

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

69 597

Patent dodatkowy
do patentu

Kl. 12o, 11

Zgłoszono: 08.V.1969 (P 133 413)

Pierwszeństwo: 09.V.1968 Szwajcaria

MKP C07c 121/22

Opublikowano: 10.III.1974

Współtwórcy wynalazku: Urs Arni, Adriano Faucci, August Stocker, Klaus Aufderegg

Właściciel patentu: Lonza, A. G., Gampel, Zarząd Bazylea (Szwajcaria)

Sposób wytwarzania nitrylu malonowego

1

Wynalazek dotyczy sposobu wytwarzania nitrylu kwasu malonowego z acetonitrylu i chlorocyjanu.

Reakcja acetonitrylu z chlorocyjanem w fazie gazowej prowadząca do nitrylu kwasu malonowego jest już znana z opisu patentowego St. Zjedn. Ameryki nr 2 553 406. Ten sposób wytwarzania odznacza się jednak bardzo małą wydajnością, ponieważ nitryl malonowy tworzy się w ilości, nie większej niż 18% w stosunku do używanego halogenocyjanu. Poza tym reakcja ta przebiega w temperaturze co najmniej 600°C, korzystnie w temperaturze 650°–700°C, a z optymalną wydajnością w temperaturze 675°C.

Podano przy tym, że w wyższych temperaturach wydajność końcowego produktu obniża się.

Zgodnie z opisem patentowym St. Zjedn. Ameryki Północnej nr 2 606 917 reakcję prowadzi się w obecności gazu obojętnego, jak dwutlenek węgla, azot lub para wodna. Jednak nie poprawia to wydajności. Przy stosunku molowym chlorocyjanu do acetonitrylu i do dwutlenku węgla, jak 1:3:7,2, temperaturze reakcji 650°C i czasie kontaktowania 6 sekund, wydajność nitrylu malonowego wynosi zgodnie z przykładem VII wyżej wymienionego opisu patentowego również tylko 16,5%.

Poprawienie wydajności zgodnie z japońskim opisem patentowym nr 16506 z 1965 r. osiąga się przez to, że do gazowych komponentów reakcji acetonitrylu i chlorocyjanu wprowadza się małą ilość chloru jako katalizatora. Otrzymana wydajność reakcji wynosi około 70%. Przez stosowanie chloru jako katalizatora tworzą się jednak jako produkty uboczne duże ilości nitrylu kwasu fumarowego i nitrylu kwasu maleinowego. Ten ostatni jest bardzo ciężko oddzielić od

2

nitrylu malonowego. Ponadto stosowanie chloru wymaga kosztownej aparatury.

Nitryl kwasu malonowego powstający w reakcji acetonitrylu z chlorocyjanem, zanieczyszczony jest ubocznymi produktami takimi jak: nitryl kwasu fumarowego i nitryl kwasu maleinowego. Usunięcie tych produktów ubocznych z mieszaniny reakcyjnej jest połączone ze znacznymi trudnościami z powodu podobieństwa ich stałych fizycznych ze stałymi fizycznymi nitrylu kwasu malonowego.

Podstawowym zadaniem wynalazku jest wyeliminowanie wad znanych sposobów wytwarzania nitrylu kwasu malonowego i otrzymywanie z acetonitrylu i chlorocyjanu z wysoką wydajnością i o stopniu czystości 99% i wyższym.

Sposobem według wynalazku nitryl kwasu malonowego wytwarza się z acetonitrylu i chlorocyjanu w fazie gazowej w temperaturze 740°–780°C.

W przeciwieństwie do stwierdzenia, że wyższe temperatury, a więc temperatury powyżej 700°C, powodują zmniejszenie się wydajności, stwierdzono, że można uzyskać wydajność nitrylu kwasu malonowego aż do 70%, jeśli pracuje się w wąskim zakresie temperatur, a mianowicie 740°–780°C, korzystnie 750°–760°C, przy czym można uniknąć dodatkowego stosowania chloru. Praca przy wyższych temperaturach niż 780°C jest bezcelowa, ponieważ wydajności zmniejszają się wtedy z powodu rozkładu nitrylu kwasu malonowego i prowadzi ona do powstawania większej ilości zanieczyszczeń. Praca w temperaturze poniżej 740°C powodowałaby uzyskanie niskich wydajności produktu.

Celowym jest przeprowadzanie procesu według wynalazku

przy stosowaniu stosunku molowego chlorocyjanu do acetonitrylu od 1 : 1 do 1 : 5, korzystnie od 1 : 3 do 1 : 4. Gazowe reagenty można wprowadzać do reaktora po wstępnym podgrzaniu.

Celowym jest ustalenie czasu przebywania gazowych reagentów w reaktorze w ciągu 1–15 sekund, korzystnie 8–11 sekund.

Jako reaktory mogą być stosowane naczynia w kształcie rur jak rury kwarcowe, metalowe i tym podobne.

Uzyskane w reakcji produkty reakcji natychmiast chłodzi się stosując solankę chłodzącą, do temperatury 20°–50° C, korzystnie 25°–30° C. Z surowej mieszaniny oddziela się nityl maleinowy.

Sposób według wynalazku objaśnia niżej podany przykład.

Przykład. Otrzymywanie surowego nitylu malonowego. Do rury kwarcowej, o długości 1,4 m i średnicy wewnętrznej 40 mm, ogrzanej do temperatury 760° C wprowadzono chlorocyjan i acetonitryl w stosunku molowym 1 : 3,6, przy czym w ciągu 3 godzin przereagowało 750 g acetonitrylu i 312 g chlorocyjanu. Czas przebywania reagentów w reaktorze wynosił 9,8 sekund. Produkty reakcji na-

tychmiast ochłodzono za pomocą solanki. Mieszanina reakcyjna zawierała 230 g nitylu kwasu malonowego, co odpowiada 68,4% wydajności teoretycznej.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania nitylu malonowego z acetonitrylu i chlorocyjanu w fazie gazowej, **znamienny tym**, że reakcję acetonitrylu i chlorocyjanu prowadzi się w temperaturze 740°–780° C.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że reakcję prowadzi się w temperaturze 750°–760° C.

3. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że chlorocyjan i acetonitryl stosuje się w stosunku molowym wynoszącym od 1 : 1 do 1 : 5.

4. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że reakcję prowadzi się w czasie kontaktowania reagentów, wynoszącym 1–15 sekund.

5. Sposób według zastrz. 2–5, **znamienny tym**, że otrzymany produkt reakcji chłodzi się natychmiast do temperatury 20°–50° C.