República Federativa do Brasil
Ministério do Desenvolvimento, Indústria e do Comércio Exterior
Instituto Nacional da Propriedade Industrial.

(21) **PI1002090-0 A2**

BRPI1002090A2

(22) Data de Depósito: 24/06/2010
(43) Data da Publicação: 06/09/2011
(RPI 2122)

(51) Int.Cl.:
C07C 253/16
C07C 255/23

(54) Título: PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE DERIVADOS DE CIANOALQUILPROPIONATO

(30) Prioridade Unionista: 18/01/2010 IN 129/MUM/2010

(73) Titular(es): Keki Hormusji Gharda

(72) Inventor(es): Keki Hormusji Gharda

(57) Resumo: PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE DERIVADOS DE CIANOALQUILPROPIONATO. A presente invenção refere-se a um processo para a preparação de um composto da fórmula [I] e seus sais: [I] Onde R representa uma alquila de cadeia linear ou ramificada contendo átomos de carbono, C_1-C_{18} . o referido processo consiste de i) reagir cianeto de sódio e paraformaldeido em um solvente selecionado do grupo que consiste de etanol anidro, dimetil-sulfóxido, N-metilpirrolidona, dimetilacetamida e dimetilformamida para obter uma pasta contendo glicolonitrilo seguido de neutralização da pasta utilizando gás HCl seco; ii) misturar a pasta neutralizada contendo glicolonitrilo com etóxido de sódio e cianoacetato da fórmula [II]: ROOC-CH_2CN [II] Onde R representa uma alquila de cadeia linear ou ramificada com átomos de carbono C_1-C_{18}; para obter um sal alcalino do composto da fórmula [1]; iii) neutralizar o sal alcalino do composto da fórmula [I] utilizando o gás HCl seco seguido da remoção de cloreto de sódio por filtração para obter uma filtração clara, e iv) concentração dos filtrado a uma temperatura de cerca de 55°C a cerca de 60°C para remover o álcool seguida por destilação sob pressão reduzida para a obtenção de um composto da fórmula [I].

PI1002090-0

Relatório Descritivo da Patente de Invenção para **"PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE DERIVADOS DE CIANOALQUILPROPIONATO"**

Campo de Invenção

A presente invenção refere-se a um processo para a preparação de derivados de cianoalquilpropionato que são usados como intermediários na síntese de pesticidas.

Antecedentes da Invenção

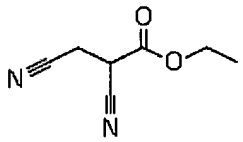
Etil 2,3-Diciano propionato

CAS Número: 40497-11-8

Fórmula Molecular:$C_7H_8N_2O_2$

Peso Molecular :152,15

Estrutura:



Utilização: É utilizado como intermediários na síntese de pesticidas.

Etil 2,3-dicianopropionato foi preparado e caracterizado por Higson e Thorpe (J.Chem.Soc. 89, 1460 (1906)), que obteve o material em bom rendimento (70-81%) por reação de cianohidrina de formaldeído com o sal de sódio de cianoacetato de etila.

Dickinson (J. Am. Chem. Soc 82, 6132 (I960)) repetiu este trabalho. Este método de preparação do dicianopropionato tem uma desvantagem significativa na

medida em que primeiro é necessário isolar o formaldeído de cianohidrina intermediário. Esta cianohidrina, altamente solúvel em água, é obtida por extração contínua longa e tem uma estabilidade limitada, muitas vezes se decompõem violentamente na tentativa de destilar. Além disso, esta reação requer cuidados devido ao risco de formação de produtos secundários diméricos.

A preparação de dicianopropionatos também foi descrita por Whiteley e Marianelli (Síntese (1978), 392) com o processo conduzido à 2,3-succinodinitrilos dissubstituídos do cianoacetato, um aldeído (um 1 a 3 alquilaldeído carbono ou benzaldeído) e cianeto de potássio através de 3-substituído-2, 3-dicianopropionatos. No entanto, o rendimento diminui drasticamente a partir do isobutiraldeído ao acetaldeído.

