



УКРАЇНА

(19) UA (11) 55307 (13) A
(51) 7 C07C229/24МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІОПИС
ДО ДЕКЛАРАЦІЙНОГО ПАТЕНТУ
НА ВІНАХІДВИДАЄТЬСЯ ПІД
ВІДПОВІДАЛЬНІСТЬ
ВЛАСНИКА
ПАТЕНТУ

(54) СПОСІБ ВИРОБНИЦТВА D, L-АСПАРАГІНОВОЇ КИСЛОТИ

1

2

(21) 2002118998

(22) 12 11 2002

(24) 17 03 2003

(46) 17 03 2003, Бюл. № 3, 2003 р.

(72)

(73) ТОВАРИСТВО З ОБМЕЖЕНОЮ
ВІДПОВІДАЛЬНІСТЮ НАУКОВО-ВИРОБНИЧЕ
ПІДПРИЄМСТВО "КОЛОР"(57) 1 Спосіб виробництва D,L-аспарагінової
кислоти, який включає амоніфікацію водного розчину
малеїнової кислоти при нагріванні під тиском, об-
робку продуктів амоніфікації мінеральною кислотою
та виділення одержаної при обробці D,L-
аспарагінової кислоти, який відрізняється тим,
що продукти амоніфікації спочатку очищують акти-
вованим вугіллям, а потім обробляють
мінеральною кислотою, причому амоніфікацію
здійснюють при температурі 130-135°C під тиском
0,3-0,35 МПа і водний розчин maleїнової кислоти
використовують у вигляді висококонцентрованоговодного розчину з масовою часткою 60-75 %, а як
мінеральну кислоту використовують азотну кисло-
ту2 Спосіб за п 1, який відрізняється тим, що про-
дукти амоніфікації очищують активованим вугіллям
шляхом їх змішування в присутності динатрієвої
солі етилендіамінтетраоцтової кислоти з наступ-
ним фільтруванням продуктів амоніфікації від вугі-
льного шламу та промиванням вугільного шламу3 Спосіб за пп 1, 2, який відрізняється тим, що
виділення одержаної при обробці D,L-
аспарагінової кислоти здійснюють шляхом охоло-
дження, фільтрування та промивання виділених в
процесі охолодження кристалів D,L-аспарагінової
кислоти4 Спосіб за пп 1, 2, 3, який відрізняється тим, що
промивання кристалів D,L-аспарагінової кислоти
здійснюють охолодженою дистильованою або де-
мінералізованою водою

Запропонований винахід відноситься до хіміч-
ної галузі, зокрема до виробництва D,L- аспарагі-
нової кислоти, яка у вигляді калієвих та магнієвих
солей може бути використана в медичній галузі
для виробництва лікувальних засобів, таких як
аспаркам, сапасол та оркамін

Відомий спосіб виробництва D,L - аспарагіно-
вої кислоти, шляхом амоніфікації водного розчину
малеїнової кислоти, обробки продуктів амоніфікації
соляною кислотою з метою одержання технічної
D,L - аспарагінової кислоти, яку виділяють шляхом
охолодження (кристалізації) з наступним фільтру-
ванням одержаної суспензії та промиванням дис-
тильованою водою до негативної реакції на хлор -
іон Далі технічну D,L - аспарагінову кислоту роз-
чиняють у дистильованій воді та очищують акти-
вованим вугіллям шляхом їх змішування в присут-
ності динатрієвої солі етилендіамінтетраоцтової
кислоти (трилону Б) з наступним відокремленням
D,L- аспарагінової кислоти від вугільного шламу З
одержаного розчину виділяють очищену D,L - ас-
парагінову кислоту шляхом охолодження, фільтру-
вання та промивання до негативної реакції на

хлор - іон Після сушіння отримують білий криста-
лічний порошок D,L - аспарагінової кислоти, який
містить 99% основної речовини

Вихід D,L - аспарагінової кислоти в перерахун-
ку на maleїновий ангідрид, який використовують
для одержання водного розчину maleїнової кисло-
ти, відповідно складає технічної - 62,18%, очище-
ної - 44,5% (1)

Недоліком відомого способу є низький вихід
цільового продукту, зокрема очищеної D,L - ас-
парагінової кислоти, обумовлений умовами процесу
амоніфікації, очищення кислоти та значними втра-
тами цільового продукту в процесі двохкратного ви-
ділення кислоти спочатку технічної, а потім очи-
щеної

Найбільш близьким за технічною сутністю та
досягаємим результатом є спосіб виробництва D,L
- аспарагінової кислоти, який включає в себе амо-
ніфікацію водного розчину maleїнової кислоти при на-
гріванні під тиском, обробку продуктів амоніфікації
мінеральною кислотою та виділення одержаної
при обробці D,L - аспарагінової кислоти

