



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
 ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

## (12) ОПИСАНИЕ ПОЛЕЗНОЙ МОДЕЛИ К ПАТЕНТУ

(52) СПК  
*C07C 201/00* (2022.05); *B01J 8/00* (2022.05)

(21)(22) Заявка: 2022113882, 24.05.2022

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:  
 24.05.2022

Дата регистрации:  
 19.09.2022

Приоритет(ы):  
 (22) Дата подачи заявки: 24.05.2022

(45) Опубликовано: 19.09.2022 Бюл. № 26

Адрес для переписки:  
 121353, Москва, Сколковское ш., 21, оф. 1, АО  
 "ИФТ", Кедиду С.А.

(72) Автор(ы):

Суслов Василий Викторович (RU),  
 Мятинов Виталий Сергеевич (RU),  
 Кедик Станислав Анатольевич (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Акционерное общество "Институт  
 фармацевтических технологий" (АО "ИФТ")  
 (RU)

(56) Список документов, цитированных в отчете  
 о поиске: RU 2595137 C2, 20.08.2016. SU 814439  
 A1, 23.03.1981. RU 2648720 C2, 28.03.2018. RU  
 2314865 C1, 20.01.2008. RU 88285 U1, 10.11.2009.  
 RU 2168351 C1, 10.06.2001. SU 530691 A1,  
 05.10.1976. RU 2076096 C1, 27.03.1997. NL 169871  
 C, 01.09.1982.

(54) Реактор для непрерывного нитрозирования фенола

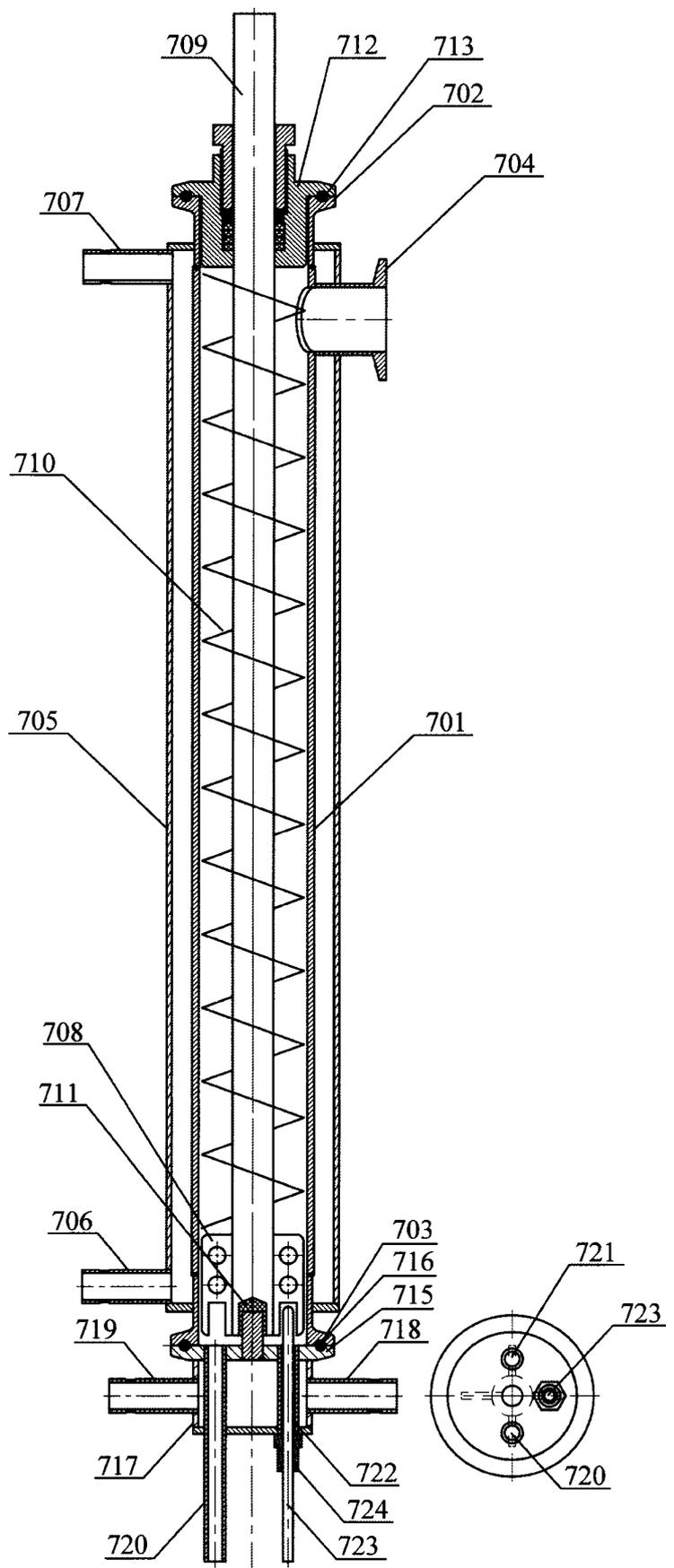
(57) Реферат:

Полезная модель относится к областям химического оборудования тонкого органического синтеза и фармацевтической химии и обеспечивает реактор для непрерывного нитрозирования фенола, который содержит цилиндрический корпус с патрубками для подачи растворов реагирующих веществ: раствора, содержащего фенолят-анион, нитрит-анион и катион щелочного металла, раствора концентрированной минеральной кислоты, патрубков для отвода раствора продуктов реакции, содержащего 4-нитрозофенол, приводной вал, расположенный по оси симметрии корпуса, на котором закреплен шнек,

теплообменную рубашку, охватывающую, по существу, весь корпус реактора с патрубком для подачи и патрубком для отвода теплоносителя, при этом длина корпуса реактора больше его внутреннего диаметра, а со стороны, противоположной патрубку, для отвода продуктов реакции, на приводном валу закреплена мешалка. Техническим результатом применения полезной модели является возможность непрерывного нитрозирования фенола, что повышает эффективность работы технологической линии при обеспечении выхода продукта и его качества, сопоставимых с достигаемыми в периодическом способе.

