co-Builders, 5 bis 35 Gew.% Bleichmittel und gegebenenfalls Bleichmittelaktivatoren, 3 bis 30 Gew.% Hilfsstoffe, wie Enzyme, Schaumregulatoren, Korrosionsinhibitoren, optische Aufheller, Duftstoffe, Farbstoffe, oder Formulierhilfsmittel, wie z.B. Natriumsulfat.

Die genannten Verbindungen können in ihrer Eigenschaft als Komplexbildner, Gerüststoffe und Bleichmittelstabilisatoren auch verwendet werden in Wasch- und Reinigungsformulierungen zusammen mit anderen Mitteln des Standes der Technik, wobei die allgemeinen Eigenschaften im Hinblick auf Sequestrierung, Inkrustationsinhibierung, Primärwaschwirkung und Bleichwirkung unter Umständen deutlich verbessert werden können.

Beispiel

A. Herstellung von Serin-N,N-diacetonitril

Man legt 100 g (1 mol) 30 gew.%ige wäßrige Formaldehydlösung vor und tropft innerhalb von 1,25 Stunden bei 20 bis 25 ° C eine Lösung von 52 g (0,5 mol) Serin in 250 g Wasser zu, bei welcher zuvor mit 37 g 40 %iger NaOH ein pH-Wert von 8,5 eingestellt wurde.

Nach 30-minütigem Weiterrühren bei 25 ° C werden bei 15 bis 20 ° C 27 g (1 mol) Blausäure innerhalb von 1,5 Stunden zugetropft. Anschließend wird bei 20 ° C 30 Minuten weitergerührt, bis Ausgangsmaterialien nicht mehr nachweisbar sind und vollständige Umsetzung erreicht ist.

Es werden 455 g einer ca. 20 %igen Lösung von Serin-N,N-diacetonitril ($\hat{=}$ 98 % d.Th.) erhalten. Die durch Gefriertrocknung isolierte Verbindung hat keinen scharfen Schmp. und schmilzt unter Zersetzung.

Analyse:

10 $C_7H_9N_3O_3$ (183.16) ber. C 45,90 % H 4,95 % N 22,94 % O 26,21 %
gef. C 45,43 % H 5,08 % N 22,72 % O 26,76 %

B. Herstellung von Serin-N,N-diessigsäure-trinatriumsalz

15 Zu 102 g (1,02 mol) 40 gew.%ige wäßrige Natronlauge wird die unter 1 hergestellte wäßrige Lösung von Serin-N,N-diacetonitril innerhalb von 1 Stunde bei 95 bis 110 ° C zugetropft. Nach 3-stündigem Weiterrühren bei 100 ° C wird keine Ammoniakentwicklung mehr festgestellt (insgesamt 0,94 mol).

Es resultiert eine klare, gelbe, ca., 30 gew.%ige wäßrige Lösung von Serin-N,N-di-essigsäure-trinatriumsalz. (Auswaage: 390 g ($\hat{=}$ 94 % d.Th.). Der Schmp. des isolierten Salzes liegt über 300 ° C.

20

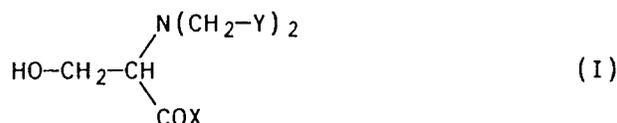
C. Herstellung von Serin-N,N-diessigsäure

Die unter B hergestellte wäßrige Lösung von Serin-N,N-di-essigsäure-trinatriumsalz wird unter vermindertem Druck (Wasserstrahlpumpe) auf ca. 50 Gew.% aufkonzentriert. Mit konzentrierter Salzsäure wird ein pH-Wert von 2 eingestellt. Die Lösung tropft man anschließend auf die 4fache Volumenmenge Methanol. Der ausgefallene farblose Niederschlag wird abfiltriert und nochmals mit Methanol gewaschen. Nach dem Trocknen verbleiben 98 g ($\hat{=}$ 86 % d.Th.) Serin-N,N-diessigsäure vom Schmp. 171 bis 173 ° C, vgl. s. Korman et al., J. Biol. Chem. 221, S. 116 (1956).