Відомий спосіб включає стадії

(13) A

(11) 55307

(19) UA

амонілізу водного розчину малеїнової кислоти, з масовою часткою 54-55%, водним розчином суміші водних розчинів аміаку та хлористого амонію при температурі 145°C під тиском 0,5МПа,

обробки продуктів амонілізу соляною кислотою з метою одержання технічної D,L - аспарагінової кислоти,

виділення технічної D,L - аспарагінової кислоти,

очищення технічної D,L - аспарагінової кислоти шляхом розчинення її в дистильованій воді, нейтралізації водним розчином аміаку до pH = 6,0 та змішування з активованим вугіллям з розмішуванням при нагріванні до температури 80°C та відокремлення від вугільного шламу фільтруванням,

нагрівання одержаного фільтрату до температури 100°C та обробку соляною кислотою до досягнення pH 2,5,

виділення очищеної D,L - аспарагінової кислоти із одержаних продуктів обробки шляхом їх охолодження до температури 18-25°C протягом 16 годин, знову фільтрування та промивання дистильованою водою

Кристали тричі промивають дистильованою водою і отримують очищену D,L - аспарагінову кислоту з виходом 64%, в перерахунок на малеїновий ангідрид. З урахуванням додаткової операції виділення D,L - аспарагінової кислоти з промивних вод та при виробництві побічного продукту цього процесу - хлористого амонію вихід очищеної D,L - аспарагінової кислоти збільшують до 72% (2)

Недоліком відомого способу є низька якість очищеної D,L - аспарагінової кислоти, обумовлена "жорсткими" умовами процесу амонілізу та наявністю процесу виділення саме технічної кислоти і її очищення

Це пояснюється тим, що відомі умови процесу амонілізу спричиняють утворення побічних продуктів амонілізу, які легко виділяються разом з D,L - аспарагіновою кислотою та спричиняють технічний характер цієї кислоти, що, в свою чергу, викликає необхідність очищення саме технічної кислоти, наступне її розчинення, обробку соляною кислотою та виділення вже очищеної кислоти

Іншими недоліками відомого способу є значна тривалість та складність процесу, високі витрати сировини для амонілізу (суміші водних розчинів аміаку та хлористого амонію) і енергоресурсів, зокрема води та електроенергії

Недоліком процесу також є використання соляної кислоти, яка є дефіцитним прекурсором, що використовується у виробництві нарколопічних речовин

В основу винаходу поставлена задача створення такого способу виробництва D,L - аспарагінової кислоти, в якому шляхом введення додаткової операції та зміни умов процесу амонілізу, температури, тиску, концентрації вихідної сировини і зміни умов процесу обробки, зокрема використання нової, але самої по собі відомої в техніці, речовини, забезпечується можливість зменшення утворення побічних продуктів в процесі амонілізу та запобігання їх виділення разом з D,L - аспарагіновою кислотою

Поставлена задача вирішується тим, що у відомому способі виробництва D,L - аспарагінової кислоти, який включає амонілиз водного розчину малеїнової кислоти при нагріванні під тиском, обробку продуктів амонілізу мінеральною кислотою та виділення одержаної при обробці D,L - аспарагінової кислоти, згідно з запропонованим винаходом, продукти амонілізу спочатку очищують активованим вугіллям, а потім обробляють мінеральною кислотою, причому амонілиз здійснюють при температурі 130-135°C під тиском 0,3-0,35МПа і водний розчин малеїнової кислоти використовують у вигляді висококонцентрованого водного розчину з масовою часткою 60-75%, а як мінеральну кислоту використовують азотну кислоту

Поставлена задача вирішується також тим, що продукти амонілізу очищують активованим вугіллям шляхом їх змішування в присутності динатрієвої солі етилендіамінтетраоцтової кислоти з наступним фільтруванням продуктів амонілізу від вугільного шламу та промиванням вугільного шламу

Поставлена задача вирішується також тим, що виділення одержаної при обробці D,L - аспарагінової кислоти здійснюють шляхом охолодження, фільтрування та промивання виділених в процесі охолодження кристалів D,L-аспарагінової кислоти

Поставлена задача вирішується також тим, що промивання кристалів D,L-аспарагінової кислоти здійснюють охолодженою дистильованою або демінералізованою водою

Зміна умов процесу амонілізу обумовлює зменшення утворення побічних продуктів реакції, а введення додаткової операції очищення безпосередньо продуктів амонілізу забезпечує їх очищення від шкідливих домішок та запобігає забрудненню цими шкідливими домішками D,L - аспарагінової кислоти в процесі її утворення шляхом обробки азотною кислотою та наступного виділення цільового продукту

В порівнянні з відомим способом - прототипом запропонований спосіб забезпечує

підвищення якості готового продукту з 98,5% мас до 100% мас, в перерахунок на суху основну речовину,

