



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

200 368

(11) (B 1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 22 03 78
(21) PV 7367-78

(51) Int. Cl. C 07 D 307/2

(40) Zveřejněno 31 12 79
(45) Vydáno 15 01 83

(75)

Autor vynálezu BĚLUŠA JINDŘICH ing., DOLNÍ LOUČKY, VACEK JAN ing., BRNO
KOVÁČ JAROSLAV prof. ing. DrSc., BRATISLAVA, NEVYDAL JOZEF ing., HLOHOVEC a
ŠŤASTNÝ PAVEL, BRNO

(54) Způsob kontinuální výroby kyseliny 5-nitro-2-furylakrylové

1

Vynález se týká způsobu kontinuální výroby kyseliny 5-nitro-2-furylakrylové.

Kyselina 5-nitro-2-furylakrylová má antibakteriální účinky. Používá se jako konzervační prostředek.

Kyselina 5-nitro-2-furylakrylová se nejčastěji připravuje diskontinuálním postupem nitrace kyseliny 2-furylakrylové acetylnitrátem. Nitrace probíhá mechanismem elektrofilní substituce.

Nevýhodou diskontinuálního postupu výroby je, že nitraci kyseliny 2-furylakrylové předchází příprava nitrační směsi z acetanhydridu a kyseliny dusičné. Účinnou složkou nitroační směsi je acetylnitrát, který se již při mírně zvýšené teplotě může explozivně rozložit. Šaržovitý postup pracuje s velkými objemy reakční směsi. Nitrace furanového kruhu je exotermní reakce (asi 140 kJ/mol). Přidáváním kyseliny 2-furylakrylové k připravené nitrační směsi může dojít k lokálnímu přehřátí a k iniciaci explozivního rozkladu acetylnitrátu. Účinek explozivního rozkladu lze zmírnit přidáním inertního organického rozpouštědla, například chlorovaného alifatického uhlovodíku (US patent č. 3 013 023).

Maďarský patent č. 151 479 řeší nitraci furanových derivátů současným přiváděním kyseliny dusičné a furanového derivátu do acetanhydridu. Tento postup snižuje možnost explozivního rozkladu na minimum. Nevýhodou postupu zůstává diskontinuální provedení.

Čs. autorské osvědčení č. 181 545 řeší nitraci kyseliny 2-furylakrylové tak, že acetyl-nitrát se připravuje kontinuálním přiváděním kyseliny dusičné a acetanhydridu do stíráného reaktoru, takto vznikající nitrační směs je kontinuálně vedena do cirkulačního reaktoru společně s kontinuálním přiváděním roztoku kyseliny 2-furylakrylové v acetanhydridu. Nevýhodou tohoto postupu je separátní příprava nitrační směsi.

Shora uvedené nevýhody popsaných způsobů výroby kyseliny 5-nitro-2-furylakrylové podstatně snižuje způsob kontinuální výroby kyseliny 5-nitro-2-furylakrylové podle vynálezu, jeho podstata spočívá v tom, že kyselina 2-furylakrylová, anhydrid kyseliny octové, kyselina dusičná o koncentraci 65 až 100 % a kyselý katalyzátor se přivádí současně do reakčního prostoru v molárním poměru 1 : 3 až 10 : 1 až 2 : 0,01 až 0,05, kde se udržuje teplota -15 až +5 °C při době zadržení 5 až 40 minut, reakční směs potom kontinuálně opouští tento reakční prostor a odvádí se k separaci reakčního produktu.

Kyselina 2-furylakrylová se přivádí ve směsi s acetanhydridem. Jako kyselý katalyzátor se používá např. kyselina chloristá, kyselina fosforečná, kyselina p-toluensulfonová a s výhodou kyselina sírová.

Kyselý katalyzátor se přivádí ve směsi s kyselinou dusičnou nebo ve směsi s acetanhydridem a kyselinou 2-furylakrylovou. Výhodou způsobu přípravy kyseliny 5-nitro-2-furylakrylové podle vynálezu je kontinuální provedení, které zaručuje bezpečnou a jednoduchou výrobu a velký výkon výrobního zařízení.

P ř í k l a d 1

Do spodní části reaktoru s pístovým pohybem reakční směsi se současně přivádí směs dýmavé kyseliny dusičné a koncentrované kyseliny sírové v množství 56 g/h a směs acetanhydridu a kyseliny 2-furylakrylové v množství 590 g/h.

Acetanhydrid, kyselina 2-furylakrylová, kyseliny dusičná a kyselina sírová jsou přiváděny v molárním poměru 4,872 : 0,674 : 0,857 : 0,014.

Teplotě reakce se udržuje v intervalu -12 až -5 °C. Reakční směs, kontinuálně opouštějící tento reaktor v jeho horní části, je zaváděna na šupinkový led. Vyloučené krystaly kyseliny 5-nitro-2-furylakrylové jsou separovány vakuovou filtrací a promyty ledovou vodou.

Výtěžek kyseliny 5-nitro-2-furylakrylové je 75 g/h (60 % teorie, počítáno na kyselinu 2-furylakrylovou).

Teplota tání je 233 až 236 °C za rozkladu.

P ř í k l a d 2

Postup je shodný s příkladem 1. Odlišnost je pouze v tom, že místo dýmavé kyseliny dusičné je použita kyselina dusičná o koncentraci 65 % v množství 83 g/h.

Výtěžek kyseliny 5-nitro-2-furylakrylové je 30 %, počítáno na kyselinu 2-furylakrylovou.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob kontinuální výroby kyseliny 5-nitro-2-furylakrylové z kyseliny 2-furylakrylové, anhydridu kyseliny octové a kyseliny dusičné v přítomnosti kyselého katalyzátoru, vyznačený tím, že kyselina 2-furylakrylová, anhydrid kyseliny octové, kyseliny dusičná o koncentraci 65 až 100 % a kyselý katalyzátor se přivádí současně do reakčního prostoru v molárním poměru 1 ku 3 až 10 ku 1 až 2 ku 0,01 až 0,05, kde se udržuje teplota -15 až +5 °C při době zdržky 5 až 40 minut, reakční směs potom kontinuálně opouští tento reakční prostor a odvádí se k separaci reakčního produktu.
2. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že kyselina 2-furylakrylová se přivádí ve směsi s anhydridem kyseliny octové.
3. Způsob podle bodu 1 a/nebo 2, vyznačený tím, že kyselý katalyzátor se přivádí ve směsi s kyselinou dusičnou nebo ve směsi s anhydridem kyseliny octové a kyselinou 2-furylakrylovou.