Do mesmo modo, Smith e Horwitz (J. Am. Chem. Soc. 1949, 21, 3418) descreveram a mesma reação com uma cetona com um rendimento de 70%. Esta técnica, portanto, que ensina a melhorar os rendimentos com o tamanho crescente do grupo adjacente ao grupo carbonila.

A patente australiana AU725472 (B2) divulga a síntese de 2,3-diciano etilpropionato por reação com cianeto de potássio com cianoacetato etílico e paraformaldeído no etanol solvente. O sal de potássio em caso de dissolução em água, acidificação para o pH 4 e extração com diclorometano, obteve 77% de rendimento de 2,3 diciano-etilpropionato. O

processo de divulgado na patente australiana AU725472 evita o uso de cianohidrina de formaldeído.

A patente chinesa CN1785966 divulga um processo para a síntese de etil-2,3-diciano-propionato. O processo referido inclui as seguintes etapas: reação de cianoacetato etílico, paraformaldeído e cianeto de sódio para síntese de etil-2,3-diciano-propionato em meio de dimetil-sulfóxido, extração de etil-2,3-diciano-propionato utilizando diclorometano solvente de dimetilsulfóxido médio, dissolvendo o produto extraído sob pressão reduzida para a obtenção do produto bruto e retificando o referido produto bruto, a fim de obter o produto refinado (etil-2,3-ciano-propionato). A pureza do produto obtido é superior a 98%.

Os métodos para a síntese de derivados de cianoalquilpropano, conforme divulgado na técnica anterior, têm desvantagens significativas na medida em que primeiro é necessário extrair ou isolar a cianohidrina de formaldeído intermediário (glicolonitrila), que é altamente solúvel em água. O isolamento de cianohidrina envolve um processo de extração contínua, tedioso e demorado (extração em contra-corrente com o solvente polar, tal como o éter). Além disso, a cianohidrina tem uma estabilidade limitada e muitas vezes se decompõem violentamente na tentativa de destilação. Além disso, a reação requer cuidados devido ao risco de formação de produtos secundários diméricos.

Assim, há uma necessidade de um processo para a síntese de derivados de cianoalquilpropano que evita o isolamento de glicolonitrila.

Objetivos da Invenção

É um objetivo da invenção apresentar um processo para a preparação de derivados de cianoalquilpropano.

É um outro objetivo da invenção apresentar um processo para a preparação de derivados de cianoalquilpropano que utiliza glicolonitrilo gerado in-situ .

É ainda um outro objetivo da presente invenção apresenta um processo de economia de energia e processo amigável que evita adição de excesso de matérias-primas, tais como cianoacetato etílico.

É um objeto adicional da presente invenção apresentar um processo para a preparação de derivados de cianoalquilpropano que é simples, seguro, conveniente, fácil de operar em escala comercial e de baixo custo.

É ainda outro objetivo da presente invenção apresentar um processo que envolve o uso/adição de matéria-prima em melhores quantidades molares.

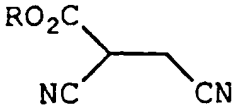
É um outro objetivo da presente invenção apresentar um processo que envolve a quantificação da formação de glicolonitrilo pela análise CG no estágio bruto.

É um outro objetivo da invenção apresentar um processo para a preparação de derivados de

cianoalquilpropano que apresenta produto de elevada pureza com alto rendimento.