RU 213618 U1

RU 213618 U1



Фиг. 7

Область техники, к которой относится полезная модель

Полезная модель относится к областям химического оборудования тонкого органического синтеза и фармацевтической химии. Более конкретно, она обеспечивает реактор для непрерывного нитрозирования фенола с получением 4-нитрозофенола, который является промежуточным продуктом для получения активной фармацевтической субстанции (АФС) парацетамола (ацетаминофена), входящей в состав многих жизненно необходимых и важнейших лекарственных препаратов (ЖНВЛП).

Уровень техники

Нитрозосоединения бензольного ряда являются важными промежуточными продуктами в химии и технологии ароматических соединений, применяемых в фармакологии, полимерной и аналитической химии, химии светочувствительных материалов и в других областях науки и технологии (Ароматические нитрозосоединения / Е.Ю. Беляев, Б.В. Гидаспов. С-Пб.; Теза, 1996. - 208 с, с. 179-182).

N-(4-гидроксифенил)ацетамид как химическое соединение впервые был получен восстановлением 4-нитрофенола оловом в ледяной уксусной кислоте (Morse H.N. Ueber eine neue Darstellungsmethode der Acetylamidophenole // Ber. d. deutschen chem. Ges. B. 11. N. 1. 1878. S. 232-233). Однако ранее образование N-(4-гидроксифенил)ацетамида указанным способом применяли для характеристики 4-нитрозофенола (Baeyer A., Caro H. Ueber die Einwirkung der salpetrigen Säure auf Dimethylanilin // Ber. d. deutschen chem. Ges. B. 7. N. 1. 1874. S. 809-811). Способы получения N-(4-гидроксифенил)ацетамида, наиболее часто употребляемые в настоящее время, схематически представлены в международной опубликованной заявке WO 2021/219647 (опубл. 04.11.2021), где на Фиг. 1 формула 4-нитрозофенола выделена прямоугольником, находящимся справа.

В качестве компонента лекарственного средства «Triagesic» ацетаминофен (в комбинации с аспирином и кофеином) был впервые предложен к продаже в США в 1950 году (Silverman M., Lydecker M., Lee P.R. Bad Medicine: The Prescription Drug Industry in the Third World. Stanford University Press. (1992). pp. 88-90). В Советском Союзе в качестве субстанции парацетамол упоминается в X издании Государственной Фармакопеи СССР (1968). В настоящее время парацетамол применяют как в составе монопрепаратов, так в композициях с другими АФС, такими как, например, кислота ацетилсалициловая, ибупрофен, лоратадин, хлорфенамина малеат, фенилэфрина гидрохлорид, фенирамина малеат, римантадина гидрохлорид, рутозид.

Реакцию нитрозирования фенола обычно проводят в периодическом режиме в реакторе смешения, снабженном теплообменной рубашкой и рамной (якорной) мешалкой. По завершении реакции реакционную массу передают в аналогичный аппарат для созревания осадка 4-нитрозофенола, который затем отделяют от жидкой фазы на фильтре подходящей конструкции. Достоинством периодического способа является простота оборудования и контроля полноты протекания реакции и осаждения продукта. Недостатком является то, что, вследствие существенного различия скоростей реакции, осаждения и фильтрации, неизбежен простой реактора, что снижает производительность технологической линии. Поэтому существует потребность в разработке оборудования для получения 4-нитрозофенола непрерывным способом.

Поскольку продукт, содержащий 4-нитрозофенол, начинает осаждаться в ходе реакции, для решения указанной задачи можно применять аппараты, в которых перемещение реакционной массы осуществляют с помощью шнека. Из уровня техники известны конструкции таких аппаратов, и некоторые из них будут рассмотрены далее.

В описании полезной модели к патенту RU 88285 (опубл. 10.11.2010) раскрыт реактор

смешения, конструкция которого схематично представлена на фиг. 2, содержащий корпус 1, расположенный по оси корпуса приводной вал 2, на котором закреплен шнек 3, теплообменную рубашку 4, патрубки входа 5 и выхода 6 теплоносителя, исходных реагентов 7 и реакционной массы 8 и узел принудительного радиально-осевого смешения 9, отличающийся тем, что шнек 3 состоит из чередующихся участков I, между которыми расположены секции II узла принудительного радиально-осевого смешения 9, равномерно распределенные по длине вала 2 и представляющие собой элементы дополнительного шнека с противоположным направлением витков, высота гребней которых  $h$  составляет 0,8-0,92 высоты гребней шнека Н.

При нитрозировании фенола требуется перемешивание реагентов в момент их подачи в реактор. Данный реактор непригоден для нитрозирования фенола, поскольку перемешивание осуществляется после их транспортировки в объем, ограниченный пятым и шестым гребнями шнека (первая зона I), т.е. с задержкой. В этом случае реакция начинается в неомогенных условиях, что может существенно снизить выход и качество продукта.

В описании изобретения к патенту RU 2168351 (опубл. 10.06.2001) раскрыт реактор смешения, конструкция которого схематично представлена на фиг. 3 (А), содержащий цилиндрический корпус 1, расположенный по оси корпуса приводной вал 2, на котором закреплен шнек 3, теплообменную рубашку 4, патрубки входа 5 и выхода 6 теплоносителя, исходных реагентов 7 и реакционной массы 8, отличающийся тем, что он снабжен узлами радиального смешения, установленными в шахматном порядке, каждый из которых выполнен в виде пластины 10, имеющей форму винтовой поверхности и установленной симметрично с возможностью свободного вращения на оси 9, жестко закрепленной в средней части высоты гребней шнека 3.

Данная конструкция не может быть применена для нитрозирования фенола по той же причине: перемешивание реагентов начинается между первым и вторым гребнями шнека, т.е. с задержкой, и продолжается по всей длине реактора, в чем нет особой необходимости. Кроме того, скорость вращения винтовых пластин возрастает с увеличением скорости потока реакционной массы, определяемой частотой вращения приводного вала. При малой частоте вращения интенсивность перемешивания может оказаться недостаточной.