30 Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von Verbindungen der Formel I

35



40 in der Y für den Rest -COOH, der gegebenenfalls in Form eines Alkalimetall-, Ammonium- oder substituierten Ammoniumsalzes vorliegt, oder für den Rest -CN steht und

X eine Hydroxylgruppe, wobei die dadurch vorliegende Carbonsäuregruppe gegebenenfalls in Form eines Alkalimetall-, Ammonium- oder substituierten Ammoniumsalzes vorliegt, oder einen Rest -NR³R⁴, in dem R³ und R⁴ gleich oder verschiedenen sind und für ein Wasserstoffatom oder einen Alkylrest mit 1 bis 4 C-Atomen stehen,

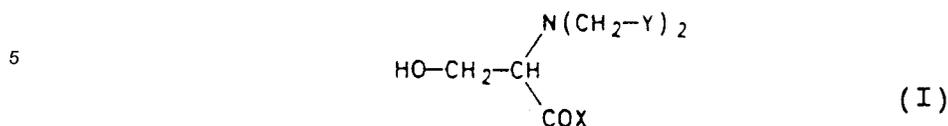
45

bedeutet, dadurch gekennzeichnet, daß man 1 Mol Serin ggfs. in Form eines Alkalisalzes, oder des Säureamids, ggfs. am Amidstickstoffatom durch ein oder zwei Alkylreste mit 1 bis 4 C-Atomen substituiert, in Wasser, einem organischen Lösungsmittel oder ihren Mischungen mit 2 bis 2,6 Mol Formaldehyd und 2 bis 2,3 Mol flüssiger Blausäure bei Temperaturen von 0 bis 45 ° C oder mit 2 bis 50 2,3 Mol Alkalicyanid bei Temperaturen von 40 bis 100 ° C umsetzt und ggfs. vorliegende Amid- und die Nitrilgruppen in Gegenwart von einer Säure oder Base hydrolysiert und ggfs. die freie Säure oder ein Salz gemäß Formel I isoliert.

55 2. Serin-N,N-diacetonitril als Zwischenprodukt zur Herstellung von Serin-N,N-diessigsäure und ihren Salzen.

Claims

1. A process for preparing a compound of the formula I

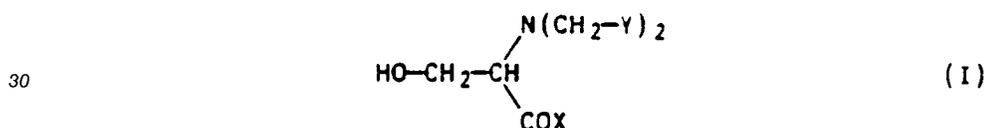


- 10 where Y is the radical -COOH, which may be present in the form of an alkali metal, ammonium or substituted ammonium salt, or the radical -CN, and X is a hydroxyl group, in which case the resulting carboxylic acid group may be present in the form of an alkali metal, ammonium or substituted ammonium salt, or a radical -NR³R⁴, where R³ and R⁴ are identical or different and each is hydrogen or alkyl of from 1 to 4 carbon atoms, which comprises
- 15 reacting 1 mol of serine, optionally in the form of an alkali metal salt, or of the acid amide, optionally monosubstituted or disubstituted on the amide nitrogen atom by alkyl of from 1 to 4 carbon atoms, in water, an organic solvent or a mixture thereof with from 2 to 2.6 mol of formaldehyde and from 2 to 2.3 mol of liquid hydrocyanic acid at from 0 to 45 °C or with from 2 to 2.3 mol of an alkali metal cyanide at from 40 to 100 °C, hydrolyzing any amide and the nitrile groups present in the presence of an acid or
- 20 base, and as required isolating the free acid or a salt conforming to the formula I.

2. Serine-N,N-diacetonitrile as intermediate for preparing serine-N,N-diacetic acid and salts thereof.

Revendications

- 25
1. Procédé de préparation de composés de la formule I



- 35 dans laquelle Y représente le reste -COOH, qui se présente éventuellement sous forme d'un sel de métal alcalin, d'ammonium ou d'ammonium substitué, ou bien Y représente le reste -CN et X représente un radical hydroxyle où le radical acide carboxylique de ce fait présent peut éventuellement se trouver sous la forme d'un sel de métal alcalin, d'ammonium ou d'ammonium substitué, ou bien X représente un reste -NR³R⁴ où R³ et R⁴ peuvent être identiques ou différents et représentent chacun un atome d'hydrogène ou un radical alkyle qui comporte de 1 à 4 atomes de carbone,
- 40

caractérisé en ce que l'on fait réagir une mole de sérine, éventuellement sous forme d'un sel de métal alcalin ou de l'amide d'acide, éventuellement substitué par un ou deux radicaux alkyle comportant de 1 à 4 atomes de carbone sur l'atome d'azote amidique, dans de l'eau, un solvant organique ou leurs

45 mélanges, avec 2 à 2,6 moles de formaldéhyde et 2 à 2,3 moles d'acide cyanhydrique liquide, à des températures de 0 à 45 °C, ou avec 2 à 2,3 moles de cyanure de métal alcalin, à des températures de 40 à 100 °C et on hydrolyse éventuellement les radicaux amide et les radicaux nitrile présents en présence d'un acide ou d'une base et on isole éventuellement l'acide libre ou un sel de celui-ci répondant à la formule I.

- 50
2. Sérine-N,N-diacétonitrile servant de produit intermédiaire pour la préparation d'acide sérine-N,N-diacétique ou ses sels.