Resumo da Invenção

De acordo com a presente invenção é apresentado um processo para a preparação de um composto de fórmula (I) e sal do mesmo;



[I]

Onde R representa uma alquila de cadeia linear ou ramificada com átomos de carbono, C_1-C_{18};

o referido processo inclui as seguintes etapas:

a.reagir um cianeto de metal alcalino e paraformaldeído na presença de um solvente para obter uma pasta fluída contendo glicolonitrilo seguido de neutralização da pasta utilizando gás HCl seco;

b. mistura da pasta neutralizada contendo glicolonitrila com etóxido álcali e cianoacetato da fórmula [II]:

$ROOC\text{-}CH_2CN$

[II]

Onde R representa uma alquila de cadeia linear ou ramificada com átomos de carbono C_1-C_{18};

para obter um sal alcalino do composto da fórmula [I];

c.neutralizar o sal alcalino do composto da fórmula [I] usando o gás HCl seco seguido da remoção do cloreto de sódio por filtração para obter um filtração limpa; e

d. concentração da filtração a uma temperatura de cerca de 55°C a cerca de 60°C para remover o álcool, seguida por destilação sob pressão reduzida para a obtenção de um composto da fórmula [I].

Descrição Detalhada da Invenção

Glicolonitrilo, também denominado como hidroxiacetonitrilo ou formaldeído de cianohidrina (CAS nº 107-16-4) é um composto orgânico com a fórmula $HOCH_2CN$. É o mais simples cianohidrina derivada de formaldeído. É utilizado na síntese de derivados de cianoalquilpropano.

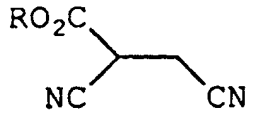
Os métodos para a síntese de derivados de cianoalquilpropano conforme divulgado na técnica anterior têm desvantagens significativas na medida em que primeiro é necessário extrair ou isolar a cianohidrina de formaldeído intermediário (glicolonitrila), que é altamente solúvel em água.

O isolamento de cianohidrina envolve um processo de extração contínua tedioso e demorado (extração em contra-corrente com o solvente polar, tal como o éter). Além disso, a cianohidrina tem estabilidade limitada e muitas vezes

se decompõem violentamente na tentativa de destilação. Além disso, a reação requer cuidados devido ao risco de formação de produtos secundários diméricos.

De acordo com a presente invenção é apresentado um processo para a síntese de derivados de cianoalquilpropano que utiliza glicolonitrilo gerado in-situ em vez de utilizar glicolonitrilo destilado que é obtido por processo de extração contínua tediosa e demorada.

De acordo com a presente invenção é apresentado um processo para a preparação de um composto de fórmula (I) e sal do mesmo;



[I]

Onde R representa uma alquila de cadeia linear ou ramificada com átomos de carbono, C_1-C_{18}.

O processo referido inclui as seguintes etapas:

A primeira etapa consiste de uma reação com um cianeto de metal alcalino e paraformaldeído na presença de um solvente para obter uma pasta contendo glicolonitrilo. Esta suspensão é então neutralizada com gás HCl seco.

De acordo com a presente invenção o cianeto de metal alcalino utilizado na etapa acima é cianeto de sódio.

De acordo com a presente invenção o solvente utilizado na reação é ao menos um solvente selecionado do

grupo que consiste de solventes polares próticos e solventes polares apróticos.

De acordo com uma das modalidades da presente invenção o solvente utilizado na reação é solvente polar prótico que inclui o álcool C_1-C_4.

De acordo com a modalidade preferida da presente invenção o solvente polar prótico utilizado é o etanol anidro.

De acordo com outra modalidade da presente invenção o solvente utilizado na reação é solvente polar aprótico que tem ao menos um selecionado do grupo que consiste de dimetil sulfóxido, N-metilpirrolidona, dimetilacetamida e dimetilformamida.

A segunda etapa envolve a mistura da pasta neutralizada contendo glicolonitrilo com etóxido alcalino e cianoacetato da fórmula [II]:

$$ROOC\text{-}CH_2CN$$

[II]

Onde R representa uma alquila de cadeia linear ou ramificada com átomos de carbono, C_1-C_{18};

para obter um sal alcalino do composto da fórmula [I];

De acordo com a modalidade preferida da presente invenção o etóxido alcalino utilizado na segunda etapa é etóxido de sódio.