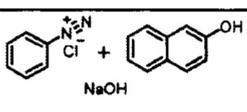
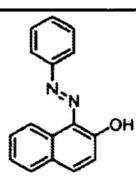
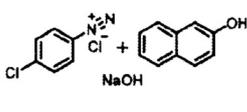
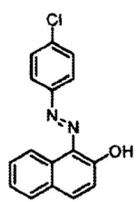
В описании изобретения к патенту RU 2314865 (опубл. 20.01.2008) предложено усовершенствование технического решения, рассмотренного выше. Раскрыт реактор смешения, конструкция которого схематично представлена на фиг. 3(Б), содержащий цилиндрический корпус 1, расположенный по оси корпуса приводной вал 2, на котором закреплен шнек 3, теплообменную рубашку 4, патрубки входа 5 и выхода 6 теплоносителя, исходных реагентов 7 и реакционной массы 8, отличающийся тем, что реактор снабжен узлом принудительного радиально-осевого смешения, выполненным в виде набора пластин 10, жестко закрепленных на валах 9, установленных в средней части высоты гребней шнека 3 параллельно приводному валу 2 и имеющих возможность вращения посредством зубчатых колес 11, расположенных на одном из их концов, находящихся в зацеплении с шестерней 12, неподвижно закрепленной на стенке корпуса 1 осесимметрично с приводным валом 2.

В рассматриваемой конструкции перемешивание реагентов в начале реакции осуществляется лишь частично, поскольку первая из мешалок 10, действует только в объеме, ограниченном корпусом 1 и первым гребнем шнека 3. Кроме того, частота вращения лопастей этой мешалки определяется передаточным отношением пары «зубчатое колесо 11 - шестерня 12»: с увеличением диаметра шестерни 12 уменьшается

диаметр зубчатого колеса 11 и растет отношение  $\omega_1/\omega$ , характеризующее интенсивность перемешивания. Но при этом пропорционально уменьшается диаметр мешалки, что делает перемешивание локальным. В обратном случае, при уменьшении диаметра шестерни 12 увеличивается объем, перемешиваемый мешалкой, но пропорционально падает интенсивность перемешивания. Таким образом, рассматриваемая конструкция непригодна для нитрозирования фенола.

Технические решения, которые авторы настоящей полезной модели рассматривают в качестве аналогов, раскрыты в следующих публикациях. В статье Brijesh M. Sharma, Ranjit S. Atapalkar and Amol A. Kulkarni. Continuous flow solvent free organic synthesis involving solids (reactants/products) using a screw reactor // Green Chem. No. 21 (2019). Pp. 5639-5646 отмечено, что реакции, в которых после введения исходных веществ, претерпевающих полные превращения до выхода из реактора с быстрым образованием суспензий или густых паст продуктов в минимальных объемах растворителей, можно успешно проводить в реакторе со шнеком. Также в таком реакторе можно проводить реакции, в которые исходные вещества вступают в твердом состоянии.

Основываясь на данном подходе, авторами публикации в вертикальном реакторе со шнеком было осуществлено азосочетание хлоридов фенилдиазония и 4-хлор-фенилдиазония с 2-нафтолом в следующих условиях:

Исходные вещества	Продукт	Растворитель	Частота, об/мин	Темп., °C	R <sub>t</sub> , с	Выход, %
		H <sub>2</sub> O 60 mL	120–150	0	20	95
		H <sub>2</sub> O 120 mL	90–150	0	24	94

R<sub>t</sub> - время пребывания в реакторе.

Масштабирование к килограммовым производительностям (650 г 2-нафтола и 515,5 г NaOH в 2 л раствора; раствор хлорида фенилдиазония, полученный из 392,2 мл анилина, 1146,3 г 35 масс. % HCl, 311,1 г NaNO<sub>2</sub> и 4720 мл H<sub>2</sub>O) с непосредственной верхней подачей в реактор со шнеком растворов реагента и субстрата с расходами 20 мл/мин позволило получить 982,5 г продукта (выход 95%). В течение недели было наработано 500 кг выделенного твердого продукта без малейшего засорения реактора. Поскольку рассматриваемые случаи ароматического азосочетания и нитрозирования относятся к реакциям электрофильного замещения при атаке реакционных центров субстрата относительно слабыми электрофилами-реагентами и протекают в близких температурных условиях, то авторы полезной модели полагают, что реактор, известный из уровня техники, может быть приспособлен для нитрозирования фенола.

Применение горизонтального аппарата смешения со шнеком для целей промышленности тонкого органического синтеза также известно из уровня техники. Так, в описании изобретения к авторскому свидетельству SU 53578 (опубл. 31.07.1938) предложено устройство для непрерывного восстановления нитронафталина железом в нейтральной среде, отличающееся последовательным соединением следующих аппаратов: шнекового смесителя 4 для протравливания чугушной стружки, смесителя

5 для стружки и нитронафталина, горизонтально расположенного реактора 6 со шнеком 12 и соединенным с ним мерником 11 для подачи нейтрализующего агента в аппарат 6, вертикальной колонки 7 для непрерывной отгонки  $\alpha$ -нафтиламина с водяным паром, снабженной в верхней своей части дисковым распылителем и в нижней - вводом для пара, холодильника 8 и, наконец, суперцентрофуги 10, как это схематически изображено на Фиг. 6.

Для восстановления нитронафталина в смеситель 4 одновременно поступают чугунная стружка через дозирующее устройство 3 и соляная кислота из дозирочного мерника 2. Активированную стружку вместе с нитронафталином из мерника 1 вводят в смеситель 5. В последнем начинается восстановление. С заданной скоростью редуцирующая масса из смесителя 5 поступает в реактор 6 со шнеком 12, придающим ей поступательное движение определенной скорости. Здесь реакция заканчивается. Таким образом, последовательное соединение смесителя 5, снабженного мешалкой, с реактором 6, снабженным шнеком, является аналогом предлагаемой полезной модели.

