REPÚBLICA FEDERATIVA DO BRASIL

Ministério do Desenvolvimento, Indústria e Comércio Exterior
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

CARTA PATENTE N.º PI 0507184-4

Patente de Invenção

O INSTITUTO NACIONAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL concede a presente PATENTE, que outorga ao seu titular a propriedade da invenção caracterizada neste título, em todo o território nacional, garantindo os direitos dela decorrentes, previstos na legislação em vigor.

(21) Número do Depósito : PI 0507184-4

(22) Data do Depósito : 26/01/2005

(43) Data da Publicação do Pedido : 11/08/2005

(51) Classificação Internacional : C07C 253/10; C07C 253/30

(30) Prioridade Unionista : 29/01/2004 DE 10 2004 004 682.4

(54) Título : PROCESSO PARA PREPARAR ADIPOSINITRILA POR HIDROCIANAÇÃO DE 1,3-BUTADIENO EM UM CATALISADOR

(73) Titular : Basf Aktiengeeellschaft, Companhia Alemã. Endereço: 67056 Ludwigshafen, Alemanha (DE).

(72) Inventor : Michael Bastsch, Químico(a). Endereço: Konrad-Adenauer-Str. 38, 67433 Neustadt, Alemanha. Cidadania: Alemã.; Robert Baumann, Químico(a). Endereço: E 7, 23 68157 Mannheim, Alemanha. Cidadania: Alemã.; Gerd Haderlein, Químico(a). Endereço: Hichgewanne 93a, 67269 Grünstadt, Alemanha. Cidadania: Alemã.; Miguel Angel Flores, Químico(a). Endereço: Acequia 27, 28300 Aranjuez (Madrid), Espanha. Cidadania: Espanhola.; Tim Jungkamp, Químico(a). Endereço: Magnolialaan 19, 2950 Kapellen, Bélgica. Cidadania: Alemã.; Hermann Luyken, Engenheiro(a). Endereço: Brüsseler Ring 34, 67069 Ludwigshafen, Alemanha. Cidadania: Alemã.; Jens Scheidel, Engenheiro(a). Endereço: Büttemer Weg 12, 69493 Hirschberg, Alemanha. Cidadania: Alemã.; Wolfgang Siegel, Químico(a). Endereço: Goethestrasse 34b, 67117 Limburgerhof, Alemanha. Cidadania: Alemã.

Prazo de Validade : 20 (vinte) anos contados a partir de 26/01/2005, observadas as condições legais.

Expedida em : 24 de Junho de 2014.

Assinado digitalmente por
Júlio César Castelo Branco Reis Moreira
Diretor de Patentes

"PROCESSO PARA PREPARAR ADIPODINITRILA POR HIDROCIANAÇÃO DE 1,3-BUTADIENO EM UM CATALISADOR"

Descrição

A presente invenção refere-se a um processo para preparar adipodinitrila por hidrocianação de 1,3-butadieno em um catalisador.

Adipodinitrila é um material inicial importante na produção de náilon que é obtida por hidrocianação dupla de 1,3-butadieno. Em uma primeira hidrocianação, 1,3-butadieno é hidrocianado a 3-penteno-nitrila, e os subprodutos obtidos são principalmente 2-metil-3-buteno-nitrila, 2-penteno-nitrila, nitrilas C_9 e metil-glutaro-nitrila. Em uma segunda hidrocianação subseqüente, 3-penteno-nitrila é reagida com cianeto de hidrogênio para dar adipodinitrila. Ambas as hidrocianações são catalisadas por complexos de fósforo-níquel (0). Em adição, um ácido de Lewis, por exemplo $ZnCl_2$, $FeCl_2$, Et_2AlCl, $Et_3Al_2Cl_3$ ou $EtAlCl_2$, é adicionado na segunda hidrocianação de 3-penteno-nitrila.

Os processos existentes para preparar adipodinitrila reciclam os catalisadores usados nas hidrocianações individuais em geral para as hidrocianações específicas. Contudo, os processos existentes para preparar adipodinitrila por hidrocianação de 1,3-butadieno e hidrocianação subseqüente da 3-penteno-nitrila resultante não exibem qualquer conexão com os circuitos de catalisador usados nas duas hidrocianações. Por razões de economia de processo, isto é, contudo, vantajoso.

Conseqüentemente um objetivo da presente invenção é proporcionar um processo integrado para preparar adipodinitrila por hidrocianação dupla de 1,3-butadieno, que permite a conexão dos circuitos de catalisador das duas hidrocianações durante a preparação de adipodinitrila.

A realização deste objetivo começa de um processo para preparar adipodinitrila por hidrocianação de 1,3-butadieno em um catalisador, em uma primeira etapa de processo, por hidrocianação de 1,3-butadieno a 3-

penteno-nitrila sobre pelo menos um catalisador de níquel (0) e em uma segunda etapa, por hidrocianação de 3-penteno-nitrila a adipodinitrila sobre pelo menos um catalisador de níquel (0) com adição de pelo menos um ácido de Lewis.

O processo de acordo com a invenção compreende transferir, pelo menos um dos catalisadores de níquel (0) usados nas etapas específicas de processo pelo menos parcialmente para outra etapa de processo.

A conexão das correntes de catalisador descritas acima torna possível um processo economicamente viável para preparar adipodinitrila.

Em uma modalidade particularmente preferida da presente invenção, o processo de acordo com a invenção é caracterizado pelas seguintes etapas de processo:

(a) hidrocianar 1,3-butadieno sobre pelo menos um complexo de níquel (0) como um catalisador, resultando em uma corrente de hidrocianação 1 que compreende 3-penteno-nitrila, 2-penteno-nitrila, 2-metil-2-buteno-nitrila, nitrilas C_9, 2-metil-3-buteno-nitrila, o pelo menos um catalisador de níquel (0), metil-glutaro-nitrila, 1,3-butadieno não convertido e resíduos de cianeto de hidrogênio não convertido,

(b) remover o pelo menos um catalisador de níquel (0) da corrente de hidrocianação 1 para obter uma corrente de catalisador 1 que compreende o pelo menos um catalisador de níquel (0), e uma corrente de hidrocianação 2 que compreende 3-penteno-nitrila, 2-penteno-nitrila, 2-metil-2-buteno-nitrila, 2-metil-3-buteno-nitrila e nitrilas C_9,

(c) regenerar o pelo menos um catalisador de níquel (0) na corrente de catalisador 1 por síntese redutiva de catalisador de níquel com adição de ligante fresco para obter uma corrente de catalisador 2,

(d) hidrocianar 3-penteno-nitrila sobre pelo menos um catalisador de níquel (0) e na presença de pelo menos um ácido de Lewis, o catalisador de níquel (0) e o ácido de Lewis provenientes de pelo menos

parcialmente a corrente de catalisador 2, resultando em uma corrente de hidrocianação 3 que compreende o pelo menos um catalisador de níquel (0), adipodinitrila e pelo menos um ácido de Lewis,

(e) remover o pelo menos um catalisador de níquel (0) da corrente de hidrocianação 3 por extração com um solvente orgânico para obter uma corrente de catalisador 3 que compreende o pelo menos um catalisador de níquel (0), e uma corrente de produto que compreende adipodinitrila, e a corrente de catalisador 3 pode ser reciclada pelo menos parcialmente para a etapa (a) de processo.

No contexto da presente invenção, 2-penteno-nitrila também se refere aos isômeros de 2-penteno-nitrila.

No contexto da presente invenção, 2-metil-2-buteno-nitrila também se refere aos isômeros de 2-metil-2-buteno-nitrila.

Etapa (a) de processo compreende a reação de 1,3-butadieno com cianeto de hidrogênio sobre pelo menos um catalisador. O catalisador usado é preferivelmente um catalisador homogeneamente dissolvido. Preferência particular é dada ao uso de catalisadores de níquel (0) homogeneamente dissolvidos.

Os complexos de catalisador de níquel (0) utilizados com preferência específica são preferivelmente estabilizados com ligantes de fósforo.

Os complexos de Ni(0) que contêm ligantes de fósforo e/ou ligantes de fósforo livres são preferivelmente complexos de níquel (0) homogeneamente dissolvidos.

Os ligantes de fósforo dos complexos de níquel (0) e os ligantes de fósforo livres são preferivelmente selecionados de fosfinas, fosfitos, fosfinitos e fosfonitos mono- ou bi-dentados.

Estes ligantes de fósforo preferivelmente possuem a fórmula I:

$$P(X^1R^1)(X^2R^2)(X^3R^3) \quad (I).$$

No contexto da presente invenção, composto I é um composto único ou uma mistura de diferentes compostos de fórmula acima mencionada.

De acordo com a invenção, X^1, X^2, X^3 são cada um independentemente oxigênio ou uma ligação simples. Quando todos os grupos X^1, X^2 e X^3 forem ligações simples, o composto I será uma fosfina de fórmula $P(R^1R^2R^3)$ com as definições de R^1, R^2 e R^3 especificadas nesta descrição.

Quando dois dos grupos X^1, X^2 e X^3 forem ligações simples e um for oxigênio, o composto I será um fosfinito de fórmula $P(OR^1)(R^2)(R^3)$ ou $P(R^1)(OR^2)(R^3)$ ou $P(R^1)(R^2)(OR^3)$ com as definições de R^1, R^2 e R^3 especificadas abaixo.

Quando um dos grupos X^1, X^2 e X^3 for uma ligação simples e dois forem oxigênio, o composto I será um fosfonito de fórmula $P(OR^1)(OR^2)(R^3)$ ou $P(R^1)(OR^2)(OR^3)$ ou $P(OR^1)(R^2)(OR^3)$ com as definições de R^1, R^2 e R^3 especificadas nesta descrição.

Em uma modalidade preferida, todos os grupos X^1, X^2 e X^3 devem ser oxigênio, de modo que o composto I é vantajosamente um fosfito de fórmula $P(OR^1)(OR^2)(OR^3)$ com as definições de R^1, R^2 e R^3 especificadas abaixo.

De acordo com a invenção, R^1, R^2, R^3 são cada um independentemente radicais orgânicos idênticos ou diferentes. R^1, R^2 e R^3 são cada um independentemente radicais alquila preferivelmente possuindo de 1 a 10 átomos de carbono, tais como metila, etila, n-propila, i-propila, n-butila, i-butila, s-butila, t-butila, grupos arila tais como fenila, o-tolila, m-tolila, p-tolila, 1-naftila, 2-naftila, ou hidrocarbila, preferivelmente possuindo de 1 a 20 átomos de carbono, tais como 1,1'-bifenol, 1,1'-binaftol. Os grupos R^1, R^2 e R^3 podem estar ligados juntos diretamente, i.e. não individualmente via o átomo de fósforo central. Preferência é dada aos grupos R^1, R^2 e R^3 que não estão ligados juntos diretamente.

Em uma modalidade preferida, grupos R^1, R^2 e R^3 são radicais

selecionados do grupo consistindo de fenila, o-tolila, m-tolila e p-tolila. Em uma modalidade particularmente preferida, um máximo de dois dos grupos R^1, R^2 e R^3 deve ser grupos fenila.

Em outra modalidade preferida, um máximo de dois dos grupos R^1, R^2 e R^3 deve ser grupos o-tolila.

Compostos I particularmente preferidos que podem ser usados são aqueles de fórmula I a

$$(\text{o-tolil-O-})_w\,(\text{m-tolil-O-})_x\,(\text{p-tolil-O-})_y\,(\text{fenil-O-})_z\,\text{P} \quad \text{(I a)}$$

na qual w, x, y, z são, cada um, um número natural e as seguintes condições se aplicam: $w + x + y + z = 3$ e $w, z \leq 2$.

Exemplos de tais compostos I a são (p-tolil-O-)(fenil-O-)$_2$P, (m-tolil-O-) (fenil-O-)$_2$P, (o-tolil-O-)(fenil-O-)$_2$P, (p-tolil-O-)$_2$(fenil-O-)P, (m-tolil-O-)$_2$(fenil-O-)P, (o-tolil-O-)$_2$(fenil-O-)P, (m-tolil-O-)(p-tolil-O-)(fenil-O-)P, (o-tolil-O-)(p-tolil-O-)(fenil-O-)P, (o-tolil-O-) (m-tolil-O-)(fenil-O-)P, (p-tolil-O-)$_3$P, (m-tolil-O-)(p-tolil-O-)$_2$P, (o-tolil-O-)(p-tolil-O-)$_2$P, (m-tolil-O-)$_2$(p-tolil-O-)P, (o-tolil-O-)$_2$(p-tolil-O-)P, (o-tolil-O-)(m-tolil-O-) (p-tolil-O-)P, (m-tolil-O-)$_3$P, (o-tolil-O-)(m-tolil-O-)$_2$P, (o-tolil-O-)$_2$(m-tolil-O-)P ou misturas de tais compostos.

Misturas compreendendo (m-tolil-O-)$_3$P, (m-tolil-O-)$_2$(p-tolil-O-)P, (m-tolil-O-)(p-tolil-O-)$_2$P e (p-tolil-O-)$_3$P podem ser obtidas, por exemplo, pela reação de uma mistura compreendendo m-cresol e p-cresol, em particular em uma razão molar de 2:1, como obtida na separação destilativa de óleo bruto, com um tri-haleto de fósforo, tal como tricloreto de fósforo.