De acordo com a presente invenção o cianoacetato utilizado na segunda etapa é cianoacetato de alquila

De acordo com uma modalidade preferida da presente invenção o cianoacetato utilizado na segunda etapa é cianoacetato de etila.

De acordo com outra modalidade da presente invenção a proporção molar de cianeto e paraformaldeído é 1:1.01.

De acordo com a presente invenção o processo é realizado a uma temperatura na faixa de -10 a 10°C.

De acordo com a modalidade preferida da presente invenção o processo é realizado a uma temperatura na faixa de 0 a 10°C.

O sal alcalino obtido do composto da fórmula [I] é então neutralizado pelo uso de gás HCl seco seguido da remoção do cloreto de sódio por filtração para obter uma filtração clara.

A filtração é ainda concentrada a uma temperatura de cerca de 55°C a cerca de 60°C para remover o álcool, seguida por destilação sob pressão reduzida em temperatura elevada para obter um composto da fórmula [I].

De acordo com a modalidade preferida da presente invenção o composto da fórmula [I] é 2,3 diciano propionato de etila.

A invenção será agora descrita em relação aos seguintes exemplos, que não se limitam à invenção de forma alguma e apenas exemplificam a invenção.

Exemplo 1

98 g (2 m) de cianeto de sódio foi adicionado a 500 ml de etanol anidro para obter uma mistura que foi então resfriada a 0 a 10°C. Para esta mistura resfriada, 61,2 g (2,02 m) de paraformaldeído foi adicionado lentamente durante um período de cerca de 1 hora, mantendo a temperatura da reação. A mistura obtida foi agitada por 2 horas para obter uma pasta. O gás HCl seco foi passado para a pasta para ajustar o pH para 2. Após o

equilíbrio durante cerca de 1 hora, o pH foi ajustado para 3 para obter uma pasta contendo glicolonitrilo que foi então filtrado para remover NaCl.

A pasta acima contendo glicolonitrilo foi depois misturada com 196 g (1,73 m) de cianoacetato etílico em -5 a 0°C. Para isso, 1,7 moles de solução de etóxido de sódio (4 M) foi adicionado lentamente a 0-10°C por um período de aproximadamente 4 horas. Após equilibrar a 0-10°C durante 1 hora, a temperatura foi elevada para 30°C por um período de cerca de 2 horas para obter um composto orgânico que contém sal de sódio de 2, 3 diciano-etilpropionato que foi então acidificado com HCl passando gás HCl seco e o pH foi ajustado para 4-5.

A mistura orgânica obtida foi filtrada para remover NaCl. O filtro limpo e lavado em seguida foi concentrado sob pressão reduzida para remover o etanol a 55-60°C. A massa residual foi dissolvida em MDC e a camada orgânica foi lavada com água fria e seca com sulfato de magnésio. Na destilação sob pressão reduzida, foi obtido 2,3-diciano etilpropionato. Rendimento: 67 % com pureza de 98 % CG.

Exemplo 2

98 g (2 m) de cianeto de sódio foi adicionado a 500 cc de etanol anidro para obter uma mistura que foi então resfriada a 5-10°C. Para esta mistura resfriada, 60,8 g (2,02 m) de paraformaldeído foi adicionado lentamente a 5-10°C durante um período de cerca de 1 hora. A mistura de reação foi mantida nesta temperatura por mais 3 horas. A mistura de reação foi então acidificada com gás HCl seco até o pH da mistura ser alcançado para 2 (330 mV)). Após atingir o equilíbrio, o pH foi substituído por 3 adicionando NaOEt para obter uma pasta de glicolonitrilo que foi filtrada para separar

o cloreto de sódio. A massa obtida foi lavada com etanol. A filtração e lavagem contendo glicolonitrilo foi utilizado para a próxima etapa.