15 Таким образом, специалист в области химии, технологии и аппаратов тонкого органического синтеза, ознакомленный с уровнем техники, способен без излишнего экспериментирования объединить два рассмотренных аналога в рамках одного технического решения, заявляемого в формуле настоящей полезной модели.

Авторы настоящей полезной модели обоснованно полагают, что она является новой, поскольку реактор в том виде, как он охарактеризован формулой полезной модели и применяемый для нитрозирования фенола, не известен из уровня техники. Авторы также утверждают, что объем раскрытия полезной модели в описании подтверждает ее промышленную применимость.

Краткое описание чертежей

25 На Фиг. 1 представлена схема, показывающая взаимосвязь различных способов получения парацетамола.

На Фиг. 2 схематически показано устройство шнекового реактора с узлом принудительного радиально-осевого смещения.

30 На Фиг. 3 изображены схемы шнековых реакторов с узлами радиального смещения без привода (А) и с приводом (В).

На Фиг. 4 схематически представлено устройство шнекового реактора, пригодного, в частности, для проведения азосочетания в ряду ароматических соединений.

На Фиг. 5 приведена технологическая схема установки для восстановления нитронафталина, включающая шнековый реактор.

35 На Фиг. 6 схематически показано принципиальное устройство реактора в соответствии с полезной моделью.

На Фиг. 7 изображен чертеж реактора в соответствии с одним из вариантов осуществления полезной модели.

Раскрытие сущности полезной модели

40 Для преодоления недостатков известного уровня техники авторы настоящей полезной модели предлагают реактор для непрерывного нитрозирования фенола, который содержит цилиндрический корпус 601 с патрубками для подачи растворов реагирующих веществ: патрубком 602 для подачи раствора, содержащего фенолят-анион, нитрит-анион и катион щелочного металла и патрубком 603 для подачи раствора концентрированной минеральной кислоты, расположенными на первом торце корпуса, патрубком 604 для отвода раствора продуктов реакции, содержащего 4-нитрозофенол, расположенный вблизи второго торца корпуса, приводной вал 605, проходящий осесимметрично между первым и вторым торцами корпуса, на котором закреплен шнек

606, теплообменную рубашку 607, не препятствующую отводу раствора продуктов реакции и охватывающую, по существу, весь корпус реактора, снабженную патрубками 608 и 609 для подачи и отвода теплоносителя, расположенными вблизи первого и второго торцов корпуса, при этом длина корпуса реактора больше его внутреннего диаметра, а со стороны первого торца корпуса на приводном валу закреплена мешалка.

Предпочтительно, если:

- а) длина корпуса реактора больше его внутреннего диаметра на порядок,
- б) корпус реактора на торцах имеет фланцы для разъемного присоединения крышек с узлами, центрирующими приводной вал по оси симметрии корпуса,
- в) крышка, соединенная с фланцем, расположенном на первом торце корпуса, является охлаждаемой и через нее проходят патрубки для подачи растворов реагирующих веществ,
- г) патрубок для отвода раствора продуктов реакции, содержащего 4-нитрозофенол, проходит через стенки корпуса и теплообменной рубашки вблизи второго торца корпуса,
- д) мешалка является лопастной мешалкой с прямоугольными лопастями в количестве от 3 до 5, предпочтительно закрепленными параллельно продольной оси симметрии приводного вала, имеющими высоту, по порядку величины сопоставимую с внутренним диаметром корпуса, в каждой из которых выполнены отверстия, позволяющие реакционной массе проходить через них, предпочтительно расположенные в одной из горизонтальных плоскостей симметрии мешалки и со стороны первого торца корпуса реактора в каждой из лопастей выполнен вырез, через который при вращении приводного вала свободно проходит гильза для размещения датчика температуры.

В отношении положения реактора в пространстве предпочтительно, если ось симметрии корпуса реактора образует с вертикалью угол  $\alpha$  от  $0^\circ$  до  $90^\circ$ , который наиболее предпочтительно равен  $(0 \pm 5)^\circ$ .

Далее предпочтительно, если для охлаждения крышки реактора, соединенной с фланцем, расположенным на первом торце корпуса, предусмотрена теплообменная рубашка с патрубками подачи и отвода теплоносителя.

Также предпочтительно, если для контроля температуры в зоне реакции через крышку, соединенную с фланцем, расположенным на первом торце корпуса, по радиусу, меньшему внутреннего радиуса корпуса, но большему радиусу приводного вала, в объем, ограничиваемый корпусом реактора и нижним гребнем шнека, проходит гильза для размещения датчика температуры.

Для уменьшения налипания продукта реакции, содержащего 4-нитрозофенол, на движущиеся части реактора - приводной вал и соединенный с ним шнек, поверхность приводного вала, контактирующая с реакционной массой, и вся поверхность шнека и, необязательно, мешалки могут быть покрыты слоем органического полимера, инертного в условиях реакции. В качестве такого полимера предпочтительны фторопласты.

Техническим результатом применения полезной модели является возможность непрерывного нитрозирования фенола, что повышает эффективность работы технологической линии при обеспечении выхода продукта и его качества, сопоставимых с достигаемыми в периодическом способе.