Em outra modalidade, igualmente preferida, os ligantes de fósforo são os fosfitos, descritos em detalhe em DE-A 199.53 058, de fórmula I b:

$$\text{P}\,(\text{O-R}^1)_x\,(\text{O-R}^2)_y\,(\text{O-R}^3)_z\,(\text{O-R}^4)_p \quad \text{(I b)}$$

na qual

R^1: radical aromático possuindo um substituinte C_1-C_{18}-alquila

na posição-o ao átomo de oxigênio que liga o átomo de fósforo no sistema aromático, ou possuindo um substituinte aromático na posição-o ao átomo de oxigênio que liga o átomo de fósforo no sistema aromático, ou possuindo um sistema aromático fusionado na posição-o ao átomo de oxigênio que liga o átomo de fósforo no sistema aromático,

R^2: radical aromático possuindo um substituinte C_1-C_{18}-alquila na posição-m ao átomo de oxigênio que liga o átomo de fósforo no sistema aromático, ou possuindo um substituinte aromático na posição-m ao átomo de oxigênio que liga o átomo de fósforo no sistema aromático, ou possuindo um sistema aromático fusionado na posição-m ao átomo de oxigênio que liga o átomo de fósforo no sistema aromático, o radical aromático possuindo um átomo de hidrogênio na posição-o ao átomo de oxigênio que liga o átomo de fósforo no sistema aromático,

R^3: radical aromático possuindo um substituinte C_1-C_{18}-alquila na posição-p ao átomo de oxigênio que liga o átomo de fósforo no sistema aromático, ou possuindo um substituinte aromático na posição-p ao átomo de oxigênio que liga o átomo de fósforo no sistema aromático, o radical aromático possuindo um átomo de hidrogênio na posição-o ao átomo de oxigênio que liga o átomo de fósforo no sistema aromático,

R^4: radical aromático que possui substituintes diferentes daqueles definidos para R^1, R^2 e R^3 na posição-o, -m e -p ao átomo de oxigênio que liga o átomo de fósforo no sistema aromático, o radical aromático possuindo um átomo de hidrogênio na posição-o ao átomo de oxigênio que liga o átomo de fósforo no sistema aromático,

x: 1 ou 2,

y, z, p: cada um independentemente 0, 1 ou 2, desde que x+y+z+p=3.

Fosfitos de fórmula I b preferidos podem ser obtidos de DE-A 199.53.058. O radical R^1 pode ser vantajosamente grupos o-tolila, o-etil-

fenila, o-n-propil-fenila, o-isopropil-fenila, o-n-butil-fenila, o-sec-butil-fenila, o-tert-butil-fenila, (o-fenil)fenila ou 1-naftila.

Radicais R^2 preferidos são grupos m-tolila, m-etil-fenila, m-n-propil-fenila, m-isopropil-fenila, m-n-butil-fenila, m-sec-butil-fenila, m-tert-butil-fenila, (m-fenil)fenila ou 2-naftila.

Radicais R^3 vantajosos são grupos p-tolila, p-etil-fenila, p-n-propil-fenila, p-isopropil-fenila, p-n-butil-fenila, p-sec-butil-fenila, p-tert-butil-fenila ou (p-fenil)fenila.

O radical R^4 é preferivelmente fenila. p é preferivelmente zero. Para os índices x, y, z e p no composto I b, há as seguintes possibilidades:

x	y	z	p
1	0	0	2
1	0	1	1
1	1	0	1
2	0	0	1
1	0	2	0
1	1	1	0
1	2	0	0
2	0	1	0
2	1	0	0

Os fosfitos de fórmula I b preferidos são aqueles nos quais p é zero, e R^1, R^2 e R^3 são cada um independentemente selecionados de o-isopropil-fenila, m-tolila e p-tolila, e R^4 é fenila.

Fosfitos de fórmula I b particularmente preferidos são aqueles nos quais R^1 é o radical o-isopropil-fenila, R^2 é o radical m-tolila e R^3 o radical p-tolila com os índices especificados na tabela acima; também aqueles nos quais R^1 é o radical o-tolila, R^2 é o radical m-tolila e R^3 é o radical p-tolila com os índices especificados na tabela; adicionalmente aqueles nos quais R^1 é o radical 1-naftila, R^2 é o radical m-tolila e R^3 é o radical p-tolila com os índices especificados na tabela; também aqueles nos quais R^1 é o radical o-tolila, R^2 é o radical 2-naftila e R^3 é o radical p-tolila com os índices especificados na tabela; e finalmente aqueles nos quais R^1 é o radical o-

isopropil-fenila, R^2 é o radical 2-naftila e R^3 é o radical p-tolila com os índices especificados na tabela; e também misturas destes fosfitos.

Fosfitos de fórmula I b podem ser obtidos por

a) reação de um tri-haleto de fósforo com um álcool selecionado do grupo consistindo de R^1OH, R^2OH, R^3OH e R^4OH ou misturas dos mesmos para obter um monoéster de di-halo-fósforo,

b) reação de monoéster de di-halo-fósforo mencionado com um álcool selecionado do grupo consistindo de R^1OH, R^2OH, R^3OH e R^4OH ou misturas dos mesmos para obter um diéster de mono-halo-fósforo e

c) reação de diéster de mono-halo-fósforo mencionado com um álcool selecionado do grupo consistindo de R^1OH, R^2OH, R^3OH e R^4OH ou misturas dos mesmos para obter um fosfito de fórmula I b.

A reação pode ser realizada em três etapas sucessivas. Igualmente, duas das três etapas podem ser combinadas, i.e. a) com b) ou b) com c). Alternativamente, todas as etapas a), b) e c) podem ser juntamente combinadas.

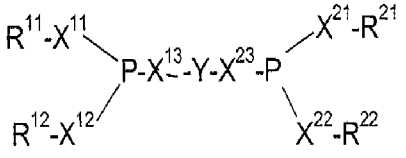
Parâmetros e quantidades adequadas dos alcoóis selecionados do grupo consistindo de R^1OH, R^2OH, R^3OH e R^4OH ou misturas dos mesmos podem ser determinados por uns poucos experimentos preliminares simples.

Tri-haletos de fósforo úteis são em princípio todos os tri-haletos de fósforo, preferivelmente aqueles nos quais o haleto usado é Cl, Br, I, em particular Cl, e misturas dos mesmos. Também é possível o uso de misturas de várias fosfinas idêntica ou diferentemente substituídas com halogênio como o tri-haleto de fósforo. Preferência particular é dada a PCl_3. Detalhes adicionais sobre as condições de reação na preparação de fosfitos I b e o processamento de purificação podem ser encontrados em DE-A 199.53.058.

Os fosfitos I b também podem ser usados na forma de uma

mistura de fosfitos I b diferentes como um ligante. Uma tal mistura pode ser obtida, por exemplo, na preparação dos fosfitos I b.

Contudo, preferência é dada ao ligante de fósforo que é multidentado, em particular bidentado. O ligante usado portanto preferivelmente possui a fórmula II



(II)

na qual

$X^{11}, X^{12}, X^{13}, X^{21}, X^{22}, X^{23}$ são cada um independentemente oxigênio ou uma ligação simples

R^{11}, R^{12} são cada um independentemente radicais orgânicos idênticos ou diferentes, separados ou ligados por ponte,

R^{21}, R^{22} são cada um independentemente radicais orgânicos idênticos ou diferentes, separados ou ligados por ponte,

Y é um grupo de ligação de ponte.

No contexto da presente invenção, o composto II é um composto único ou uma mistura de compostos diferentes de fórmula acima mencionada.

Em uma modalidade preferida, X^{11}, X^{12}, X^{13}, X^{21}, X^{22}, X^{23} podem ser, cada um, oxigênio. Em um tal caso, o grupo de ligação de ponte Y é ligado nos grupos fosfito.

Em outra modalidade preferida, X^{11} e X^{12} podem ser, cada um, oxigênio e X^{13} uma ligação simples, ou X^{11} e X^{13} cada um oxigênio e X^{12} uma ligação simples, de modo que o átomo de fósforo circundado por X^{11}, X^{12} e X^{13} seja o átomo central de um fosfonito. Em um tal caso, X^{21}, X^{22} e X^{23} podem ser cada um oxigênio, ou X^{21} e X^{22} podem ser cada um oxigênio e X^{23} uma ligação simples, ou X^{21} e X^{23} podem ser cada um oxigênio e X^{22} uma ligação simples, ou X^{23} pode ser oxigênio e X^{21} e X^{22} cada um uma ligação

simples, ou X^{21} pode ser oxigênio e X^{22} e X^{23} cada um uma ligação simples, ou X^{21}, X^{22} e X^{23} podem ser cada um uma ligação simples, de modo que o átomo de fósforo circundado por X^{21}, X^{22} e X^{23} possa ser o átomo central de um fosfito, fosfonito, fosfinito ou fosfina, preferivelmente um fosfonito.

Em outra modalidade preferida, X^{13} pode ser oxigênio e X^{11} e X^{12} cada um uma ligação simples, ou X^{11} pode ser oxigênio e X^{12} e X^{13} cada um uma ligação simples, de modo que o átomo de fósforo circundado por X^{11}, X^{12} e X^{13} seja o átomo central de um fosfonito. Em um tal caso, X^{21}, X^{22} e X^{23} podem ser cada um oxigênio, ou X^{23} pode ser oxigênio e X^{21} e X^{22} cada um uma ligação simples, ou X^{21} pode ser oxigênio e X^{22} e X^{23} cada um uma ligação simples, ou X^{21}, X^{22} e X^{23} podem ser cada um uma ligação simples, de modo que o átomo de fósforo circundado por X^{21}, X^{22} e X^{23} possa ser o átomo central de um fosfito, fosfinito ou fosfina, preferivelmente um fosfinito.

Em outra modalidade preferida, X^{11}, X^{12} e X^{13} podem ser cada um uma ligação simples, de modo que o átomo de fósforo circundado por X^{11}, X^{12} e X^{13} seja o átomo central de um fosfina. Em um tal caso, X^{21}, X^{22} e X^{23} podem ser cada um oxigênio, ou X^{21}, X^{22} e X^{23} podem ser cada um uma ligação simples, de modo que o átomo de fósforo circundado por X^{21}, X^{22} e X^{23} possa ser o átomo central de um fosfito ou fosfina, preferivelmente uma fosfina.

O grupo de ligação de ponte Y é preferivelmente um grupo arila que está substituído, por exemplo com C_1-C_4-alquila, halogênio, tal como flúor, cloro, bromo, alquila halogenada, tal como trifluorometila, arila, tal como fenila, ou está não substituído, preferivelmente um grupo possuindo de 6 a 20 átomos de carbono no sistema aromático, em particular pirocatecol, bis(fenol) ou bis(naftol).

Os radicais R^{11} e R^{12} podem ser cada um independentemente radicais orgânicos idênticos ou diferentes. Radicais R^{11} e R^{12} vantajosos são radicais arila, preferivelmente aqueles possuindo de 6 a 10 átomos de

carbono, que podem estar não substituídos ou mono- ou poli-substituídos, em particular com C_1-C_4-alquila, halogênio, tal como flúor, cloro, bromo, alquila halogenada, tal como trifluorometila, arila, tal como fenila, ou grupos arila não substituídos.

Os radicais R^{21} e R^{22} podem ser cada um independentemente radicais orgânicos idênticos ou diferentes. Radicais R^{21} e R^{22} vantajosos são radicais arila, preferivelmente aqueles possuindo de 6 a 10 átomos de carbono, que podem estar não substituídos ou mono- ou poli-substituídos, em particular com C_1-C_4-alquila, halogênio, tal como flúor, cloro, bromo, alquila halogenada, tal como trifluorometila, arila, tal como fenila, ou grupos arila não substituídos.

Os radicais R^{11} e R^{12} podem estar cada um separados ou ligados por ponte. Os radicais R^{21} e R^{22} também podem estar cada um separados ou ligados por ponte. Os radicais R^{11}, R^{12}, R^{21} e R^{22} podem estar cada um separados, dois podem estar ligados por ponte ou dois podem estar separados, ou todos os quatro podem estar ligados por ponte, na maneira descrita.

Em uma modalidade particularmente preferida,compostos úteis são aqueles de fórmula I, II, III, IV e V especificados em US 5.723.641. Em uma modalidade particularmente preferida, compostos úteis são aqueles de fórmula I, II, III, IV, V, VI e VII especificados em US 5.512.696, em particular os compostos usados lá nos exemplos 1 a 31. Em uma modalidade particularmente preferida, compostos úteis são aqueles de fórmula I, II, III, IV, V, VI, VII, VIII, IX, X, XI, XII, XIII, XIV e XV especificados em US 5.821.378, em particular os compostos usados lá nos exemplos 1 a 73.

Em uma modalidade particularmente preferida, compostos úteis são aqueles de fórmula I, II, III, IV, V e VI especificados em US 5.512.695, em particular os compostos usados lá nos exemplos 1 a 6. Em uma modalidade particularmente preferida, compostos úteis são aqueles de

fórmula I, II, III, IV, V, VI, VII, VIII, IX, X, XI, XII, XIII e XIV especificados em US 5.981.772, em particular os compostos usados lá nos exemplos 1 a 66.

Em uma modalidade particularmente preferida, compostos úteis são aqueles especificados em US 6.127.567 e os compostos usados lá nos exemplos 1 a 29. Em uma modalidade particularmente preferida, compostos úteis são aqueles de fórmula I, II, III, IV, V, VI, VII, VIII, IX e X especificados em US 6.020.516, em particular os compostos usados lá nos exemplos 1 a 33. Em uma modalidade particularmente preferida, compostos úteis são aqueles especificados em US 5.959.135, e os compostos usados lá nos exemplos 1 a 13.

Em uma modalidade particularmente preferida, compostos úteis são aqueles de fórmula I, II e III especificados em US 5.847.191. Em uma modalidade particularmente preferida, compostos úteis são aqueles especificados em US 5.523.453, em particular os compostos ilustrados lá na fórmula 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 16, 17, 18, 19, 20 e 21. Em uma modalidade particularmente preferida, compostos úteis são aqueles especificados em WO 01/14392, preferivelmente os compostos ilustrados lá na fórmula V, VI, VII, VIII, IX, X, XI, XII, XIII, XIV, XV, XVI, XVII, XXI, XXII, XXIII.