A solução contendo glicolonitrilo foi então carregada no reator e resfriada para 0 a 10°C. Para isso, a pasta de sal de sódio de cianoaceato etílico [preparada pela adição de 198 g (1,734 moles) de cianoacetato etílico de 1,70 moles de solução NaOEt (4 M) a 30-40°C) foi adicionado durante 3

horas. Após atingir o equilíbrio, HCl seco foi borbulhado para ajustar o pH da massa de reação para 4-5 (150 mV). Reação em massa foi então, filtrada para obter o filtração que foi então concentrada para remover o solvente. Na destilação sob pressão reduzida, foi obtido 2,3-diciano etil propionato (174g). Rendimento: 65 %.

^{1}H-NMR em $CDCl_3$ (200 MHz) (CH3 (de Ester); triplate, em 1,33 – 1,4 ppm, -CH_2 (de Ester) Quatrate em 4,3 – 4,4 ppm, -CH triplate em 3,9 ppm, & CH2-doblete em 3.0 ppm. Isto confirma a formação do produto. GCMS mostra pico de íon molecular em 152.

Exemplo 3: Preparação e Destilação de Glicolonitrilo

99 g (2 moles, 99%) de cianeto de sódio foi adicionado a 500 ml de etanol anidro em um reator de agitação mecânica a 30°C e o conteúdo resfriado a 5 a 10° C. Para esta mistura, 62,3 g (2,02m, 97,2%) de paraformaldeído foi adicionado uniformemente durante 1 hora e a mistura resultante foi agitada a 5-10°C por 3 horas. Após três horas, 475 ml de 4,62 N etanólico HCl (anidro) foi adicionado para a alteração do pH da mistura resultante para fortemente ácida a 5-10°C e a mistura foi equilibrada na mesma temperatura por mais 1 hora. A pasta obtida foi filtrada para a mesma temperatura e a

massa foi lavada com 75 ml de etanol. O etanol foi destilado a vácuo a partir da filtração e lavagem a 50-55°C. Então o glicolonitrilo foi destilado a vácuo em

temperatura do vapor de 68-70°C para coletar 109,8 g de destilado com 94,3% CG de pureza. Rendimento é de 90.8 %.

Exemplo 4: Síntese de 2,3-diciano etil propionato com Glicolonitrilo destilado

Em um outro reator, 38,6 g de sódio (1,68 m) foi dissolvido em 500 ml de etanol. A solução de etóxido de sódio obtido foi adicionada a 201g (1,76 m, 99%) de cianoacetato etílico durante 0,5 horas para obter uma pasta de sal de sódio de cianoacetato etílico. A pasta acima foi adicionada para 107 g (1,77m) de Glicolonitrilo destilado (CG = 94,3%) em 330 ml de etanol a 5-10°C durante 3 horas. A adição de pasta de sal de sódio de cianoacetato etílico para Glicolonitrilo resulta em solução clara, com a liberação de calor. A solução foi agitada a 5-10°C durante 1 hora adicional e, em seguida, elevou-se a temperatura do líquido a 30°C e equilibrado por 4 horas.

A mistura foi então resfriada a 5-10°C e neutralizada para pH = 4-4,5 (320-330 mV).

A pasta foi depois equilibrada durante 1 hora. A mistura foi filtrada a 10°C e a massa lavada com etanol. Em seguida, o etanol foi destilado a partir da filtração e lavado sob pressão reduzida a 50-55°C. O propionato bruto de 2,3-etil-diciano foi dissolvido em diclorometano, e a solução foi lavada com água fria seguida pela solução de 10% de cinza de soda. A camada orgânica contendo 2,3-diciano-etil-propionato foi então seca sobre $MgSO_4$ e concentrada para recuperar o MDC. A

camada de óleo foi destilada sob pressão reduzida sobre uma coluna de 125-128°C (1-2 mm). Rendimento: 79.6 %.