Осуществление полезной модели

В предпочтительном варианте осуществления полезной модели (фиг. 7) реактор для непрерывного нитрозирования фенола, имеющий цилиндрический корпус 701 с верхним торцевым фланцем 702, нижним торцевым фланцем 703 и верхним боковым фланцем 704, окруженный теплообменной рубашкой 705, не препятствующей отводу раствора продуктов реакции, в которой предусмотрены вход хладагента 706 и выход хладагента

707 через соответствующие патрубки, при этом реактор снабжен нижней лопастной мешалкой 708, закрепленной на приводном валу 709, проходящем через неразъемно соединенный с ним шнековый транспортер 710 и имеющем центрирующий узел вала 711, при этом герметичность реактора обеспечена верхней крышкой 712, разъемно  
5 присоединенной к фланцу 702 через верхний герметизирующий элемент 713, имеющей верхний центрирующе-уплотняющий узел 714, и нижней крышкой 715, разъемно присоединенной к фланцу 703 через нижний герметизирующий элемент 716, указанная крышка 715 со стороны, противоположной фланцу 703, снабжена нижним теплообменником 717, в котором предусмотрены вход хладагента 718 и выход  
10 хладагента 719, а также сквозные каналы (патрубки): патрубков 720 для подачи раствора фенолята и нитрита натрия, патрубков 721 для подачи раствора сильной минеральной кислоты и патрубков 722 для ввода термодатчика 723 с герметизирующим узлом 724, при этом оси вала 709 и корпуса 701 совпадают, и вал может вращаться без нарушения герметичности реактора.

15 Специалисту в области процессов и аппаратов тонкого органического синтеза очевидны все изменения, которые могут быть внесены в конструкцию предлагаемого реактора, не выходя за объем формулы полезной модели. Например, направление гребней шнека может быть изменено в зависимости от направления вращения вала приводящего двигателя или выходного вала соединенного с ним редуктора.

20 Предлагаемая полезная модель работает, как раскрыто далее в примере 1.

Пример 1. Получение 4-нитрозофенола с применением полезной модели

В рубашку реактора из криостата подают теплоноситель с температурой около -20°C. Включают электрическое приводное устройство (IKA Basic, IKA Werke GmbH, Германия), установив регулятор оборотов в положение 3 (частота вращения 150 мин-  
25 1), и перистальтическими насосами (Shenchen Lab 2015, КНР) через патрубки, проходящие через нижнюю крышку реактора, подают воду, измеряя ее температуру на выходе из реактора (датчик - термопара). После того, как температура воды на выходе достигнет 5°C±2°C, в реактор перистальтическими насосами подают сначала раствор (1) серной кислоты (0,118 г/мл), а затем, не прекращая подачи раствора (1), подают раствор (2)  
30 фенолята натрия (0,072 г/мл), содержащий нитрит натрия (0,083 г/мл). Расход каждого раствора равен 8,5 мл/мин. Таким образом, при свободном внутреннем объеме реактора, равном 165 мл, время пребывания реакционной массы в реакторе составляет немногим менее 10 мин.

Для полного осаждения продукта массу, выходящую из реактора, направляют в  
35 емкость-осадитель, температура в которой такая же, что и в реакторе. В одном из вариантов такой емкостью является стеклянный стакан вместимостью 250 мл, охлаждаемый в ледяной бане, и в нем осуществляют перемешивание (магнитная мешалка IKA C-MAG HS 7, IKA Werke GmbH, Германия). По достижении значения коэффициента заполнения емкости-осадителя в пределах от 0,7 до 0,8 массу из реактора направляют  
40 в аналогичную пустую емкость-осадитель, а массу в заполненной емкости-осадителе перемешивают в течение 30-60 мин.

Порции осадка последовательно переносят на воронку со стеклянным фильтром (пористость 400 мкм) и фильтруют при малом разрежении, создаваемом мембранным насосом (IKA MPV 10 Basic, IKA Werke GmbH, Германия). По достижении коэффициента  
45 заполнения фильтра, равного 0,7 осадок промывают на фильтре несколькими порциями холодной воды, разрежение увеличивают до максимального (остаточное давление 15 кПа) и отжимают осадок.

Получают продукт с влажностью 35-40%. Выход сухого 4-нитрозофенола составляет

0,73 кг/кг фенола (69%). Производительность реактора по фенолу равна 26,7 г/л·ч.

Для подтверждения преимуществ применения полезной модели далее приведен пример 2.

Пример 2 (сравнительный). Получение 4-нитрозофенола периодическим способом (Hultman I.N. Improvements in the Preparation of p-Aminophenol and Some of its Derivatives. Thes. BS. Univ. of Illinois. 1917. Pp. 7-8).

Предварительно измельчают до порошкообразного состояния гидроксид натрия, берут навеску 77,0 г (1,92 моль) и помещают ее в герметичную емкость.

Концентрированную серную кислоту (200 мл,  $d$  1,86 г/мл, 3,85 моль) разбавляют дистиллированной водой (1,5 л) и охлаждают до комнатной температуры. В сушильном шкафу расплавляют 181,0 г (1,92 моль) фенола и поддерживают его в расплавленном состоянии.

В реактор вместимостью 6 л (Lenz Laborglas GmbH, Германия), снабженный теплообменной рубашкой, якорной мешалкой (привод: IKA Basic, IKA Werke GmbH, Германия), обратным холодильником и термопарой загружают 0,1 л воды, после чего при перемешивании быстро добавляют расплавленный фенол, постепенно вносят навеску гидроксида натрия, добавляют 2 л дистиллированной воды, после чего добавляют 133 г (1,92 моль) порошка нитрита натрия. Раствор разбавляют 2,5 л воды и охлаждают до  $3\pm 1^\circ\text{C}$ .

Перистальтическим насосом (Shenchen Lab 2015, КНР) подают раствор серной кислоты с таким расходом (15-65 мл/мин), чтобы температура не превышала  $5\pm 1^\circ\text{C}$ . После окончания прибавления раствора серной кислоты реакционную массу перемешивают в течение часа при  $5\pm 1^\circ\text{C}$ , после чего перекачивают в приемник. Массу из приемника фильтруют, как описано в примере 1.

Получают продукт с влажностью 35-40%. Выход 4-нитрозофенола составляет 0,95 кг/кг фенола (73%). Производительность реактора по фенолу равна 9,6 г/л час.

В подтверждение пригодности продукта, получаемого с применением полезной модели, далее приведен пример 3.