Em uma modalidade particularmente preferida, compostos úteis são aqueles especificados em WO 98/27054. Em uma modalidade particularmente preferida, compostos úteis são aqueles especificados em WO 99/13983. Em uma modalidade particularmente preferida, compostos úteis são aqueles especificados em WO 99/64155.

Em uma modalidade particularmente preferida, compostos úteis são aqueles especificados no pedido de patente alemã DE 100.380.37. Em uma modalidade particularmente preferida, compostos úteis são aqueles especificados no pedido de patente alemã DE 100.460.25. Em uma

modalidade particularmente preferida, compostos úteis são aqueles especificados no pedido de patente alemã DE 101.502.85.

Em uma modalidade particularmente preferida, compostos úteis são aqueles especificados no pedido de patente alemã DE 101.502.86. Em uma modalidade particularmente preferida, compostos úteis são aqueles especificados no pedido de patente alemã DE 102.071.65. Em uma outra modalidade particularmente preferida da presente invenção, ligantes quelatos de fósforo úteis são aqueles especificados em US 2003/0100442 A1.

Em uma outra modalidade particularmente preferida da presente invenção, ligantes quelatos de fósforo úteis são aqueles especificados no pedido de patente alemã de número de referência DE 103.50.999.2 de 30.10.2003 que possui uma data de prioridade inicial mas não havia sido publicado na data de prioridade do presente pedido.

Os compostos I, I a, I b e II descritos e sua preparação são per se conhecidos. Ligantes de fósforo usados também podem ser misturas de pelo menos dois dos compostos I, I a, I b e II.

Em uma modalidade particularmente preferida do processo de acordo com a invenção, o ligante de fósforo do complexo de níquel (0) e/ou o ligante de fósforo livre é selecionado de tritolil-fosfito, ligantes quelatos de fósforo bidentados e os fosfitos de fórmula I b

$$P(O\text{-}R^1)_x(O\text{-}R^2)_y(O\text{-}R^3)_z(O\text{-}R^4)_p \qquad (I\,b)$$

na qual R^1, R^2 e R^3 são cada um independentemente selecionados de o-isopropil-fenila, m-tolila e p-tolila, R^4 é fenila; x é 1 ou 2, e y, z, p são cada um independentemente 0, 1 ou 2 desde que x+y+z+p = 3; e suas misturas.

A hidrocianação pode ser realizada na presença ou na ausência de um solvente. Quando um solvente é usado, o solvente deve ser líquido na dada temperatura de reação e na dada pressão de reação e inerte em relação aos compostos insaturados e ao pelo menos um catalisador. Em geral, os

solventes usados são hidrocarbonetos, por exemplo benzeno ou xileno, nitrilas, por exemplo acetonitrila ou benzonitrila. Contudo, preferência é dada ao uso de um ligante como o solvente. Também é possível o emprego de uma pluralidade de, tal como dois ou três, solventes.

Os catalisadores usados na etapa (a) de processo podem ser preparados, por exemplo, por síntese redutiva de catalisador. Para este fim, uma fonte de níquel (II) é reagida com o ligante por processos comumente conhecidos, como descrito, por exemplo, em US 6.127.567 e as referências lá citadas, e também nos pedidos de patente alemã DE 103.51.000.1, DE 103.51.002.8 e DE 103.51.003.6 de BASF AG para dar o complexo de níquel (0).

Etapa (a) de processo do processo de acordo com a invenção pode ser realizada em qualquer aparelhagem conhecida por aquelas pessoas experientes na arte. Aparelhagem útil para a reação é aquela que é costumeira para este propósito, como descrito, por exemplo, em: Kirk-Othmer, Encyclopedia of Chemical Technology, 4th Ed. Vol. 20, John Wiley & Sons, New York 1996, páginas 1040 to 1055, tal como reatores de tanque agitado, reatores de circuito, reatores de circulação de gás, reatores de coluna de borbulhamento ou reatores tubulares, em cada caso se apropriado com aparelhagem para remover calor de reação. A reação pode ser realizada em uma pluralidade de, tal como duas ou três, aparelhagens.

Em uma modalidade preferida do processo de acordo com a invenção, reatores vantajosos têm sido verificados como sendo aqueles possuindo características de retro-misturação ou baterias de reatores possuindo características de retro-misturação.Tem sido verificado que baterias de reatores particularmente vantajosas possuindo características de retro-misturação têm sido verificadas como sendo aquelas que são operadas no modo de fluxo cruzado com relação à alimentação de cianeto de hidrogênio.

A reação pode ser realizada no modo em batelada, no modo

contínuo ou em operação de semi-batelada.

Preferência é dada à realização da hidrocianação no modo contínuo em uma ou mais etapas de processo agitado. Quando uma pluralidade de etapas de processo é usada, preferência é dada às etapas de processo conectadas em série. Neste caso, o produto é transferido de uma etapa de processo diretamente para a etapa de processo seguinte. O cianeto de hidrogênio pode ser alimentado diretamente à primeira etapa de processo ou entre as etapas de processo individuais.

Quando o processo de acordo com a invenção é realizado em operação em semi-batelada, é preferido que o reator seja inicialmente carregado com os componentes catalíticos e 1,3-butadieno, enquanto que o cianeto de hidrogênio é adicionado na mistura reacional no decorrer do tempo de reação.

A reação de hidrocianação pode ser realizada carregando a aparelhagem com todos os reagentes. Contudo, é preferido que a aparelhagem seja cheia com o pelo menos um catalisador, 1,3-butadieno e, se apropriado, o solvente. O cianeto de hidrogênio gasoso preferivelmente flutua sobre a superfície da mistura reacional ou é passado através da mistura reacional. Um outro procedimento para carregar a aparelhagem é encher a aparelhagem com o pelo menos um catalisador, cianeto de hidrogênio e, se apropriado, o solvente, e lentamente adicionar o 1,3-butadieno na mistura reacional. Alternativamente, também é possível que os reagentes sejam introduzidos no reator e a mistura reacional seja trazida para a temperatura de reação na qual o cianeto de hidrogênio é adicionado na mistura na forma líquida. Em adição, o cianeto de hidrogênio também pode ser adicionado antes do aquecimento para a temperatura de reação. A reação é realizada sob condições de hidrocianação convencionais para temperatura, atmosfera, tempo de reação, etc.

A reação é preferivelmente realizada em pressões de 0,1 a 500 MPa, mais preferivelmente de 0,5 a 50 MPa, em particular de 1 a 5 MPa. A

reação é preferivelmente conduzida em temperaturas de 273 a 473 K, mais preferivelmente de 313 a 423 K, em particular de 333 a 393 K. Tempos de residência médios vantajosos da fase líquida do reator têm sido verificados estando dentro da faixa de 0,001 a 100 horas, preferivelmente de 0,05 a 20 horas, mais preferivelmente de 0,1 a 5 horas, por reator.

Em uma modalidade, a reação pode ser realizada em uma fase líquida na presença de uma fase gasosa e, se apropriada, de uma fase sólida suspensa. Os materiais, cianeto de hidrogênio e 1,3-butadieno, podem ser cada um adicionados em uma forma líquida ou gasosa.

Em uma outra modalidade, a reação pode ser realizada na fase líquida, em cujo caso a pressão no reator é tal que todas as alimentações tais como 1,3-butadieno, cianeto de hidrogênio e o pelo menos um catalisador são adicionados na forma líquida e estão na fase líquida na mistura reacional. Uma fase sólida suspensa pode estar presente na mistura reacional e também pode ser adicionada juntamente com o pelo menos um catalisador, por exemplo consistindo de produtos de degradação do sistema catalítico compreendendo compostos de níquel (II) inter alia.

Na etapa (a) de processo, uma corrente de hidrocianação 1é obtida que compreende 3-penteno-nitrila, 2-penteno-nitrila, 2-metil-2-buteno-nitrila, nitrilas C_9, 2-metil-3-buteno-nitrila, o pelo menos um catalisador de níquel (0), metil-glutaro-nitrila, 1,3-butadieno não convertido e resíduos de cianeto de hidrogênio não convertido. Esta corrente de hidrocianação 1 preferivelmente contém de 1% a 80% em peso, mais preferivelmente de 10% a 50% em peso, de pelo menos um catalisador, de 0,1% a 50% em peso, mais preferivelmente de 1% a 25% em peso, de 1,3-butadieno, de 1% a 80% em peso, mais preferivelmente de 10% a 50% em peso, de penteno-nitrilas compreendendo trans-3-penteno-nitrila, 2-metil-3-buteno-nitrila e também outros isômeros de penteno-nitrila, e de 0,1 ppm em peso a 10% em peso, mais preferivelmente de 10 ppm em peso a 1% em peso, de cianeto de

hidrogênio, e menos do que 5% em peso, mais preferivelmente menos do que 4% em peso, de metil-glutaro-nitrila. A quantidade de nitrilas C_9 é preferivelmente pequena.

A corrente de hidrocianação 1 que compreende 3-penteno-nitrila, 2-metil-3-buteno-nitrila, 2-penteno-nitrila, nitrilas C_9, metil-glutaro-nitrila e o pelo menos um catalisador é subseqüentemente transferida para a ***etapa (b) de processo***.

Nesta etapa (b) de processo, o pelo menos um catalisador de níquel (0) é removido da corrente de hidrocianação 1. Isto proporciona uma corrente de catalisador 1 que compreende o pelo menos um catalisador de níquel (0). Em adição, uma corrente de hidrocianação 2 é obtida que compreende 3-penteno-nitrila, 2-penteno-nitrila, 2-metil-2-buteno-nitrila, nitrilas C_9, 2-metil-3-buteno-nitrila e metil-glutaro-nitrila. A remoção do pelo menos um catalisador de níquel (0) é preferivelmente efetuada por destilação.

A remoção do pelo menos um catalisador de níquel (0) da corrente de hidrocianação 1 por destilação pode ser realizada em qualquer aparelhagem adequada conhecida por aquelas pessoas experientes na arte. Aparelhagem adequada para destilação é como descrita, por exemplo, em: Kirk-Othmer, Encyclopedia of Chemical Technology, 4th Ed., Vol. 8, John Wiley & Sons, New York, 1996, páginas 334 a 338, tal como colunas de bandeja perfurada, colunas de bandeja de borbulhamento, colunas recheadas ou compactadas, que também podem ser operadas como colunas de paredes divisórias. Esta aparelhagem de destilação é preferivelmente equipada em cada caso com aparelhagem adequada para evaporação, tal como evaporadores de filme descendente, evaporadores de filme delgado, evaporadores tubulares helicoidais de multifases, evaporadores de circulação natural ou evaporadores de vaporização rápida de circulação forçada, e também com aparelhagem para condensação da corrente de vapor. A destilação pode ser conduzida em uma pluralidade de, tal como duas ou três,

aparelhagens. A destilação pode ser efetuada em um estágio no caso de uma evaporação parcial da corrente de alimentação. Preferência particular é dada às modalidades nas quais as temperaturas de fundo das aparelhagens de destilação são todas menores do que 140°C, preferivelmente menores do que 130°C, mais preferivelmente menores do que 120°C. Outras modalidades preferidas proporcionam uma soma dos tempos de residência médios no fundo das aparelhagens de destilação de no máximo 10 horas, mais preferivelmente de no máximo 5 horas, em particular de no máximo 1 hora. Especialmente preferidas são as modalidades que atendem simultaneamente às duas características detalhadas acima. As modalidades caracterizam-se por manuseio de catalisador particularmente suave.

O pelo menos um catalisador de níquel (0) removido na etapa (b) de processo na corrente de catalisador 1 é então subseqüentemente regenerado em uma ***etapa (c) de processo*** por síntese redutiva de catalisador de níquel, se apropriado com adição de ligante fresco e com adição de ácido de Lewis adicional.

A regeneração do pelo menos um catalisador de níquel (0) pode ser realizada em qualquer aparelhagem adequada conhecida por aquelas pessoas experientes na arte. Aparelhagem é, por exemplo, aquela que é costumeira para este propósito, que é descrita, por exemplo, em: Kirk-Othmer, Encyclopedia of Chemical Technology, 4th Ed., Vol. 20, John Wiley & Sons, New York, 1996, páginas 1040 a 1055, tais como reatores de tanque agitado, reatores de circulação, reatores de circulação de gás, reatores de coluna de borbulhamento ou reatores tubulares. A reação também pode ser realizada em uma pluralidade de, por exemplo 2 ou 3, aparelhagens.

Uma modalidade preferida da síntese redutiva de catalisador de níquel é descrita no pedido de patente alemã DE 103.51.000.1, que possui uma data prioridade inicial mas que não havia sido publicada na data de prioridade do presente pedido, com o título "Preparation of nickel(0)-

phosphorus ligand complexes" da BASF AG. De acordo com esta, o catalisador de níquel (0) é preparado pela redução de um aduto de níquel (II)-éter na presença de pelo menos um ligante de fósforo. O aduto de níquel (II) - éter a ser usado para este processo é preferivelmente preparado por dissolução de um haleto de níquel em água, misturação com um éter e uma nitrila orgânica, se apropriada com agitação, e subseqüente remoção de água e, se apropriado, de éter. O aduto de níquel (II) - éter é preferivelmente anidro, e, em uma modalidade preferida, compreende um haleto de níquel. Haletos de níquel úteis são cloreto de níquel, brometo de níquel e iodeto de níquel. Preferência é dada ao cloreto de níquel. O aduto de níquel (II) - éter usado preferivelmente compreende um éter contendo oxigênio, éter contendo enxofre ou éter misto contendo oxigênio / enxofre. Este é preferivelmente selecionado do grupo consistindo de tetra-hidro-furano, dioxano, dietil-éter, di-n-propil-éter, diisopropil-éter, di-n-butil-éter, di-sec-butil-éter, etileno-glicol-dialquil-éter, dietileno-glicol-dialquil-éter e trietileno-glicol-dialquil-éter. O etileno-glicol-dialquil-éter usado é preferivelmente etileno-glicol-dimetil-éter (1,2-dimetóxi-etano, glima) e etileno-glicol-dietil-éter. O dietileno-glicol-dialquil-éter usado é preferivelmente dietileno-glicol- dimetil-éter (diglima). O trietileno-glicol-dialquil-éter usado é preferivelmente trietileno-glicol-dimetil-éter (triglima). O agente redutor usado para preparar o complexo de níquel (0) é preferivelmente selecionado do grupo consistindo de metais que são mais eletropositivos do que o níquel, metal-alquilas, corrente elétrica, hidretos complexos e hidrogênio.

