



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY  
A OBJEVY

*číslo patentu*

# POPIS VYNÁLEZU 196 951

## K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

(61)

(23) Výstavní priorita  
(22) Přihlášeno 13 05 78  
(21) PV 3091-78

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.<sup>3</sup> C 07 C 57/15

(40) Zveřejněno 30 03 79

(45) Vydáno 01 4 82

(75)  
Autor vynálezu ČERVINKA OTAKAR doc.dr.ing.Dr Sc, TOUŠEŇ, FABRYOVÁ ANNA ing.CSc,  
POŘÁDEK JAROSLAV ing., LUKÁČ JURAJ ing. a ŠIMON JAN ing., PRAHA

(54) Způsob výroby kyseliny fumarové

1

Vynález se týká způsobu výroby kyseliny fumarové izomerací kyseliny maleinové.

Dosud se kyselina fumarová v technologickém měřítku vyráběla izomerací kyseliny maleinové, která je snadno dostupná hydrolýzou maleinanhydridu, který se získává katalytickou oxidací benzenu vzdušným kyslíkem. Vzhledem k větší termodynamické stabilitě fumarové kyseliny oproti kyselině maleinové probíhá izomerace poměrně snadno. Literatura uvádí řadu postupů, při kterých tato izomerace byla katalyzována kyselinami (Lesczynski Z., Kubica J., Rybacki L., Przemysl Chem. 42, 92 (1963), thermicky (Garro B.: Z. Anorg. Chem. 164, 81 (1927), různými solemi, sirnými sloučeninami (Kostromin A.S., Rusyanová N.D.: C.A. 64, 15734 (1966) atd.

Dosud známý způsob výroby kyseliny fumarové se podle vynálezu zdokonaluje tím, že se anhydrid kyseliny maleinové v jedné operaci hydrolyzuje stechiometrickým množstvím vody a vzniklá kyselina maleinová se bez izolace izomeruje. Izomerace se s výhodou provádí katalytickým působením kyseliny chlorovodíkové buď v uzavřené nádobě zahřátím na teplotu od 140 do 160° C, nebo zahříváním míchané směsi v otevřené baňce na teplotu 140 až 150° C. Je rovněž výhodné, jestliže se anhydrid kyseliny maleinové vaří s vodou za přítomnosti katalytického množství thio-močoviny.

Předností způsobu výroby podle vynálezu je především to, že při izomeraci lze výhodně vycházet přímo z levnějšího maleinanhydridu, provede-li se v přítomnosti stechiometrického množství vody, potřebného k hydrolýze na kyselinu maleinovou. Protože tato hydrolýza probíhá velmi

198 951

rychle, je možno uskutečnit izomeraci bez izolace kyseliny maleinové s použitím běžných izomeračních katalyzátorů.

Způsob výroby podle vynálezu poskytuje kyselinu fumarovou o vyhovující čistotě. Z hlediska výtěžku a ekonomičnosti je nejvýhodnější postup, při kterém se malein-anhydrid zahřívá s vodou a s katalytickým množstvím koncentrované kyseliny chlorovodíkové po dobu 2 hodin ve skleněném autoklávu při teplotě  $150^{\circ}\text{C}$ .

Kyselina fumarová získaná podle vynálezu se používá k výrobě asparagové kyseliny fermentativním způsobem.

Vynález blíže objasňuje několik následujících příkladů způsobu výroby podle vynálezu.

Všechny 3 postupy poskytly kyselinu fumarovou o vyhovující čistotě. Z hlediska výtěžku a ekonomičnosti je nejvýhodnější postup podle příkladu 1.

#### Příklady provedení

##### Příklad 1

Do skleněného autoklávu o obsahu 200 ml bylo vneseno 24,5 g (0,25 mol) maleinanhydridu, 10,5 ml vody a 1 ml 36% kyseliny chlorovodíkové a směs byla na olejové lázni zahřívána na  $150^{\circ}\text{C}$ . Po několika minutách se z čirého roztoku vylučovaly bílé krystaly. Po 2 hodinovém zahřívání byl obsah autoklávu ochlazen na teplotu místnosti, krystaly odsáty a po promytí 3x50 ml ledové vody vysušeny na vzduchu. Bylo získáno 27,5 g (95%) kyseliny fumarové o teplotě tání  $288$  až  $290^{\circ}\text{C}$  (stanoveno v zatavené kapiláře).

##### Příklad 2

V baňce opatřené zpětným chladičem a mechanickým míchadlem bylo smícháno 20 g maleinanhydridu, 13,6 ml vody a 1 ml konc. kyseliny chlorovodíkové a směs byla za míchání zahřívána 3 hodiny při teplotě lázně  $140$  až  $150^{\circ}\text{C}$ . Po ochlazení byly krystaly odsáty, promyty chladnou vodou a sušeny na vzduchu. Bylo získáno 21,6 g (91%) produktu o t.t.  $281$  až  $282^{\circ}\text{C}$ .

##### Příklad 3

V baňce opatřené míchadlem a zpětným chladičem bylo smícháno 20 g maleinanhydridu, 86 ml vody a roztok 0,5 g thiomocoviny v 10 ml vody. Směs byla za míchání vařena po dobu 4 hodin. Po ochlazení směsi byly vyloučené krystaly odsáty, promyty studenou vodou a sušeny na vzduchu. Bylo získáno 23,1 g (97%) kyseliny fumarové o t.t.  $281$  až  $282^{\circ}\text{C}$ .

### PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob výroby kyseliny fumarové, vyznačující se tím, že se na anhydrid kyseliny maleinové působí stechiometrickým množstvím vody za přítomnosti katalyzátorů pro izomeraci kyseliny maleinové na kyselinu fumarovou při teplotě od  $140$  do  $160^{\circ}\text{C}$ .
2. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že se jako katalyzátoru použije kyseliny chlorovodíkové a reakce se provádí v uzavřené nádobě zahřátím na teplotu  $140$  až  $160^{\circ}\text{C}$ .

3. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že se jako katalyzátoru použije kyseliny chlorovodíkové a reakce se provádí zahříváním míchané směsi v otevřené baňce na teplotu 140 až 150° C.
4. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že se jako katalyzátoru použije thiomočoviny.