Пример 3 (вспомогательный). Определение влажности и установление подлинности продукта

Для определения подлинности и оценки качества продуктов, полученных в соответствии с примерами 1 и 2, навески массой приблизительно 5 г, взятые с точностью 0,0001 г, помещают в вакуум-эксикатор с осушителем ( $\text{P}_2\text{O}_5$ ) и высушивают при комнатной температуре до постоянной массы в течение 4 дней, ежедневно заменяя осушитель. Высушенные навески взвешивают на тех же весах, определяют потерю массы и на основе полученного значения вычисляют влажность полученных продуктов.

Состав продукта определяют с применением автоматического элементного анализатора (FlashEA 1112, конфигурация CHNS, ThermoFinnigan S.p.A., Италия).

Усредненные результаты анализов приведены ниже (n - число измерений):

Объект	Содержание элемента, % (масс.)		
	C	H	N
Вычислено для 4-нитрозофенола ( $\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_2\text{N}$ )	58,54	4,09	11,38
Найдено для образцов Примера 1 (n = 3)	59,86	4,01	10,73
Найдено для образцов Примера 2 (n = 3)	59,67	4,04	10,81

Полученные данные подтверждают подлинность 4-нитрозофенола и позволяют оценить содержание основного продукта величиной 94-98% (масс). Продукт, получаемый

с применением предлагаемой полезной модели, может быть передан на стадию восстановления без дальнейшей очистки.

Таким образом, реактор в соответствии с предлагаемой полезной моделью позволяет повысить производительность нитрозирования фенола в 3 раза по сравнению с получением 4-нитрозофенола в периодическом реакторе при одинаковом качестве получаемых продуктов.

#### (57) Формула полезной модели

1. Реактор для непрерывного нитрозирования фенола, который содержит цилиндрический корпус с патрубками для подачи растворов реагирующих веществ: патрубком для подачи раствора, содержащего фенолят-анион, нитрит-анион и катион щелочного металла и патрубком для подачи раствора концентрированной минеральной кислоты, расположенными на первом торце корпуса, патрубок для отвода раствора продуктов реакции, содержащего 4-нитрозофенол, расположенный вблизи второго торца корпуса, приводной вал, проходящий осесимметрично между первым и вторым торцами корпуса, на котором закреплен шнек, теплообменную рубашку, не препятствующую отводу раствора продуктов реакции и охватывающую, по существу, весь корпус реактора, снабженную патрубками для подачи и отвода теплоносителя, расположенными вблизи первого и второго торцов корпуса, отличающийся тем, что длина корпуса реактора больше его внутреннего диаметра, а со стороны первого торца корпуса на приводном валу закреплена мешалка.

2. Реактор по п. 1, отличающийся тем, что а) длина корпуса реактора больше его внутреннего диаметра на порядок; б) корпус реактора на торцах имеет фланцы для разъемного присоединения крышек с узлами, центрирующими приводной вал по оси симметрии корпуса; в) крышка, соединенная с фланцем, расположенным на первом торце корпуса, является охлаждаемой, и через нее проходят патрубки для подачи растворов реагирующих веществ; г) патрубок для отвода раствора продуктов реакции, содержащего 4-нитрозофенол, проходит через стенки корпуса и теплообменной рубашки вблизи второго торца корпуса, д) мешалка является лопастной мешалкой с прямоугольными лопастями в количестве от 3 до 5, предпочтительно закрепленными параллельно продольной оси симметрии приводного вала, имеющими высоту, по порядку величины сопоставимую с внутренним диаметром корпуса, в каждой из которых выполнены отверстия, позволяющие реакционной массе проходить через них, предпочтительно расположенные в одной из горизонтальных плоскостей симметрии мешалки и со стороны первого торца корпуса реактора, в каждой из лопастей выполнен вырез, через который при вращении приводного вала свободно проходит гильза для размещения датчика температуры.

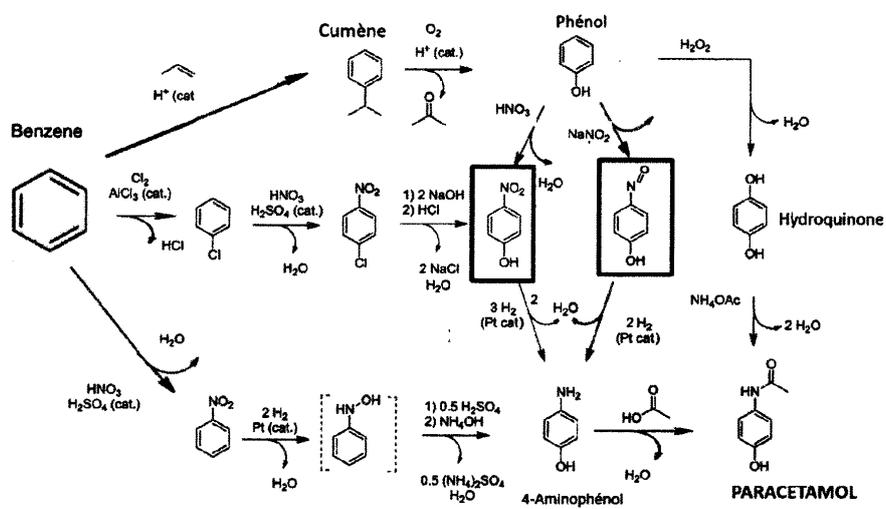
3. Реактор по п. 1 или 2, отличающийся тем, что ось симметрии корпуса реактора образует с вертикалью угол  $\alpha$  от  $0^\circ$  до  $90^\circ$ , который наиболее предпочтительно равен  $(0 \pm 5)^\circ$ .

4. Реактор по п. 1 или 2, отличающийся тем, что для охлаждения крышки реактора, соединенной с фланцем, расположенным на первом торце корпуса, предусмотрена теплообменная рубашка с патрубками подачи и отвода теплоносителя.

5. Реактор по п. 1 или 2, отличающийся тем, что для контроля температуры в зоне реакции через крышку, соединенную с фланцем, расположенным на первом торце корпуса, по радиусу, меньшему внутреннего радиуса корпуса, но большему радиусу приводного вала, в объем, ограничиваемый корпусом реактора и нижним гребнем шнека, проходит гильза для размещения датчика температуры.