Em uma outra modalidade, o catalisador de níquel (0) pode ser preparado por um processo que é descrito no pedido de patente alemã DE 103.51.002.8, que possui uma dada de prioridade inicial mas não havia sido publicado na data de prioridade, com o título "Preparation of nickel(0)-phosphorus ligand complexes" de BASF AG. De acordo com esta, o complexo de níquel (0) é preparado pela redução de uma fonte de níquel (II)

que compreende brometo de níquel, iodeto de níquel ou suas misturas na presença de pelo menos um ligante de fósforo. A fonte de níquel (II) é preferivelmente usada sem secagem especial precedente. É preferido que a preparação seja efetuada preferivelmente em um solvente que é selecionado do grupo consistindo de nitrilas orgânicas, hidrocarbonetos aromáticos ou alifáticos ou misturas dos mesmos. Os agentes redutores usados são preferivelmente metais que são mais eletropositivos do que o níquel. Também é possível o emprego de metal-alquilas, corrente elétrica, hidretos complexos ou hidrogênio.

Em adição, o catalisador de níquel (0) usado no processo de acordo com a invenção também pode ser preparado por um processo que é descrito no Pedido de patente alemã DE 103.51.003.6, que possui uma data de prioridade inicial mas não havia sido depositado na data de prioridade do presente pedido, com o título "Use of azeotropically dried nickel(II) halides" da BASF AG. De acordo com este, o complexo de níquel (0) é preparado pela redução de um haleto de níquel (II) aquoso, seco por destilação azeotrópica se previamente contivesse água, na presença de pelo menos um ligante de fósforo. O haleto de níquel (II) é preferivelmente selecionado do grupo consistindo de cloreto de níquel (II), brometo de níquel (II) e iodeto de níquel (II). O haleto de níquel (II) seco por destilação azeotrópica é preferivelmente preparado por um processo para remoção de água dos haletos de níquel (II) aquosos correspondentes, na qual a mistura é misturada com um diluente cujo ponto de ebulição, no caso de o diluente mencionado não formar um azeótropo com água sob as condições de pressão da destilação mencionada acima, é maior do que o ponto de ebulição da água e que está presente na forma líquida neste ponto de ebulição da água, ou que forma um azeótropo ou heteroazeótropo com água sob as condições de pressão e de temperatura da destilação mencionada acima, e a mistura compreendendo o haleto de níquel (II) aquoso e o diluente é destilada com remoção de água ou do azeótropo

mencionado desta mistura para obter uma mistura anidra compreendendo haleto de níquel (II) e o citado diluente. A mistura em alguns casos pode ser uma suspensão. A mistura é caracterizada por um conteúdo residual de água menor do que 1.000 ppm em peso, mais preferivelmente menor do que 500 ppm em peso, especialmente menor do que 100 ppm em peso. O diluente usado é preferivelmente um diluente orgânico possuindo pelo menos um grupo nitrila, preferivelmente penteno-nitrila. A redução para a preparação do complexo de níquel (0) correspondente é preferivelmente efetuada por metais que são mais eletropositivos do que o níquel. Alternativamente, também é possível usar metal-alquilas, corrente elétrica, hidretos de metal e hidrogênio.

O ligante usado nos processos de acordo com os pedidos de patente acima descritos DE 103.51.000.1, DE 103.51.002.8 e DE 103.51.003.6 também pode estar presente em uma solução de ligante que já tem sido usada como uma solução de catalisador em reações de hidrocianação, e está portanto empobrecida em níquel (0).

No contexto da presente invenção, um ácido de Lewis refere-se a um ácido de Lewis individual ou a uma mistura de uma pluralidade de, tal como 2, 3 ou 4, ácidos de Lewis.

Ácidos de Lewis úteis são compostos orgânicos ou inorgânicos de metal nos quais o cátion é selecionado do grupo consistindo de escândio, titânio, vanádio, cromo, manganês, ferro, cobalto, cobre, zinco, boro, alumínio, ítrio, zircônio, nióbio, molibdênio, cádmio, rênio e estanho. Exemplos incluem $ZnBr_2$, ZnI_2, $ZnCl_2$, $ZnSO_4$, $CuCl_2$, CuCl, $Cu(O_3SCF_3)_2$, $CoCl_2$, CoI_2, FeI_2, $FeCl_3$, $FeCl_2$, $FeCl_2(THF)_2$, $TiCl_4(THF)_2$, $TiCl_4$, $TiCl_3$, $ClTi(O\text{-isopropil})_3$, $MnCl_2$, $ScCl_3$, $AlCl_3$, $(C_8H_{17})AlCl_2$, $(C_8H_{17})_2AlCl$, $(i\text{-}C_4H_9)_2AlCl$, $(C_6H_5)_2AlCl$, $(C_6H_5)AlCl_2$, $ReCl_5$, $ZrCl_4$, $NbCl_5$, VCl_3, $CrCl_2$, $MoCl_5$, YCl_3, $CdCl_2$, $LaCl_3$, $Er(O_3SCF_3)_3$, $Yb(O_2CCF_3)_3$, $SmCl_3$, $B(C_6H_5)_3$, $TaCl_5$, como descritos, por exemplo, em US 6.127.567, US 6.171.996 e US 6.380.421. Também são úteis os sais de metal tais como $ZnCl_2$, CoI_2 e $SnCl_2$,

e compostos organometálicos tais como $RAlCl_2$, R_2AlCl, $RSnO_3SCF_3$ e R_3B, nos quais R é um grupo alquila ou arila, como descritos, por exemplo, em US 3.496.217, US 3.496.218 e US 4.774.353. De acordo com US 3.773.809, o promotor usado também pode ser um metal na forma catiônica que é selecionado do grupo consistindo de zinco, cádmio, berílio, alumínio, gálio, índio, tálio, titânio, zircônio, háfnio, érbio, germânio, estanho, vanádio, nióbio, escândio, cromo, molibdênio, tungstênio, manganês, rênio, paládio, tório, ferro e cobalto, preferivelmente zinco, cádmio, titânio, estanho, cromo, ferro e cobalto, e o grupo aniônico do composto pode ser selecionado do grupo consistindo de haletos tais como fluoreto, cloreto, brometo e iodeto, ânions de ácidos graxos inferiores possuindo de 2 a 7 átomos de carbono, HPO_3^{2-}, H_3PO^{2-}, CF_3COO^-, $C_7H_{15}OSO_2^-$ ou SO_4^{2-}. Outros promotores adequados, descritos em US 3.773.809, são boro-hidretos, organo-boro-hidretos, e ésteres bóricos de fórmula R_3B e $B(OU)_3$, na qual R é selecionado do grupo consistindo de hidrogênio, radicais arila possuindo de 6 a 18 átomos de carbono, radicais arila substituídos com grupos alquila possuindo de 1 a 7 átomos de carbono e radicais arila substituídos com grupos alquila substituídos com ciano possuindo de 1 a 7 átomos de carbono, vantajosamente trifenil-boro. Ainda mais, como descritos em US 4.874.884, é possível usar combinações sinergicamente ativas de ácidos de Lewis, com o propósito de aumentar a atividade do sistema catalítico. Promotores adequados podem ser, por exemplo, selecionados do grupo consistindo de $CdCl_2$, $FeCl_2$, $ZnCl_2$, $B(C_6H_5)_3$ e $(C_6H_5)_3SnX$ no qual $X=CF_3SO_3$, $CH_3C_6H_4SO_3$ ou $(C_6H_5)_3BCN$, e a razão preferida especificada de promotor para níquel é de cerca de 1:16 a cerca de 50:1.

No contexto da presente invenção, o termo ácido de Lewis também inclui os promotores especificados em US 3.496.217, US 3.496.218, US 4.774.353, US 4.874.884, US 6.127.567, US 6.171.996 e US 6.380.421.

Ácidos de Lewis particularmente preferidos dentre aqueles

mencionados são em particular sais de metal, mais preferivelmente haletos de metal, tais como fluoretos, cloretos, brometos, iodetos, em particular cloretos, cuja preferência particular é dada por sua vez a cloreto de zinco, cloreto de ferro (II) e cloreto de ferro (III).

Na modalidade preferida do processo de acordo com a invenção, 3-penteno-nitrila é subseqüentemente hidrocianada em uma ***etapa (d) de processo*** em um catalisador de níquel (0) e na presença de um ácido de Lewis proveniente de pelo menos parcialmente da corrente de catalisador 2. Isto proporciona uma corrente de hidrocianação 3. Esta compreende o pelo menos um catalisador de níquel (0), adipodinitrila e pelo menos um ácido de Lewis.

Condições vantajosas da hidrocianação de 3-penteno-nitrila podem ser obtidas de US 6.127.567 e US 5.693.843, cujos conteúdos sobre tema são incorporados como referência na presente invenção.

Etapa (d) de processo pode ser realizada em qualquer aparelhagem adequada conhecida por aquelas pessoas experientes na arte. Aparelhagem útil para a reação é portanto aparelhagem costumeira, como descrita, por exemplo, em: Kirk-Othmer, Encyclopedia of Chemical Technology, 4th Ed., Vol. 20, John Wiley & Sons, New York, 1996, páginas 1040 a 1055, tais como reatores de tanque agitado, reatores de circuito, reatores de circulação de gás, reatores de coluna de borbulhamento ou reatores tubulares, em cada caso se apropriado com aparelhagem para remoção de calor de reação. A reação pode ser realizada em uma pluralidade de, tal como duas ou três, aparelhagens.

Em uma modalidade preferida do processo de acordo com a invenção, reatores vantajosos têm sido verificados como sendo aqueles possuindo características de retro-misturação ou baterias de reatores possuindo características de retro-misturação. Baterias de reatores particularmente vantajosas possuindo características de retro-alimentação têm

sido verificadas como sendo aquelas que são operadas no modo de fluxo cruzado em relação à alimentação de cianeto de hidrogênio.

Se apropriado, também é possível que apenas uma porção da corrente de catalisador 2 seja usada na hidrocianação da etapa (d) de processo. A porção restante é então conduzida diretamente para a etapa (e) de processo como uma corrente de desvio 1.

Em uma ***etapa (e) de processo*** subseqüente, o pelo menos um catalisador de níquel (0) é preferivelmente removido da corrente de hidrocianação 3. Isto é efetuado preferivelmente por extração com um solvente orgânico. Isto proporciona uma corrente de catalisador 3 que compreende pelo menos um catalisador de níquel, e uma corrente de produto que compreende adipodinitrila.

Etapa (e) de processo pode ser realizada em qualquer aparelhagem adequada conhecida por aquelas pessoas experientes na arte. A extração da etapa (e) de processo ocorre preferivelmente em colunas de extração em contracorrente, unidades misturadoras-sedimentadoras ou combinações de unidades misturadoras-sedimentadoras com colunas. Preferência particular é dada ao uso de colunas de extração em contracorrente que estão equipadas especialmente com recheios de metal em chapas como elementos dispersantes. Isto é surpreendente, visto que o efluente de hidrocianação está carregado de sólidos. Tem sido verificado de acordo com a invenção que o sólido contendo cianeto de níquel (II) que é formado nas etapas (a) e/ou (d) de hidrocianação, contrariamente às expectativas, não tem tendência para causar incrustação sob as condições da extração e não forma quaisquer depósitos observáveis sobre os elementos internos de coluna.

Em uma outra modalidade particularmente preferida, a extração em contracorrente é realizada em uma coluna de extração agitada, compartimentada.

Em uma modalidade preferida, agente de extração é usado

como a fase dispersa e a corrente de hidrocianação 3 como a fase contínua.

Na extração, pode ser utilizada uma razão de fases de 0,1 a 10, calculada como a razão de volume de agente de extração para o volume da mistura a ser extraída. Em uma modalidade preferida, a extração é operada com uma razão de fases de 0,4 a 2,5, em uma modalidade preferida de 0,75 a 1,5.

A pressão absoluta na etapa (e) de processo é preferivelmente de 0,1 a 10 bar, mais preferivelmente de 0,5 a 5 bar, em particular de 1,0 a 2,5 bar. A extração é realizada preferivelmente em temperaturas de -15 a 120°C, mais preferivelmente de 0 a 60°C, em particular de 25 a 45°C.

Em uma modalidade preferida da presente invenção, o agente de extração é selecionado do grupo consistindo de ciclo-hexano, metil-ciclo-hexano, n-hexano, n-heptano, ciclo-alifáticos C6, C7, C8, C9 isoméricos, cis-, trans-deca-hidro-naftaleno e misturas dos mesmos.

Em uma modalidade particularmente preferida,o agente de extração usado é ciclo-hexano, metil-ciclo-hexano ou suas misturas. Substancialmente nenhum ácido de Lewis entra na fase de catalisador. Neste contexto, substancialmente significa que a concentração residual de ácido de Lewis na fase de catalisador é preferivelmente menor do que 3% em peso, mais preferivelmente menor do que 2% em peso, em particular menor do que 0,5% em peso, baseado na fase de catalisador após a extração, embora os ligantes quelatos particularmente preferidos complexem com o ácido de Lewis e o arrastam para dentro da fase de catalisador não-polar na extração.

O agente de extração usado é preferivelmente anidro, anidro significando no contexto da presente invenção que o agente de extração contém menos do que 100 ppm, preferivelmente menos do que 50 ppm, em particular menos do que 10 ppm, de água. O agente de extração pode ser seco por processos adequados conhecidos por aquelas pessoas experientes na arte, por exemplo por adsorção ou destilação azeotrópica.