збільшення виходу продукту з 64% до більше ніж 70%, в перерахунок на малеїновий ангідрид - вихідну сировину для отримання малеїнової кислоти,

зменшення тривалості процесу та кількості технологічних стадій процесу за рахунок скорочення стадій утворення та виділення технічної D,L - аспарагінової кислоти, її розчинення, нейтралізації та очищення активованим вугіллям, нагріванням та обробкою соляною кислотою,

зменшення витрат енергоресурсів, зокрема електроенергії, води, та зменшення кількості стоків

Перевагою запропонованого способу є також виключення використання дефіцитної соляної кислоти, яка є прекурсором

Запропонований спосіб включає наступні стадії

амонілиз висококонцентрованого водного розчину малеїнової кислоти з масовою часткою 60-75% водним розчином аміаку при температурі 130-

135°C під тиском 0,3-0,35МПа,

очищення продуктів амонілізу активованим вугіллям шляхом змішування в присутності трипону Б з наступним відокремленням вугільного шламу шляхом фільтрування та промивання гарячою водою,

обробка очищених продуктів амонілізу азотною кислотою з утворенням D,L - аспарагінової кислоти,

виділення D,L - аспарагінової кислоти шляхом охолодження утворених кристалів D,L - аспарагінової кислоти спочатку до 20-25°C, а потім до 0-5°C з наступним фільтруванням та промиванням дистильованою або демінералізованою водою, охолодженою до 0-5°C

Як вихідну сировину використовують готовий водний розчин малеїнової кислоти, або малеїновий ангідрид, який попередньо розчиняють у воді

Запропонований винахід пояснюється прикладами здійснення способу

Приклад 1 В скляну колбу, оснащену мішалкою, термометром, зворотнім холодильником та капельною лійкою, завантажують 164см³ дистильованої води, яку нагрівають до 60°C, додають 200г (2,04моля) малеїнового ангідриду, масу розмішують протягом 20-30 хвилин до повного розчинення малеїнового ангідриду Одержують висококонцентрований розчин малеїнової кислоти з масовою часткою 65% До розчину додають 66г (3,9моля) водного розчину аміака з масовою часткою 25% до досягнення рН в межах 8,5-9 Розчин завантажують в автоклав, оснащений люком для завантаження, мішалкою, манометром та пильзою для термометра Автоклав герметично закривають і його вміст нагрівають до температури 130-135°C, при цьому тиск в автоклаві підвищується до 0,3-0,35МПа За цих умов реакційну масу витримують протягом 3-х годин, після чого масу охолоджують до температури 70°C та здійснюють процес очищення продуктів амонілізу Для цього люк автоклава відкривають, завантажують 2,8г активованого вугілля та 0,3г трипону Б Далі люк герметично закривають, масу підігрівають до температури 95-100°C, витримують за цієї температури

ри 30 хвилин і гарячою вивантажують на фільтрацію, фільтрують та промивають гарячою водою Очищені продукти амонілізу (фільтрат та промивну воду) зливають у колбу, оснащену термометром, мішалкою, зворотнім холодильником і капельною лійкою При температурі 45-50°C та перемішуванні в колбу додають 125 г азотної кислоти марки "Ч" з масовою часткою 56% до досягнення рН в межах 2,5-3,0 Одержану суспензію кристалів D,L - аспарагінової кислоти охолоджують спочатку водою до температури 20-25°C, а потім льодом з хлористим натрієм до температури 0-5°C Після охолодження суспензію аналізують на повноту кристалізації При одержанні позитивного аналізу кристалізації суспензію фільтрують та промивають виділені кристали D,L - аспарагінової кислоти дистильованою або демінералізованою водою, в кількості 1000см³, охолодженою до 0-5°C до відсутності в промивній воді іонів заліза, амонію, хлору, нитрат-іону та іонів важких металів Готову пасту чистої D,L - аспарагінової кислоти відправляють споживачам або сушать за температури 100-105°C

Одержують 190,4г D,L - аспарагінової кислоти з масовою часткою основної речовини 100% Вихід очищеної кислоти 70,14% в перерахунок на малеїновий ангідрид

Приклад 2 здійснюють так, як зазначено в прикладі 1, тільки для амонілізу використовують 75%-ний розчин малеїнової кислоти, тобто для приготування цього розчину беруть 115см³ води та 200г (2,04моля) малеїнового ангідриду

Одержують 190,2г D,L - аспарагінової кислоти з масовою часткою основної речовини 100% Вихід очищеної кислоти 70,06% в перерахунок на малеїновий ангідрид

Джерела інформації, прийняті до уваги при експертизі

1 Постоянный технологический регламент №386 производства D,L - аспарагиновой кислоты, утв. техническим директором Рубежанского ПО «КРАСИТЕЛЬ» 17 03 1995г, с 5-15

2 ПНР патент №143183 С07С101/22, опубл. 31 11 1988г (прототип)