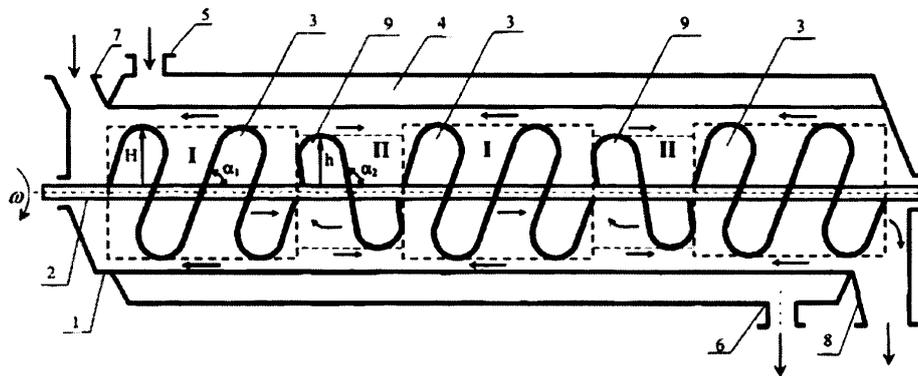
1

1 / 7



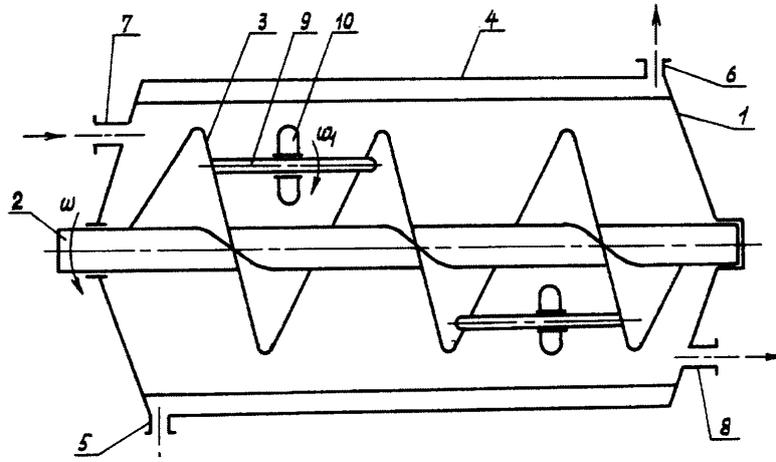
Фиг. 1

2

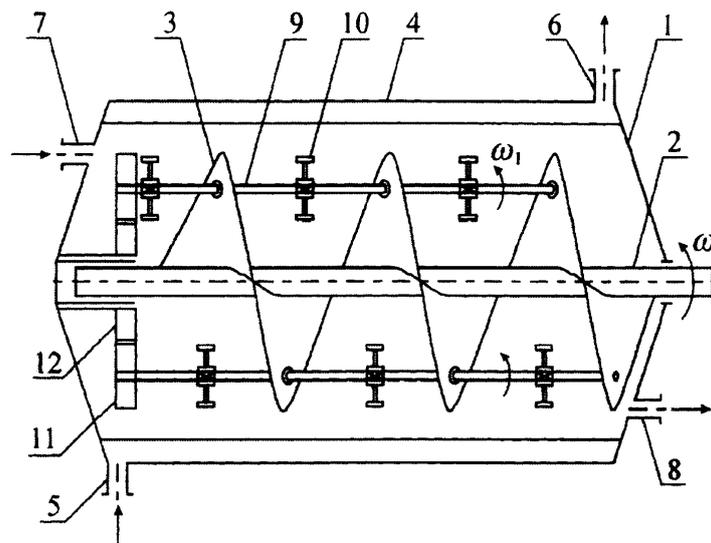


Фиг. 2

3/7



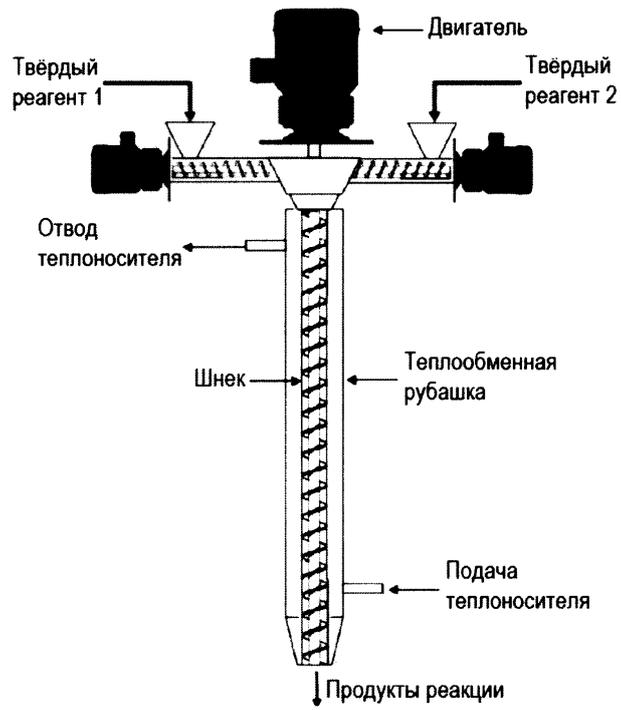