O agente de extração é preferivelmente seco por destilação azeotrópica em uma etapa de processo separada. Esta é efetuada preferivelmente destiladamente como uma destilação heteroazeotrópica. A pressão absoluta nesta etapa de processo é preferivelmente de 0,01 a 10,0 bar, mais preferivelmente de 0,05 a 5,0 bar, em particular de 0,1 a 1,0 bar. A destilação é realizada em uma tal maneira que a temperatura no fundo da aparelhagem de destilação é preferivelmente de 40 a 250°C, mais preferivelmente de 50 a 180°C, em particular de 60 a 150°C. A destilação é realizada em uma tal maneira que a temperatura no topo da aparelhagem de destilação é preferivelmente de 0 a 200°C, mais preferivelmente de 5 a 100°C, em particular de 20 a 50°C. Em uma modalidade preferida do processo de acordo com a invenção, as faixas de temperatura acima mencionadas são mantidas tanto no topo quanto no fundo da aparelhagem de destilação. A destilação azeotrópica do agente de extração é efetuada preferivelmente em uma coluna de destilação possuindo especialmente bandejas de borbulhamento, recheios de metais em folha estruturados, recheios de tecido estruturado, bandejas de fluxo duplo ou leitos de recheios aleatórios como elementos internos separados, se apropriado em uma coluna de parede divisória, com retiradas laterais presentes, um separador de fases na remoção de líquido do condensador de topo para remover água, com aparelhagem para reciclagem separada de fases orgânicas como refluxo para colunas, e também aparelhagens adicionais adequadas para destilação azeotrópica.

No processo de acordo com a invenção, é adicionalmente preferido que o catalisador de níquel (0) que é obtido na etapa (e) de processo e está presente na corrente de catalisador 3 seja reciclado pelo menos parcialmente na etapa (a) de processo. Aqui é vantajoso que o ácido de Lewis na etapa (e) de processo seja removido substancialmente totalmente do catalisador de níquel (0), porque um ácido de Lewis remanescente em uma

hidrocianação de 1,3-butadieno acarreta formação desproporcionada de subproduto metil-glutaro-nitrila. Isto reduziria a seletividade total do processo.

É vantajoso o uso de um catalisador fresco ou redutivamente regenerado para o processo de acordo com a invenção inicialmente na hidrocianação de 3-penteno-nitrila, por que um ácido de Lewis é requerido neste estágio e o ácido de Lewis é formado como um subproduto da síntese redutiva de catalisador, por exemplo de uma mistura de haleto de níquel ou adutos de solvente - haleto de níquel, preferivelmente selecionados do grupo consistindo de cloreto de níquel, brometo de níquel, iodeto de níquel, mais preferivelmente cloreto de níquel, um metal redutor, preferivelmente selecionado do grupo consistindo de zinco ou ferro. Sobre este tema, referência é feita aos pedidos de patente alemãs já mencionados, DE 103.51.000.1, DE 103.51.002.8 e DE 103.51.003.6 da BASF AG.

Portanto é particularmente preferido que a seqüência de processo inicie com a etapa (d) de processo na primeira corrida quando são usados ácido de Lewis e catalisador de níquel (0) fresco e/ou catalisador de níquel (0) redutivamente regenerado.

É particularmente preferido que a 3-penteno-nitrila hidrocianada na etapa (d) de processo provenha da corrente de hidrocianação 1.

Em uma outra modalidade preferida do processo de acordo com a invenção, a corrente de hidrocianação 1 proveniente da etapa (a) de processo é submetida adicionalmente a uma etapa de isomerização (a') antes da etapa (b) de processo. Nesta etapa 2-metil-3-buteno-nitrila, que é formada como um subproduto indesejado na hidrocianação de 1,3-butadieno e está presente na corrente de hidrocianação 1, é isomerizada a 3-penteno-nitrila sobre pelo menos um catalisador de níquel (0). Isto forma uma corrente de isomerização 1 empobrecida em 2-metil-3-buteno-nitrila e enriquecida em 3-

penteno-nitrila. A corrente de isomerização 1 enriquecida em 3-penteno-nitrila assim obtida é subseqüentemente usada na etapa (b) de processo em vez de a corrente de hidrocianação 1.

O catalisador de níquel (0) usado para a isomerização de 2-metil-3-buteno-nitrila pode ser um catalisador de níquel (0) como descrito acima para a hidrocianação de 1,3-butadieno ou para a hidrocianação de 3-penteno-nitrila.

De acordo com a invenção, uma isomerização é realizada na presença de um sistema compreendendo:

a) pelo menos níquel (0),

b) se apropriado, um composto que complexa níquel (0) como um ligante e contém fósforo trivalente,

c) se apropriado, um ácido de Lewis.

A preparação de sistemas de catalisador contendo níquel (0) é per se conhecida, para os propósitos da presente invenção, pode ser efetuada por processos per se conhecidos.

Em adição, o sistema adicionalmente compreende um composto adequado como um ligante para níquel (0) que possui pelo menos um átomo de fósforo trivalente, ou uma mistura de tais compostos. Este composto já tem sido discutido no presente pedido na descrição dos catalisadores de hidrocianação.

Em adição, o sistema compreende, se apropriado, um ácido de Lewis como já descrito acima.

De acordo com a invenção, a isomerização proporciona penteno-nitrila linear.

No contexto da presente invenção, penteno-nitrila linear refere-se a um único tal isômero ou uma mistura de 2, 3, 4 ou 5 tais isômeros diferentes.

A penteno-nitrila linear pode ser cis-2-penteno-nitrila, trans-2-

penteno-nitrila, cis-3-penteno-nitrila, trans-3-penteno-nitrila, 4-penteno-nitrila ou misturas das mesmas, preferivelmente cis-3-penteno-nitrila, trans-3-penteno-nitrila, 4-penteno-nitrila ou misturas das mesmas, em particular cis-3-penteno-nitrila, trans-3-penteno-nitrila ou misturas das mesmas, que são referidas no contexto da presente invenção como 3-penteno-nitrila, ambas em cada caso individualmente ou em uma mistura.

A isomerização pode ser realizada na presença de um diluente líquido, por exemplo um hidrocarboneto tal como hexano, heptano, octano, ciclo-hexano, metil-ciclo-hexano, benzeno, deca-hidro-naftaleno, por exemplo um éter como dietil-éter, tetra-hidro-furano, dioxano, glicol- dimetil-éter, anisol, por exemplo um éster tal como acetato de etila, benzoato de metila, ou por exemplo uma nitrila tal como acetonitrila, benzonitrila, ou misturas de tais diluentes. Em uma modalidade preferida, isomerização é efetuada na ausência de um tal diluente líquido.

Em adição, tem sido verificado como vantajosa a realização de todas as etapas de processo de acordo com a invenção em uma atmosfera não oxidante, tal como sob uma atmosfera de gás protetor composta de nitrogênio, ou um gás nobre tal como argônio.

De acordo com a invenção, uma mistura compreendendo 2-metil-3-buteno-nitrila e penteno-nitrila linear é removida se apropriado da mistura reacional durante a isomerização. A remoção pode ser vantajosamente destilativa.

Em uma modalidade preferida, uma corrente compreendendo 2-metil-3-buteno-nitrila e penteno-nitrila linear, preferivelmente consistindo de 2-metil-3-buteno-nitrila e penteno-nitrila linear, é removida continuamente ou quase continuamente, preferivelmente continuamente. Também é possível fornecer a corrente de hidrocianação 1 compreendendo 2-metil-3-buteno-nitrila continuamente ou quase continuamente, preferivelmente continuamente.

Em uma modalidade preferida, a corrente e alimentação pode possuir um conteúdo de 2-metil-3-buteno-nitrila dentro da faixa de 10% a 100% em peso, preferivelmente de 50% a 75% em peso.

Em uma modalidade preferida, a corrente removida pode possuir um conteúdo de 2-metil-3-buteno-nitrila de 5% a 80% em peso, preferivelmente de 20% a 60% em peso, e um conteúdo de penteno-nitrila linear de 20% a 95% em peso, preferivelmente de 40% a 80% em peso, desde que a soma dos conteúdos de 2-metil-3-buteno-nitrila e penteno-nitrila linear seja no máximo 100% em peso.

Aparelhagem útil para a destilação é aquela que é costumeira para este propósito, como descrita, por exemplo, em: Kirk-Othmer, Encyclopedia of Chemical Technology, 3rd Ed., Vol. 7, John Wiley & Sons, New York, 1979, páginas 870-881, tal como colunas de bandeja perfurada, colunas de bandeja de borbulhamento, colunas recheadas ou compactadas.

É igualmente possível remover diretamente do reator sem estágios de separação.

A concentração da corrente removida com respeito à razão molar de 2-metil-3-buteno-nitrila para o penteno-nitrila linear pode ser ajustada, dependendo da composição da corrente de alimentação, em uma maneia tecnicamente simples pela temperatura, pela pressão e pela razão de refluxo na destilação.

Em uma primeira modalidade, a isomerização é efetuada em uma conexão de aparelhagem projetada para isto, como descrita, por exemplo, no pedido de patente alemã DE ... com o título "Preparation of penteno-nitrila linear" da BASF AG (B03/0436).

Em uma outra modalidade, a isomerização é efetuada em uma ou mais aparelhagens de destilação da etapa (b) de processo.

A temperatura na região da zona de isomerização que é a região de fundo no caso de uma aparelhagem de destilação como o vaso de

reação pode ser preferivelmente de pelo menos 10°C, mais preferivelmente pelo menos 60°C, em particular pelo menos 100°C, especialmente 110°C.

A temperatura na região da zona de isomerização que é a região de fundo no caso de uma aparelhagem de destilação como o vaso de reação pode ser preferivelmente no máximo 200°C, mais preferivelmente no máximo 150°C, em particular no máximo 140°C, especialmente no máximo 130°C.

A pressão na região da zona de isomerização que é a região de fundo no caso de uma aparelhagem de destilação como o vaso de reação pode ser preferivelmente de pelo menos 5 mbar, mais preferivelmente de pelo menos 200 mbar, em particular pelo menos 500 mbar, especialmente 600 mbar.

A pressão na região da zona de isomerização que é a região de fundo no caso de uma aparelhagem de destilação como o vaso de reação pode ser preferivelmente de no máximo 5000 mbar, mais preferivelmente no máximo 4000 mbar, em particular no máximo 3000 mbar.

Igualmente, a pressão mencionada pode ser estabelecida como a pressão parcial da corrente de nitrila pela introdução de um gás inerte tal como nitrogênio ou argônio (efeito de extração).

Quando uma etapa (a') de processo é realizada no processo de acordo com a invenção, na qual 2-metil-3-buteno-nitrila é isomerizada, uma corrente de isomerização 1 empobrecida em 2-metil-3-buteno-nitrila e enriquecida em 3-penteno-nitrila é obtida nesta isomerização. Desta corrente de isomerização 1, o pelo menos um catalisador de níquel (0) é removido para obter uma corrente de catalisador 1' que compreende o pelo menos um catalisador de níquel (0). Em adição, uma corrente de hidrocianação 2' é obtida que compreende 3-penteno-nitrila e 2-metil-3-buteno-nitrila.

Preferência é dada à efetuação desta separação na etapa (b) de processo presente, de modo que a corrente de catalisador 1' e a corrente de

catalisador 1, e também a corrente de hidrocianação 2 e a corrente de hidrocianação 2, sejam idênticas.

Esta corrente de hidrocianação 2 pode se apropriado ser subseqüentemente separada em uma etapa (f) de processo para obter uma corrente 4 rica em 3-penteno-nitrila e uma corrente 5 rica em 2-metil-3-buteno-nitrila.

É preferido que a corrente 4 rica em 3-penteno-nitrila que contém preferivelmente no máximo 1% em peso, mais preferivelmente no máximo 0,5% em peso, em particular no máximo 0,3% em peso, de 2-metil-3-buteno-nitrila é conduzida para a etapa (d) de processo. Em adição, é preferido que a corrente 5 rica em 2-metil-3-buteno-nitrila seja reciclada para a etapa (a') de processo, na qual a 2-metil-3-buteno-nitrila é de novo isomerizada.

É possível que apenas uma porção da corrente de catalisador 2 seja usada para a hidrocianação na etapa (d) de processo e a porção restante da corrente de catalisador 2 seja transferida diretamente para a etapa (a') de processo como uma corrente de desvio 1'. Em uma outra modalidade do processo de acordo com a invenção, as etapas (a') e (f) de processo opcionais acima descritas são portanto realizadas, em cujo caso,

- a corrente de hidrocianação 1 é conduzida diretamente para a etapa (b) de processo e
- o catalisador de níquel (0) requerido para a isomerização na etapa (a') de processo é obtido da etapa (c) de processo como a corrente de desvio 1'.

Alternativamente, também é possível que apenas uma porção da corrente de catalisador 3 seja usada para a hidrocianação na etapa (a) de processo e a porção restante da corrente de catalisador 3 seja transferida diretamente para a etapa (a') de processo como uma corrente de desvio 2'. Em uma outra modalidade do processo de acordo com a invenção, as etapas (a') e

(f) opcionais acima descritas são portanto realizadas, em cujo caso;

- a corrente de hidrocianação 1 é conduzida diretamente para a etapa (b) de processo e em

- o catalisador de níquel (0) requerido para a isomerização na etapa ('a) de processo é obtido da etapa (e) de processo como a corrente de desvio 2.

Em adição, é preferido que um catalisador de níquel (0) fresco ou redutivamente regenerado seja fornecido à etapa (c) de processo de acordo com a invenção.

É particularmente preferido quando o processo de acordo com a invenção for realizado continuamente.