Exemplo 5: Reação da solução Glicolonitrilo em etanol com sal de sódio de cianoacetato etílico

74,2 g (1,5m, 99%) de cianeto de sódio foi adicionado a 400 ml de etanol anidro em um reator de agitação mecânica a 30°C e o conteúdo resfriado a 5 a 10° C. Para esta mistura, 46,9 g (1,52m, 97,2%) de paraformaldeído foi adicionado uniformemente durante 1 hora e a mistura resultante foi agitada a 5-10°C por 3 horas. Após 3 horas, HCl seco passou lentamente para alterar o pH da pasta para fortemente ácida a 5-10°C durante 3 a 4 horas. A pasta foi filtrada e o massa foi lavada com etanol. Uma pequena alíquota foi concentrada sob pressão reduzida até o peso constante e qualidade estabelecida pela CG. A camada orgânica restante é levada para a próxima etapa.

Em um outro reator, 29,5 g de sódio (1,28 m) foi dissolvido em 450 ml de etanol. A solução de etóxido de sódio obtido foi adicionada a 154 g (1,35 m, 99%) de cianoacetato etílico para obter uma pasta de sal de sódio de cianoacetato etílico. A pasta de sal de sódio de cianoacetato etílico foi adicionada à solução de Glicolonitrilo em etanol como acima obtido por um período de 4 horas em 5-10°C. A solução clara resultante foi depois equilibrada na mesma temperatura por mais 2 horas. Em seguida, a temperatura foi

aumentada gradualmente para 30°C e a mistura foi depois agitada por 4 horas.

A mistura foi então resfriada a 5-10°C e neutralizada para pH = 4-4,5 (320-330 mV) A pasta resultante foi equilibrada durante 1 hora. A mistura foi filtrada a 10°C e a massa lavada com etanol. O etanol foi destilado sob pressão reduzida a partir da filtração e lavado a 50-55°C. O propionato bruto de 2,3-diciano etil propeionato foi dissolvido adicionando diclorometano e a solução foi lavada com água seguida pela solução de 10% de cinza de soda. A camada orgânica contendo 2,3-diciano-etil-propionato foi então seca sobre $MgSO_4$ e concentrada para recuperar o MDC. A camada de óleo foi destilada sob pressão reduzida sobre uma coluna de 125-128°C (1-2 mm). Rendimento: 75.2 %.

Avanço tecnológico:

- O processo de divulgação na presente invenção utiliza glicolonitrilo gerado in-situ para a preparação de 2,3-diciaco etil propionato.

- Quantificação de glicolonitrilo que é formado durante a reação que é realizada na fase bruta por meio da análise CG.

- O processo de divulgação da presente invenção é a economia de energia e aceitação amigável que evita adição de excesso de matérias-primas, tal como cianoacetato etílico por exemplo, processo divulgado na presente invenção envolve a utilização/adição de matéria-prima

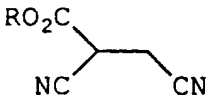
em melhores quantidades molares dependendo da quantificação de glicolonitrilo na reação.

- Além disso, o processo revelado na presente invenção evita utilizar glicolonitrilo destilado que é obtido por processo de extração contínuo tedioso e demorado. O isolamento de glicolonitrilo tem dificuldades de ordem prática, tal como a extração de glicolonitrilo de fluxo aquoso que envolve a extração em contra-corrente com solventes polares, como éter durante um longo período. Em segundo lugar, o isolamento de glicolonitrilo por destilação a vácuo tem riscos potenciais de explosão.

Embora a ênfase considerável foi colocada aqui sobre as etapas específicas do processo preferido, isso será apreciado em que muitas etapas podem ser feitas e que muitas mudanças podem ser realizadas nas etapas preferenciais, sem afastar os princípios da invenção. Estas e outras alterações nas etapas preferidas da invenção serão evidentes para aqueles versados na técnica da descrição aqui, pelo que deve ser claramente entendido que o assunto exposto descritivo deve ser interpretado apenas como ilustrativo da invenção e não como uma limitação.

