



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

218083
(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
C 07 D 307/60

(22) Prihlášené 21 01 81

(21) (PV 412-81)

(40) Zverejnené 28 05 82

(45) Vydané 15 06 84

(75)

Autor vynálezu

ŠRAGA JÁN RNDr. CSc., HRNČIAR PAVOL prof. RNDr. DrSc., BRATISLAVA

(54) Spôsob prípravy anhydridu kyseliny jantárovej

Vynález sa týka prípravy anhydridu kyseliny jantárovej na báze anhydridu kyseliny maleinovej. Podstata vynálezu spočíva v selektívnej hydrogenácii uhlík — uhlík dvojitej väzby, konjugovanej s dvomi karbonylovými skupinami na čiastočne deaktivovanom Raneyovom nikli ako katalyzátore pri teplote miestnosti a atmosferickom tlaku v prostredí aprotického rozpúšťadla. Vynález môže byť využitý ako pre priemyselnú produkciu, tak aj laboratórnu prípravu anhydridu kyseliny jantárovej ako jednej zo základných surovín využívaných v organickej syntéze a v biochémii.

Vynález sa týka spôsobu prípravy anhydridu kyseliny jantárovej na báze anhydridu kyseliny maleinovej.

Anhydrid kyseliny jantárovej sa podľa postupov známych z literatúry pripravuje buď dehydratáciou kyseliny jantárovej, alebo katalytickou hydrogenáciou anhydridu kyseliny maleinovej na rôznych druhoch katalyzátorov. Nevýhodou doteraz popísaných postupov na katalytickú hydrogenáciu maleinanhydridu je buď energetická náročnosť syntézy — reakcia prebieha za vysokých teplôt a tlakov, alebo neprístupnosť a teda vysoká cena katalyzátorov, alebo nízke výťažky.

Uvedené nedostatky sa riešia postupom podľa vynálezu, pričom sa anhydrid kyseliny maleinovej katalyticky hydrogenuje v aprotickom rozpúšťadle pri teplote miestnosti a atmosferickom tlaku na anhydrid kyseliny jantárovej. Hydrogenácia sa uskutočňuje na Raneyovom nikli W-2, ktorý bol čiastočne deaktivovaný 10 minútovým miešaním pri teplote miestnosti s desaťnásobným hmotnostným množstvom 0,1 % roztoku kyseliny octovej v tom rozpúšťadle, ktoré sa použije pri reakcii.

Tento postup prípravy anhydridu kyseliny

jantárovej vychádza z obchodne dostupných látok, je energeticky a ekonomicky nenáročný a poskytuje kvantitatívne výťažky. Za rovnakých podmienok možno hydrogenovať aj iné analogické systémy (maleinimid poskytuje sukcinimid, 4-cyklopentén-1,3-diól poskytuje 1,3-cyklopentándiól atď.).

Spôsob podľa vynálezu je ďalej ilustrovaný v príklade uskutočnenia:

Roztok anhydridu kyseliny maleinovej (24,5 g, 0,25 mol) v etylacetáte (400 ml) sa hydrogenuje pri teplote miestnosti a atmosferickom tlaku spolu s deaktivovaným Raneyovým niklom (3 g). Raneyov nikl W-2 sa deaktivuje 10 minútovým miešaním pri teplote miestnosti s desaťnásobným hmotnostným množstvom 0,1 % roztoku kyseliny octovej v etylacetáte, nechá sa usadiť, roztok sa dekantuje a katalyzátor sa použije v reakcii.

Po ukončení spotreby vodíka (1,5 až 2 h), sa katalyzátor odfiltruje, premyje etylacetátom (50 ml) a rozpúšťadlo sa oddestiluje (bez úpravy ho možno použiť v nasledujúcej reakcii). Výťažok anhydridu kyseliny jantárovej s t. t. 119 až 120 °C je 100 %. Produkt bol identifikovaný pomocou infračervených a ¹H-NMR spektier.

PREDMET VYNÁLEZU

Spôsob prípravy anhydridu kyseliny jantárovej katalytickou hydrogenáciou anhydridu kyseliny maleinovej na Raneyovom nikli v prostredí aprotického rozpúšťadla, vyznačujúci sa tým, že sa hydrogenácia uskutočňuje pri teplote miestnosti a atmosferickom tlaku

na Raneyovom nikli, deaktivovanom 10 minútovým miešaním pri teplote miestnosti s desaťnásobným hmotnostným množstvom 0,1 % roztoku kyseliny octovej v tom rozpúšťadle, ktoré sa použije pri reakcii.