O fechamento do circuito de catalisador descrito acima resulta em perda de níquel (0) antes da regeneração estando preferivelmente entre 30% e 80%, mais preferivelmente de 30% a 70%, em particular de 40% a 60%, do valor original. Isto garante que a regeneração de catalisador sempre forme ácido de Lewis suficiente para a hidrocianação de 3-penteno-nitrila, preferivelmente de 0,4 a 8 equivalentes em mol / níquel, mais preferivelmente de 0,4 a 4 equivalentes em mol / níquel, em particular de 0,4 a 1 equivalente em mol / níquel.

A presente invenção é ilustrada em detalhe com referência às Figuras 1 a 4.

Figura 1 mostra uma modalidade preferida do processo de acordo com a invenção, na qual a corrente de hidrocianação 1 da etapa (a) de processo não é submetida a uma isomerização.

Na etapa (a) de processo, ocorre inicialmente a hidrocianação de 1,3-butadieno com cianeto de hidrogênio. Desta etapa (a) de processo resulta uma corrente de hidrocianação 1 que é conduzida para a etapa (b) de processo de remoção de catalisador. Nesta etapa (b) de processo, o pelo menos um catalisador de níquel (0) é removido da corrente de hidrocianação 1

para obter uma corrente de catalisador 1. Esta corrente de catalisador 1 compreende o pelo menos um catalisador de níquel (0). Em adição, uma corrente de hidrocianação 2 é obtida na etapa (b) de processo e compreende 3-penteno-nitrila, 2-penteno-nitrila, 2-metil-2-buteno-nitrila, 2-metil-3-buteno-nitrila e nitrilas C_9. A corrente de catalisador 2 é subseqüentemente transferida para uma etapa (c) de processo. Aqui, o pelo menos um catalisador de níquel (0) na corrente de catalisador 1 é redutivamente regenerado. Isto resulta em uma corrente de catalisador 2 que é subseqüentemente transferida para a etapa de processo de hidrocianação de 3-penteno-nitrila (etapa (d) de processo). Desta hidrocianação, uma corrente de hidrocianação 3 é obtida e é transferida para a etapa (e) de processo de remoção de catalisador. Isto proporciona uma corrente de catalisador 3 que é reciclada para a etapa (a) de processo de hidrocianação de 1,3-butadieno. Em adição, uma corrente de produto é obtida na etapa (e) de produto e compreende adipodinitrila.

Figura 2 ilustra uma modalidade do processo de acordo com a invenção, na qual 2-metil-3-buteno-nitrila é isomerizada a 3-penteno-nitrila.

Na etapa (a) de processo, 1,3-butadieno é hidrocianado sobre pelo menos um catalisador de níquel (0). Isto resulta em uma corrente de hidrocianação 1 que compreende 3-penteno-nitrila, 2-penteno-nitrila, 2-metil-2-buteno-nitrila, 2-metil-3-buteno-nitrila, nitrilas C_9, metil-glutaro-nitrila e o pelo menos um catalisador de níquel (0). Esta corrente de hidrocianação é subseqüentemente transferida para uma etapa (a') de processo na qual 2-metil-3-buteno-nitrila é isomerizada a 3-penteno-nitrila sobre pelo menos um catalisador de níquel (0). Isto proporciona uma corrente de isomerização 1 empobrecida em 2-metil-3-buteno-nitrila e enriquecida em 3-penteno-nitrila. Esta corrente de isomerização 1 é subseqüentemente transferida para a etapa (b) de processo. Nesta etapa (b) de processo, o pelo menos um catalisador de níquel (0) é removido da corrente de isomerização 1 para obter uma corrente de catalisador 1 que compreende o pelo menos um catalisador de níquel (0). É

adicionalmente obtida nesta etapa de processo uma corrente de hidrocianação 2 que compreende 3-penteno-nitrila, 2-penteno-nitrila, 2-metil-2-buteno-nitrila, nitrilas C_9 e 2-metil-3-buteno-nitrila. Subseqüentemente, a corrente de catalisador 1 é transferida para a etapa (c) de processo e é redutivamente regenerado. Isto proporciona uma corrente de catalisador 2 que é parcialmente transferida para a etapa (d) de processo. A corrente de catalisador que não é transferida para a etapa (d) de processo é adicionada a uma corrente de desvio 1 para a corrente de hidrocianação 3 resultante da etapa (d) de processo. Na etapa (d) de processo, 3-penteno-nitrila é hidrocianada sobre o pelo menos um catalisador de níquel (0) na presença de um ácido de Lewis que está presente na corrente de catalisador 2. Da etapa (d) de processo resulta uma corrente de hidrocianação 3 que compreende adipodinitrila, o pelo menos um catalisador de níquel (0) e pelo menos um ácido de Lewis. Esta corrente de hidrocianação é subseqüentemente transferida para uma etapa (e) de processo para remover o pelo menos um catalisador de níquel (0). Esta remoção é efetuada por extração com um solvente orgânico. Uma corrente de catalisador 3 é obtida e é parcialmente reciclada para a etapa (a) de processo. A porção da corrente de catalisador 3 que não é reciclada é passada diretamente na corrente de hidrocianação 1 com uma corrente de desvio 2. Na etapa (e) de processo, uma corrente de produto é finalmente obtida que compreende adipodinitrila. Adicionalmente, a corrente de hidrocianação 2 obtida na etapa (b) de processo é separada em uma etapa (f) de processo em uma corrente 5 rica em 2-metil-3-buteno-nitrila e uma corrente 4 rica em 3-penteno-nitrila. Corrente 4 é conduzida para a etapa (d) de processo e a corrente 5 para a etapa (a') de processo.

Figura 3 ilustra uma modalidade do processo de acordo com a invenção, na qual 2-metil-3-buteno-nitrila é isomerizada a 3-penteno-nitrila.

Na etapa (a) de processo, 1,3-butadieno é hidrocianado sobre pelo menos um catalisador de níquel (0). Isto resulta em uma corrente de

hidrocianação 1 que compreende 3-penteno-nitrila,2-penteno-nitrila,2-metil-2-2-buteno-nitrila, 2-metil-3-buteno-nitrila, nitrilas C_9, metil-glutaro-nitrila, o pelo menos um catalisador de níquel (0), 1,3-butadieno não convertido e resíduos de cianeto de hidrogênio não convertido. Esta corrente de hidrocianação é subseqüentemente transferida para a etapa (b) de processo. Nesta etapa (b) de processo, o pelo menos um catalisador de níquel (0) é removido da corrente de hidrocianação 1 para obter uma corrente de catalisador 1 que compreende o pelo menos um catalisador de níquel (0). Em adição, uma corrente de hidrocianação 2 é obtida neste processo e compreende 3-penteno-nitrila, 2-penteno-nitrila, 2-metil-2-buteno-nitrila, nitrilas C_9 e 2-metil-3-buteno-nitrila. Esta corrente de hidrocianação 2 resultante é subseqüentemente separada em uma etapa (f) de processo em uma corrente 5 rica em 2-metil-3-buteno-nitrila e uma corrente 4 rica em 3-penteno-nitrila. Corrente 4 é conduzida para a etapa (d) de processo e a corrente 5 é conduzida para uma etapa de isomerização (a'). Nesta etapa (a') de processo, ocorre uma isomerização de 2-metil-3-buteno-nitrila em 3-penteno-nitrila sobre pelo menos um catalisador de níquel (0). Isto proporciona uma corrente de isomerização 1 empobrecida em 2-metil-3-buteno-nitrila- e enriquecida em 3-penteno-nitrila. Esta corrente de isomerização 1 é subseqüentemente transferida para a etapa (b) de processo. O catalisador de níquel (0) requerido para a isomerização na etapa (a') de processo é obtido da etapa (c) de processo descrita abaixo com uma corrente de desvio 1'. A corrente de catalisador obtida na etapa (b) de processo é transferida para a etapa (c) de processo e redutivamente regenerado. Isto proporciona uma corrente de catalisador 2 que é parcialmente transferida para a etapa (d) de processo. A porção da corrente de catalisador 2 que não é transferida para a etapa (d) de processo é adicionada na etapa (a') de processo como descrita acima como uma corrente de desvio 1'. Na etapa (d) de processo, 3-penteno-nitrila é hidrocianada sobre o pelo menos um catalisador

de níquel (0) na presença de um ácido de Lewis que está presente na corrente de catalisador 2. Da etapa (d) de processo resulta uma corrente de hidrocianação 3 que compreende adipodinitrila, o pelo menos um catalisador de níquel (0) e pelo menos um ácido de Lewis. Esta corrente de hidrocianação 3 é subseqüentemente transferida para a etapa (e) de processo para remover o pelo menos um catalisador de níquel (0). Esta remoção é efetuada por extração com um solvente orgânico. Uma corrente de catalisador 3 é obtida e é reciclada para a etapa (a) de processo.

Figura 4 ilustra uma modalidade do processo de acordo com a invenção, na qual 2-metil-3-buteno-nitrila é isomerizada a 3-penteno-nitrila.

Na etapa (a) de processo, 1,3-butadieno é hidrocianado sobre pelo menos um catalisador de níquel (0). Isto resulta em uma corrente de hidrocianação 1 que compreende 3-penteno-nitrila, 2-penteno-nitrila, 2-metil-2-buteno-nitrila, 2-metil-3-buteno-nitrila, nitrilas C_9, metil-glutaro-nitrila, o pelo menos um catalisador de níquel (0), 1,3-butadieno não convertido e resíduos de cianeto de hidrogênio não convertido. Esta corrente de hidrocianação é subseqüentemente transferida para a etapa (b) de processo. Nesta etapa (b) de processo, o pelo menos um catalisador de níquel (0) é removido da corrente de hidrocianação 1 para obter uma corrente de catalisador 1 que compreende o pelo menos um catalisador de níquel (0). Em adição, uma corrente de hidrocianação 2 é obtida neste processo e compreende 3-penteno-nitrila, 2-penteno-nitrila, 2-metil-2-buteno-nitrila, nitrilas C_9 e 2-metil-3-buteno-nitrila. Esta corrente de hidrocianação 2 resultante é subseqüentemente separada em uma etapa (f) de processo em uma corrente 5 rica em 2-metil-3-buteno-nitrila e uma corrente 4 rica em 3-penteno-nitrila. Corrente 4 é conduzida para a etapa (d) de processo e a corrente 5 é conduzida para uma etapa de isomerização (a'). Nesta etapa (a') de processo, ocorre uma isomerização de 2-metil-3-buteno-nitrila em 3-penteno-nitrila sobre pelo menos um catalisador de níquel (0). Isto

proporciona uma corrente de isomerização 1 empobrecida em 2-metil-3-buteno-nitrila e enriquecida em 3-penteno-nitrila. Esta corrente de isomerização 1 é subseqüentemente transferida para a etapa (b) de processo. O catalisador de níquel (0) requerido para a isomerização na etapa (a') de processo é obtido da etapa (c) de processo descrita abaixo como uma corrente de desvio 2. A corrente de catalisador obtida na etapa (b) de processo é transferida para a etapa (c) de processo e redutivamente regenerada. Isto proporciona uma corrente de catalisador 2 que é parcialmente transferida para a etapa (d) de processo. A corrente de catalisador que não é transferida para a etapa (d) de processo é adicionada na corrente de hidrocianação 3 resultante da etapa (d) de processo como uma corrente de desvio 1. Na etapa (d) de processo, 3-penteno-nitrila é hidrocianada over o pelo menos um catalisador de níquel (0) na presença de um ácido de Lewis que está presente na corrente de catalisador 2. Da etapa (d) de processo resulta uma corrente de hidrocianação 3 que compreende adipodinitrila, o pelo menos um catalisador de níquel (0) e pelo menos um ácido de Lewis. Esta corrente de hidrocianação 3 é subseqüentemente transferida para a etapa (e) de processo para remover o pelo menos um catalisador de níquel (0). Esta remoção é efetuada por extração com um solvente orgânico. Uma corrente de catalisador 3 é obtida e é reciclada parcialmente para a etapa (a) de processo. A porção da corrente de catalisador 3 que não tem sido reciclada é passada diretamente para a etapa (a') de processo como uma corrente de desvio 2, como já mencionado.

Exemplos

Abreviações:

3PN	isômeros de penteno-nitrila linear (trans-3-, cis-3-, trans-2-, cis-2-, 4-penteno-nitrila)
Nitrilas residuais C5	valeronitrila, E- e Z-2-metil-2-buteno-nitrila
ADN	adipodinitrila
MGN	soma de 2-metil-glutaro- e 2-etil-succino-nitrila
2M3BN	2-metil-3-buteno-nitrila
P	fósforo
Ni (0)	níquel no estado de oxidação 0

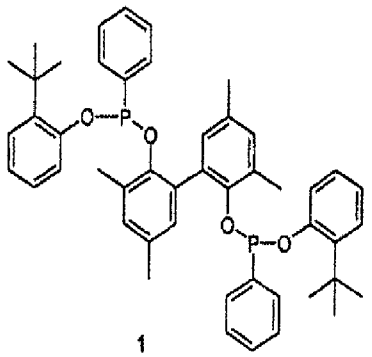
BD	1,3-butadieno
BU	soma de 1-buteno, cis- e trans-2-buteno
C2BU	cis-2-buteno
HCN	cianeto de hidrogênio
LL	ligante quelato de fórmula 1
NiLL	complexo de Ni (0) o ligante quelato LL
TBP	terc-butil-pirocatecol

Todos os dados e concentrações são quotados em % em peso.

As concentrações de nitrilas C5 e C6, BD e BU são determinadas por GC com padrão interno (benzonitrila); HCN é quantificado por absorção em NaOH e subseqüente titulação de cianeto. Ni (0) é determinado por voltametria cíclica, P por espectroscopia de absorção atômica.

Exemplo 1:

No exemplo 1, um sistema de catalisador único baseado em complexos de níquel (0) com ligante quelato 1 é usado para ambas as hidrocianações de butadieno a adipodinitrila.