REIVINDICAÇÕES

1. Processo para a preparação de um composto da fórmula [I] e seus sais:



[I]

Onde R representa uma alquila de cadeia linear ou ramificada com átomos de carbono C_1-C_{18}; caracterizado por:

a. reagir um cianeto alcalino e paraformaldeído na presença de um solvente para obter uma pasta contendo glicolonitrilo seguida de neutralização da pasta utilizando gás HCl seco;

b. mistura da pasta neutralizada contendo glicolonitrilo com cianoacetato e etóxido alcalino da fórmula [II]:

$ROOC\text{-}CH_2CN$

[II]

Onde R representa uma alquila de cadeia linear ou ramificada com átomos de carbono C_1-C_{18}, para obter um sal de álcali do composto da fórmula [I];

c. neutralizar o sal alcalino do composto da fórmula [I] utilizando gás HCl seco seguido da remoção do cloreto de sódio por filtração para obter uma filtração clara; e

d. concentrar a filtração a uma temperatura de cerca de 55°C a cerca de 60°C para remover

o álcool seguida por destilação sob pressão reduzida para obter um composto da fórmula [I].

2. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o cianeto alcalino é cianeto de sódio.

3. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o solvente é ao menos um selecionado do grupo que consiste de solventes polares próticos e solventes polares apróticos.

4. Processo, de acordo com a reivindicação 3, caracterizado pelo fato de que o solvente polar prótico é um álcool C_1-C_4.

5. Processo de acordo com a reivindicação 3, caracterizado pelo fato de que o solvente polar prótico é etanol anidro.

6. Processo, de acordo com a reivindicação 3, caracterizado pelo fato de que o solvente polar prótico é ao menos um selecionado do grupo que consiste de dimetil sulfóxido, N-metilpirrolidona, dimetilacetamida e dimetilformamida.

7. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a proporção molar de cianido e paraformaldeído é 1:1.01.

8. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o etóxido alcalino é etóxido de sódio.

9. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o cianoacetato é cianoacetato de alquila.

10. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o cianoacetato é cianoacetato etílico.

11. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que é realizado a uma temperatura na faixa de cerca de -10 para cerca de 10°C.

12. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que é é realizado a uma temperatura na faixa de cerca de 0 para cerca de 10°C.

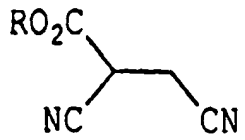
13. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o composto da fórmula [I] é proprionato de 2,3 diciano etil.

PI1002090-0

RESUMO

Patente de Invenção para **"PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE DERIVADOS DE CIANOALQUILPROPIONATO"**

A presente invenção refere-se a um processo para a preparação de um composto da fórmula [I] e seus sais:



[I]

Onde R representa uma alquila de cadeia linear ou ramificada contendo átomos de carbono, C_1-C_{18}.

o referido processo consiste de

i) reagir cianeto de sódio e paraformaldeído em um solvente selecionado do grupo que consiste de etanol anidro, dimetil-sulfóxido, N-metilpirrolidona, dimetilacetamida e dimetilformamida para obter uma pasta contendo glicolonitrilo seguido de neutralização da pasta utilizando gás HCl seco;

ii) misturar a pasta neutralizada contendo glicolonitrilo com etóxido de sódio e

cianoacetato da fórmula [II]:

$ROOC\text{-}CH_2CN$

[II]

Onde R representa uma alquila de cadeia linear ou ramificada com átomos de carbono C_1-C_{18}; para obter um sal alcalino do composto da fórmula [I];

iii) neutralizar o sal alcalino do composto da fórmula [I] utilizando o gás HCl seco seguido da remoção de cloreto de sódio por filtração para obter uma filtração clara, e

iv) concentração dos filtrado a uma temperatura de cerca de 55°C a cerca de 60°C para remover o álcool seguida por destilação sob pressão reduzida para a obtenção de um composto da fórmula [I].