А



Б

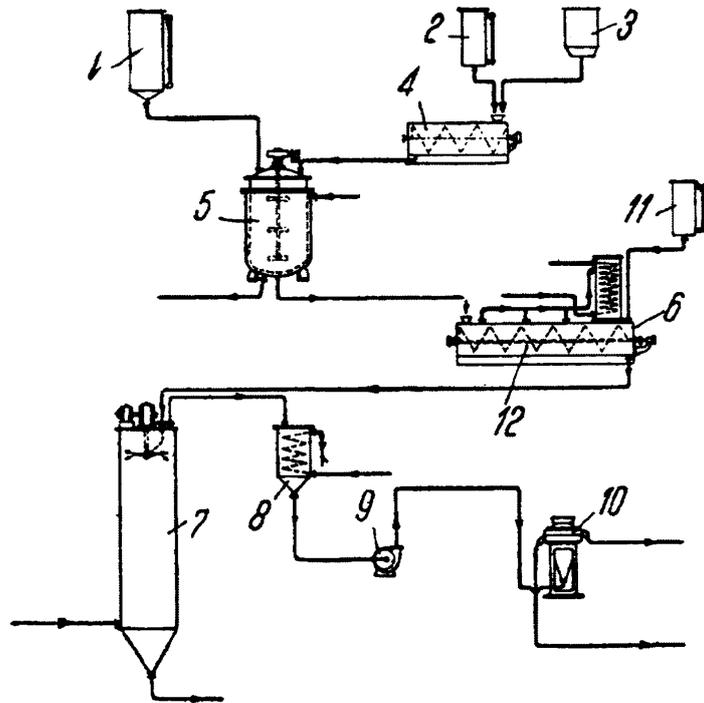
Фиг. 3

4 / 7



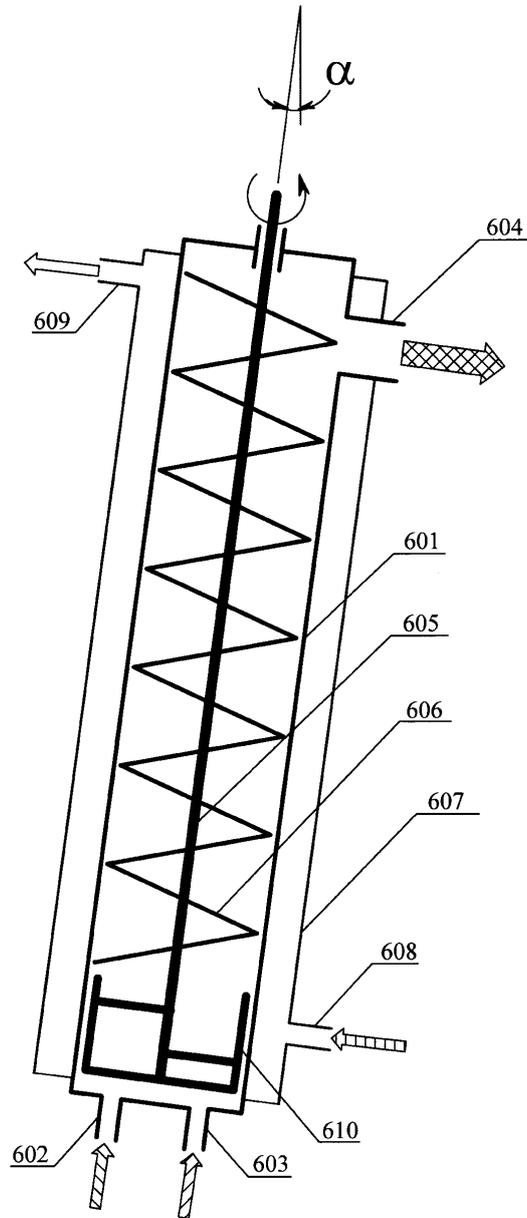
Фиг. 4

5/7

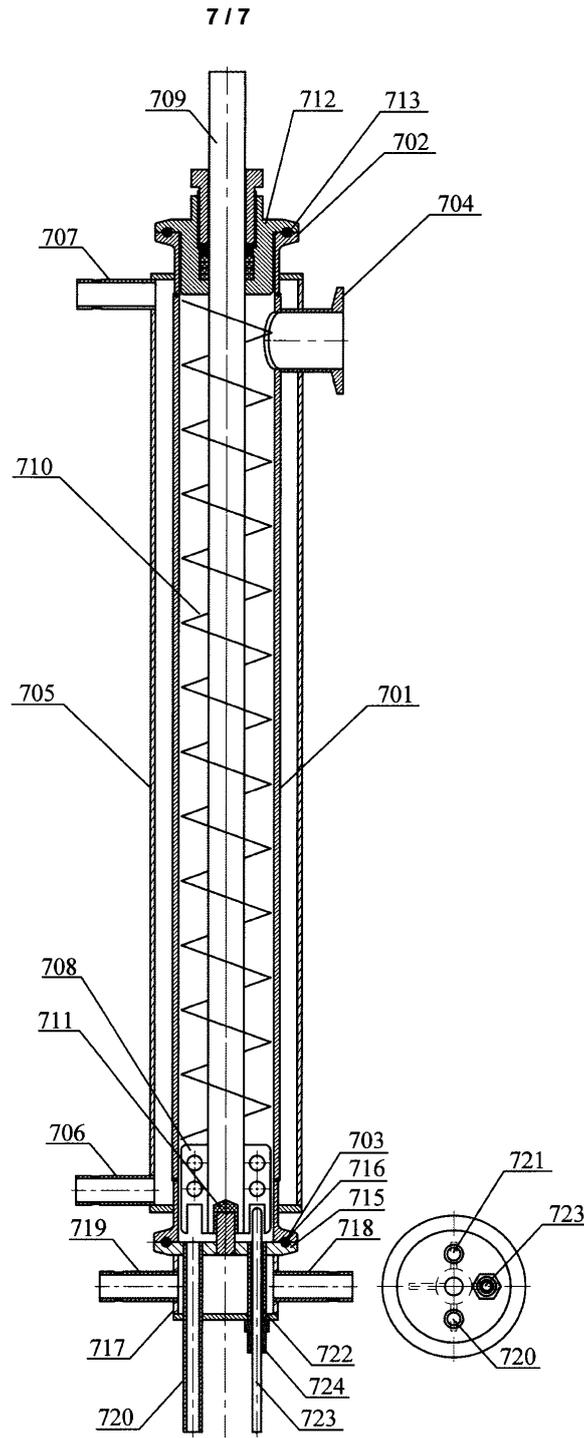


Фиг. 5

6 / 7



Фиг. 6



Фиг. 7