1

Ligante 1 (LL) é usado em excesso comparado com Ni (0), de modo que NiLL e LL livre estejam presentes. Na hidrocianação, $ZnCl_2$ é adicionalmente requerido. O ciclo de catalisador sobre 7 etapas de processo é descrito abaixo.

Em uma etapa (1), as seguintes correntes são conduzidas em um reator de circuito R1 de capacidade de 25 L, que está equipado com um bocal, tubo de troca de impulso, sistema de circulação por bomba externa e um trocador de calor disposto no sistema de circulação por bomba para

remover a energia de reação, e é aquecido para 367 K:

a) 5,7 kg/h de cianeto de hidrogênio não estabilizado, líquido livre de água por destilação (corrente 1),

b) 15,8 kg/h de uma mistura de BD e BU com conteúdo de BD de aprox. 90% (corrente 6) que é obtida da corrente 5 reciclada que é descrita na etapa (2), e adicionados 11,5 kg/h de BD comercial (corrente 2), contendo 0,25% de C2BU, que tem sido tratada por contato com alumina com o propósito de remover água e estabilizador TBP,

c) 5,4 kg/h de solução de catalisador de níquel (0), obtida como descrito neste exemplo na etapa (2), como subcorrente 3 no fundo de K2.

A corrente 4 removida do reator R1 (27 kg/h) contém um total de 16,2% de BD e BU, correspondendo a uma conversão de 80,4% de BD, e também 35,0% de 3PN, 29,8% de 2M3BN e quantidades pequenas de nitrila residual C5. Em adição, a análise de Ni (0) mostra 0,4% e a análise de P 1,2%. ADN está presente em uma extensão de 1,0%, adicionalmente 1,0% de MGN.

Em uma etapa (2), corrente 4 é alimentada a uma coluna de destilação K1 que é operada com uma seção de extração e está equipada com um evaporador de filme descendente e fundo dividido, e também elementos internos de coluna possuindo recheio estruturado que geral 10 pratos teóricos. Coluna K1 é operada no topo com um condensador direto que consiste de uma seção de coluna proporcionada com recheio estruturado e possuindo um copo coletor total, sistema de circulação por bomba e trocador de calor externo. A coluna K1 é operada em uma pressão de topo absoluta de 200 kPa, temperatura de topo de 288 K e temperatura de remoção de fundo de 363 K.

Via o topo da coluna K1, a corrente 5 é obtida e é adicionada juntamente com a corrente 2 de BD fresco no reator R1 como corrente de reciclo 6 como descrito acima. A razão de refluxo no topo da coluna K1 é

ajustada de tal modo que a corrente 5 contenha aproximadamente 100 ppm de 2M3BN.

Via o topo da coluna K1, 24,9 kg/h de uma corrente 7 são obtidos a qual contém 3,1% de BD, 5,4% de BU, 38,0% de 3PN e 32,8% de 2M3BN, e também adicionalmente os constituintes de catalisador (análise: 0,4% de Ni (0), 1,3% de P). BU está distintamente enriquecido em relação a BD comparado com a alimentação.

No fundo da coluna K1, uma corrente 9 (2,2 kg/h) é adicionalmente alimentada, a qual é gerada na coluna K2 a jusante.

Dentro da etapa (2), a corrente 7 é conduzida em uma coluna de destilação K2 que é operada no modo de extração e está equipada com evaporador de filme descendente, condensador de topo com pós-condensador, e elementos internos de coluna com recheio estruturado que gera 10 pratos teóricos. A coluna é operada em uma pressão de topo absoluta de 15 kPa, temperatura de topo de 329 K e temperatura de remoção de fundo 373 K. A corrente de vapor da coluna é parcialmente condensada a 308 K e tratada a 263 K com um pós-condensador. A corrente 8 de BD assim empobrecida em 2M3BN e outras penteno-nitrilas (2,3 kg/h) é comprimida em um compressor V1 para uma pressão absoluta de 1,2 bar (34,3% de BD, 59,1% de BU, restante nitrilas C5). A corrente gasosa comprimida é condensada a 279 K, na maior parte para obter a corrente 9 (veja acima), e a corrente gasosa 10 (41,5 Nl/h, contendo 56,2% de BU) e é disposta. Corrente 9 é reciclada na forma líquida para o fundo da coluna K1.

Na coluna K2, a corrente 11 é obtida como uma remoção lateral gasosa (24,9 kg/h) e contém aproximadamente 100 ppm de BD, 32,2% de 2M3BN e 63,4% de 3PN, e também 3,4% de nitrilas residuais C5. A posição da remoção lateral é selecionada de tal modo que o componente 2M3BN seja empobrecido abaixo da remoção lateral em uma seção de extração em relação a 3PN na corrente 13 obtida via o fundo (aprox. 4 pratos

teóricos abaixo do topo). O processamento desta corrente é descrito, por exemplo, em DE-A-102.004.004 671 ex. 1 para a corrente 11 lá.

No fundo da coluna K2 são conduzidos 21,9 kg/h da corrente de catalisador 12 cuja preparação é descrita abaixo na etapa (7).

Na coluna K2, a corrente de catalisador 13 é obtida e contém 2,1% de Ni (0), 6,0% de P, aprox. 100 ppm de 2M3BN e 16,7% de 3PN, e adicionalmente aprox. 1,0% de nitrilas residuais C5 e 6,8% de nitrilas C6, cujos 25% são MGN. A corrente 13 é dividida em subcorrente 3 (5,4 kg/h) que é reciclada para o reator R1 como descrito acima. A outra porção (corrente 14) (14,1 kg/h) é alimentada a uma regeneração na etapa (3).

Na etapa (3), Ni (0) adicional é gerado em uma reação Redox em um vaso agitado R3 (50 L, vaso de vidro encamisado) por alimentação de 15,7 kg/h de suspensão de $NiCl_2$ (corrente 17; 3,5% em peso de penteno-nitrila; circulada por bombeamento; removida da linha de circulação bombeada do vaso reservatório; preparada, por exemplo, como descrito no exemplo 6 do pedido DE-A-103.51,002) e pó de Zn está na forma sólida (diâmetro de partícula médio de 11 μm, adicionando via um fuso roscado de Teflon a partir de um silo; corrente 16; 0,3 kg/h). Este Ni (0) é complexado *in situ* com LL da corrente 15 (0,2 kg/h). Uma quantidade correspondente de $ZnCl_2$ é adicionalmente estequiometricamente formada na reação. O reator é aquecido para 80°C. O vaso é cheio com atmosfera de nitrogênio.

Em uma etapa (4), a corrente 18 deixando a etapa (3) é alimentada a um reator de circuito R3 de capacidade de 250 L que está equipado com um bocal de jato, tubo de troca de impulso, sistema de circulação bombeada externo e trocador de calor para remover calor de reação. Em adição, as seguintes correntes são adicionadas:

a) 10,0 kg/h de cianeto de hidrogênio não estabilizado, líquido livre de água por destilação (corrente 20),

b) 56,5 kg/h de penteno-nitrila (corrente 19) contendo 83,3%

de 3PN e o restante de nitrilas residuais C5.

A corrente 21 removida do reator R3 (96, kg/h) contém 36,0% de 3PN, e também 39,4% de ADN e 2,5% de MGN, correspondendo a uma conversão de 54% de penteno-nitrila.

Em uma etapa (5), corrente 23 é alimentada a uma destilação de um estágio em um vaso circulado por bombeamento B2 com evaporador de vaporização rápida de circulação falsa externo e um condensador de topo. O vaso B2 é operado em uma pressão de topo absoluta de 2,5 kPa, temperatura de condensação de 313 K e temperatura de remoção de fundo de 343 K.

Via o topo do vaso B2, a corrente 22 é obtida (32,5 kg/h) que contém um total de 77,4% de 3PN e 21,9% de nitrilas residuais C5; o restante é dinitrilas C6. Corrente 25 é subseqüentemente processada como descrito, por exemplo, em DE-A-102.004.004 683, ex. 2, para a corrente 4 lá.

Via o fundo do vaso B2, são obtidos 64,4 kg/h de uma corrente 23 possuindo uma conteúdo de 15,1% de 3PN e 3,9% de nitrilas residuais C5. O conteúdo de dinitrila C6 é 59,0% para ADN e 3,.6% para MGN. Corrente 23 adicionalmente contém o complexo de catalisador e ligantes livres (Ni (0) 0,5%, P 1,3%), $ZnCl_2$ (análise de Cl de 0,5%), e também, em uma extensão pequena, produtos de degradação de catalisador.

Em uma etapa (6), corrente 23 é introduzida na extremidade superior de uma coluna de extração em contracorrente K3 e extraída com 96,2 kg/h de uma corrente 24 contendo 92,8% de metil-ciclo-hexano como um agente de extração, e também vários isômeros de penteno-nitrila cuja preparação é descrita abaixo. A corrente 26 obtida no topo da extração consiste em uma extensão de 83,3% de agente de extração e contém, em adição a 4,0% de 3PN, 0,7% de ADN e os componentes de catalisador, complexo de níquel (0) e ligantes livres, de modo que são medidos 0,3% de Ni (0) e 0,9% de P. O cloreto de zinco permanece totalmente na retirada de

fundo da coluna de extração na corrente 25. Corrente 25 é subsequentemente processada, como descrito, por exemplo, em DE-A-102.004.004.683, ex. 2, para a corrente 7 lá, com o objetivo de recuperar penteno-nitrila não convertida e MCH presente, e de isolar produto ADN puro.

Em uma etapa (7), corrente 26 é conduzida em uma coluna de destilação K4 que está equipada com evaporador de filme descendente, um condensador de fundo e de topo dividido, e também elementos internos de coluna possuindo recheio estruturado que geram 12 pratos teóricos. A coluna é operada em uma pressão absoluta de topo de 100 mbar, temperatura de topo de 308 K e temperatura de remoção de fundo de 353 K. No fundo, penteno-nitrila (11,7 kg/h; corrente 30) é alimentada a qual tem sido preparada exatamente na mesma maneira que a de penteno-nitrila na corrente 19. Em adição, o MCH do processamento da corrente 25 é reciclado (9,6 kg/h, 88,8% de MCH, 9,5% de 3PN, restante nitrilas residuais C5) e alimentado na coluna K4 como corrente 29.

Via o topo da coluna K4, o agente de extração é recuperado e é reciclado na coluna de extração K3 como corrente 26 juntamente com uma corrente de reposição pequena 28 de MCH puro seco para uma concentração de água abaixo de 10 ppm.

No fundo da coluna K4, o catalisador extraído é obtido na corrente 12 como uma solução em penteno-nitrila (21,9 kg/h), cuja alimentação em K2 na etapa (2) já tem sido descrita. Esta corrente contém 43,9% de 3PN, 3,5% de nitrilas residuais C5, 3,3% de ADN e 0,3% de MGN. O conteúdo de Ni (0) determinado é de 1,4% e o conteúdo de P é 3,9%. O conteúdo de MCH na corrente 12 é ajustado na coluna K4 para 10 ppm em peso.

REIVINDICAÇÕES

1. Processo para preparar adipodinitrila por hidrocianação de 1,3-butadieno em um catalisador, em que

- em uma primeira etapa de processo, hidrocianação de 1,3-butadieno a 3-penteno-nitrila sobre pelo menos um catalisador de níquel (0) e,

-em uma segunda etapa de processo, hidrocianação de 3-penteno-nitrila a adipodinitrila sobre pelo menos um catalisador de níquel (0) com adição de pelo menos um ácido de Lewis,

caracterizado pelo fato de que compreende:

transferir pelo menos um dos catalisadores de níquel (0) usados nas etapas específicas de processo de

(a) hidrocianar 1,3-butadieno sobre pelo menos um catalisador de níquel (0), resultando em uma corrente de hidrocianação 1 que compreende 3-penteno-nitrila, 2-penteno-nitrila, 2-metil-2-buteno-nitrila, nitrilas C_9, 2-metil-3-buteno-nitrila, metil-glutaro-nitrila, o pelo menos um catalisador de níquel (0), 1,3-butadieno não convertido e resíduos de cianeto de hidrogênio não convertido,

(b) remover o pelo menos um catalisador de níquel (0) da corrente de hidrocianação 1 para obter uma corrente de catalisador 1 que compreende o pelo menos um catalisador de níquel (0), e uma corrente de hidrocianação 2 que compreende 3-penteno-nitrila, 2-penteno-nitrila, 2-metil-2-buteno-nitrila, nitrilas C_9 e 2-metil-3-buteno-nitrila,

(c) regenerar o pelo menos um catalisador de níquel (0) na corrente de catalisador 1 por síntese redutiva de catalisador de níquel com adição de ligante fresco para obter uma corrente de catalisador 2,

(d) hidrocianar 3-penteno-nitrila sobre pelo menos um catalisador de níquel (0) e na presença de pelo menos um ácido de Lewis, o catalisador de níquel (0) e o ácido de Lewis provenientes de pelo menos parcialmente da corrente de catalisador 2, resultando em uma corrente de

hidrocianação 3 que compreende o pelo menos um catalisador de níquel (0), adipodinitrila e pelo menos um ácido de Lewis,

(e) remover o pelo menos um catalisador de níquel (0) da corrente de hidrocianação 3 por extração com um solvente orgânico para obter uma corrente de catalisador 3 que compreende o pelo menos um catalisador de níquel (0), e uma corrente de produto que compreende adipodinitrila, e a corrente de catalisador 3 pode ser reciclada pelo menos parcialmente para a etapa (a) de processo,

pelo menos parcialmente para outra etapa de processo em cada caso.

2. Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que compreende as seguintes etapas de processo:

(a) hidrocianar 1,3-butadieno sobre pelo menos um catalisador de níquel (0), resultando em uma corrente de hidrocianação 1 que compreende 3-penteno-nitrila, 2-penteno-nitrila, 2-metil-2-buteno-nitrila, nitrilas C_9, metil-glutaro-nitrila, 2-metil-3-buteno-nitrila, o pelo menos um catalisador de níquel (0), 1,3-butadieno não convertido e resíduos de cianeto de hidrogênio não convertido,

(a') isomerizar 2-metil-3-buteno-nitrila que está presente na corrente de hidrocianação 1 a 3-penteno-nitrila sobre pelo menos um catalisador de níquel (0) para obter uma corrente de isomerização 1 empobrecida em 2-metil-3-buteno-nitrila e enriquecida em 3-penteno-nitrila,

(b) remover o pelo menos um catalisador de níquel (0) da corrente de isomerização 1 para obter um sistema de catalisador 1 que compreende o pelo menos um catalisador de níquel (0), e uma corrente de hidrocianação 2 que compreende 3-penteno-nitrila, 2-penteno-nitrila, 2-metil-2-buteno-nitrila, nitrilas C_9 e 2-metil-3-buteno-nitrila,

(c) regenerar o pelo menos um catalisador de níquel (0) na corrente de catalisador 1 por síntese redutiva de catalisador de níquel com

adição de ligante fresco para obter uma corrente de catalisador 2,

(d) hidrocianar 3-penteno-nitrila sobre pelo menos um catalisador de níquel (0) e na presença de pelo menos um ácido de Lewis, o catalisador de níquel (0) e o ácido de Lewis provenientes de pelo menos parcialmente a corrente de catalisador 2, resultando em uma corrente de hidrocianação 3 que compreende adipodinitrila, o pelo menos um catalisador de níquel (0) e pelo menos um ácido de Lewis,

(e) remover o pelo menos um catalisador de níquel (0) da corrente de hidrocianação 2 por extração com um solvente orgânico para obter uma corrente de catalisador 3 que compreende o pelo menos um catalisador de níquel (0), e uma corrente de produto que compreende adipodinitrila, e a corrente de catalisador 3 pode ser reciclada pelo menos parcialmente para a etapa (a) de processo.

3. Processo de acordo com a reivindicação 2, caracterizado pelo fato de que, em uma etapa (f) de processo adicional, a corrente de hidrocianação 2 é separada e são obtidas uma corrente 4 rica em 3-penteno-nitrila e uma corrente 5 rica em 2-metil-3-buteno-nitrila.

4. Processo de acordo com a reivindicação 3, caracterizado pelo fato de que a corrente 4 rica em 3-penteno-nitrila é conduzida para a etapa (d) de processo.

5. Processo de acordo com a reivindicação 3 ou 4, caracterizado pelo fato de que a corrente 5 rica em 2-metil-3-buteno-nitrila é conduzida para a etapa (a') de processo.

6. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 5, caracterizado pelo fato de que a seqüência de processo começa com a etapa (d) de processo na primeira corrida quando são usados ácido de Lewis fresco e catalisador de níquel (0) fresco e/ou catalisador de níquel (0) redutivamente regenerado.

7. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1

a 6, caracterizado pelo fato de que 3-penteno-hitrila hidrocianada na etapa (d) de processo provém da corrente de hidrocianação 1 ou da corrente de isomerização 1.

8. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 7, caracterizado pelo fato de que apenas uma porção da corrente de catalisador 2 é usada para a hidrocianação na etapa (d) de processo e a porção restante da corrente de catalisador 2 é transferida diretamente para a etapa (e) de processo como uma corrente de desvio 1.

9. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 2 a 7, caracterizado pelo fato de que apenas uma porção da corrente de catalisador 2 é usada para a hidrocianação na etapa (d) de processo e a porção restante da corrente de catalisador 2 é transferida diretamente para a etapa (a') de processo como uma corrente de desvio 1'.

10. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 2 a 8, caracterizada pelo fato de que apenas uma porção da corrente de catalisador 3 é usada para a hidrocianação na etapa (a) de processo e a porção restante da corrente de catalisador 3 é transferida diretamente para a etapa (a') de processo como uma corrente de desvio 2.

11. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 10, caracterizado pelo fato de que um catalisador de níquel (0) fresco e/ou redutivamente regenerado é alimentado na etapa (c) de processo.

12. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 11, caracterizado pelo fato de ser realizado continuamente.

FIG.1

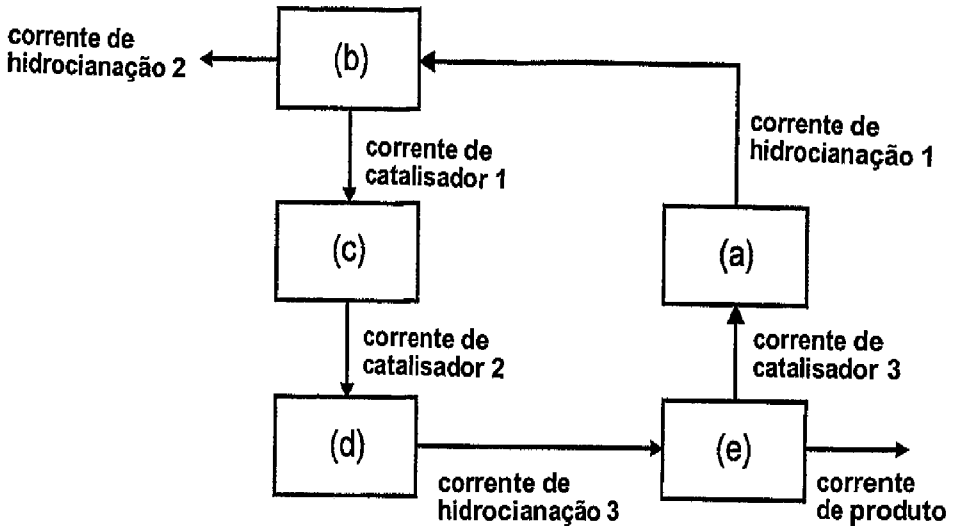

corrente de hidrocianação 2
(b)
corrente de hidrocianação 1
corrente de catalisador 1
(c)
(a)
corrente de catalisador 2
corrente de catalisador 3
(d)
(e)
corrente de hidrocianação 3
corrente de produto

FIG.2

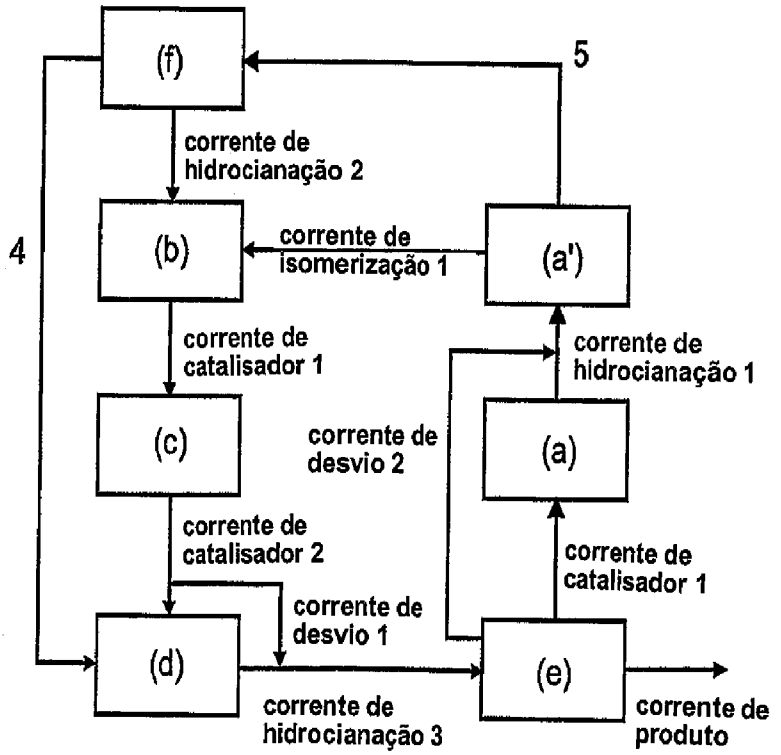

(f)
5
corrente de hidrocianação 2
4
(b)
corrente de isomerização 1
(a')
corrente de catalisador 1
corrente de hidrocianação 1
(c)
corrente de desvio 2
(a)
corrente de catalisador 2
corrente de catalisador 1
corrente de desvio 1
(d)
(e)
corrente de hidrocianação 3
corrente de produto

FIG.3

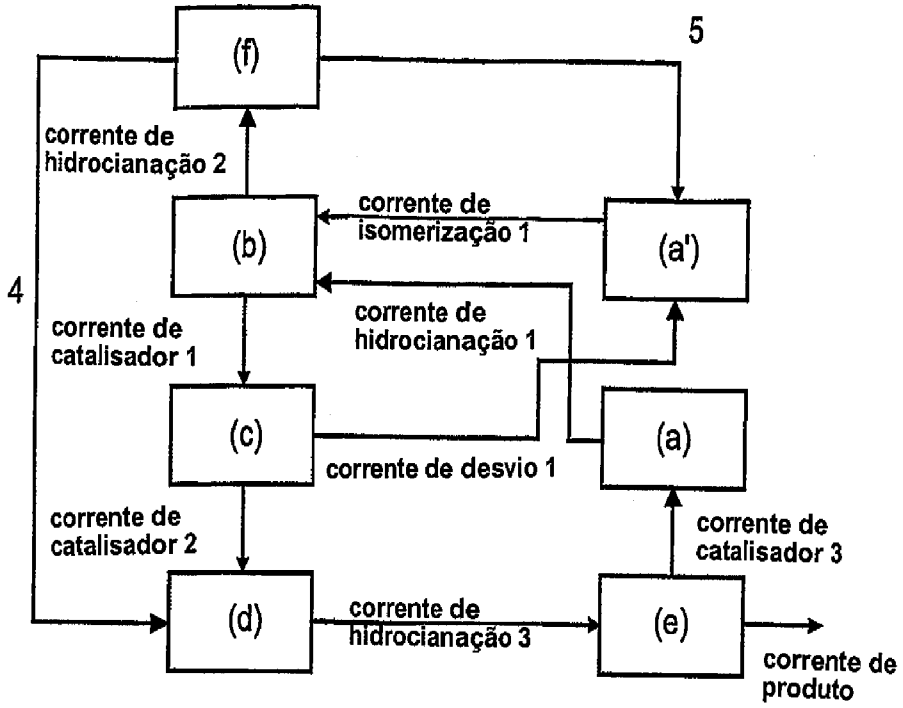
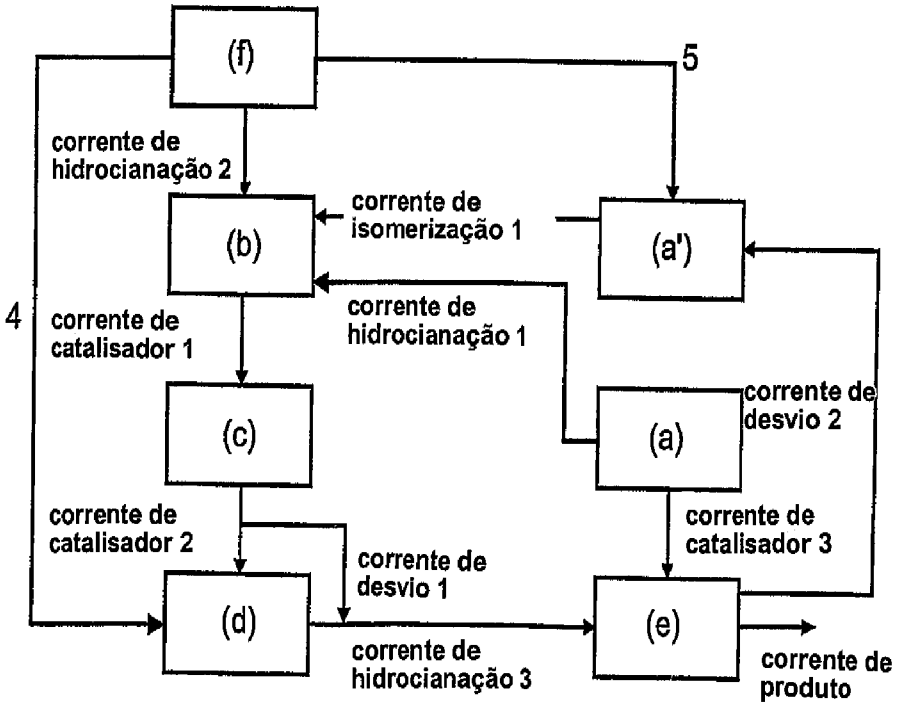

(f)
5
corrente de hidrocianação 2
(b)
corrente de isomerização 1
(a')
4
corrente de catalisador 1
corrente de hidrocianação 1
(c)
(a)
corrente de desvio 1
corrente de catalisador 2
corrente de catalisador 3
(d)
corrente de hidrocianação 3
(e)
corrente de produto

FIG.4


(f)
5
corrente de hidrocianação 2
(b)
corrente de isomerização 1
(a')
4
corrente de catalisador 1
corrente de hidrocianação 1
(c)
(a)
corrente de desvio 2
corrente de catalisador 2
corrente de catalisador 3
corrente de desvio 1
(d)
(e)
corrente de hidrocianação 3
corrente de produto

RESUMO

"PROCESSO PARA PREPARAR ADIPODINITRILA POR HIDROCIANAÇÃO DE 1,3-BUTADIENO EM UM CATALISADOR"

É descrito um método para a produção de adipodinitrila por hidrocianação de 1,3-butadieno em um catalisador, no qual em uma primeira etapa 1,3-Butadieno é hidrocianado para formar 3-Penteno-nitrila sobre pelo menos um catalisador de níquel (0) e, em uma segunda etapa, 3-Penteno-nitrila é hidrocianada para formar adipodinitrila sobre pelo menos um catalisador de níquel pela adição de pelo menos um ácido de Lewis. Pelo menos um dos pelo menos um catalisador de níquel (0) usados nas etapas respectivas do método da invenção é convertido na outra etapa.