



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

(22) Prihlásené 28 08 81
(21) [PV 6396-81]

(40) Zverejnené 28 01 83

(45) Vydané 15 04 86

224020
(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
C 07 C 49/16
(C 07 C 49/16,
45/82)
//C 07 D 473/10

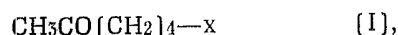
(75)
Autor vynálezu

NEVYDAL JOZEF ing., JENDRICHOVSKÝ JÁN ing. CSc., HLOHOVEC,
FRIMM RICHARD doc. ing. CSc., RYBÁR ALFONZ ing. CSc., BRATISLAVA

(54) Spôsob izolácie 6-halogén-2-hexanónov a zariadenie na jeho prevádzkanie

1

Predmetom vynálezu je spôsob izolácie 6-halogén-2-hexanónov obecného vzorca I



kde

x je chlór alebo bróm, ktoré sú medziproduktami pre výrobu farmaceutickej substancie 1-(5-oxohexyl)teobromínu.

Doteraz popísanými postupami (USA patent č. 3 422 107 čs. autorské osvedčenie č. 205 936) sa uvedené zlúčeniny izolovali vákuovou destiláciou, čo je postup pre veľkú tepelnú nestabilitu uvedených zlúčenín, zvlášť v prítomnosti kovov — veľmi náročný na zariadenie — hlavne v prevádzkovom merítku.

Pri diskontinuálnej vákuovej destilácii sa v dôsledku dlhodobého prehrievania destilovanej zmesi znižuje výťažok a kvalita produktu. Kontinuálna vákuová destilácia si v tomto prípade vyžaduje filmovú odparku, zhotovenú z nekoróznych materiálov (sklo, porcelán), čo značne komplikuje konštrukciu výrobného zariadenia a tým zvyšuje investičné náklady.

Podstata spôsobu izolácie 6-halogén-2-hexanónov podľa vynálezu spočíva v tom, že 6-halogén-2-hexanóny sa zo surových produktov izolujú kontinuálnou destiláciou s vod-

2

nou parou, pričom sa na hlavu náplňovej kolóny kontinuálne privádza surový produkt a zo spodu kolóny protiprúdne vodná para.

Predmetom vynálezu je tiež zariadenie na izoláciu 6-halogén-2-hexanónov, ktoré spočíva v tom, že nástreková etáž na prívod surového produktu je umiestnená na hlave náplňovej kolóny (ktorá je nekovová, napríklad sklenená) a prívod pary je zo spodu kolóny. Na náplni kolóny dochádza k dostatočnému styku fáz, destilovaná látka je namáhaná krátkodobu. Z hlavy kolóny sa pary destilovaných predmetných zlúčenín a vody odvádzajú cez odlučovač kvapiek cez chladič do deličky fáz.

Na pripojenom výkrese je schématicky znázornené zariadenie podľa vynálezu, ktoré sa skladá z náplňovej kolóny 1, nástrekovej etáže 2 na prívod destilovaných zlúčenín, umiestnenej na hlave kolóny a naspodku kolóny umiestneného prívodu 3 vodnej pary. Pary vody a destilovanej látky prechádzajú cez odlučovač 4 kvapiek potrubím 5 cez chladič 6 do deličky 7 fáz, z ktorej sa potrubím 9 cez sifónový prepad odoberá ťažšia fáza produktu a potrubím 8 vodná fáza. Zospodu kolóny sa odvádzajú potrubím 10 neprchavé zvyšky so skondenzovanou vodou.

Postup podľa vynálezu je nenáročný na zariadenie a získaný produkt je vysokej čis-

toty s minimálnymi stratami. Pri diskontinuálnej destilácii s vodnou parou podobne ako pri diskontinuálnej vákuovej destilácii dochádza k stratám v dôsledku dlhodobého tepelného namáhania destilovaného produktu. Ďalšou výhodou v porovnaní s diskontinuálnymi postupami je podstatné zvýšenie kapacity výroby.

V ďalšom je predmet vynálezu objasnený v dvoch príkladoch bez toho, aby sa na tieto výlučne obmedzoval.

Príklad 1

Na hlavu 2 m dlhej sklenenej kolóny s priemerom 4,5 cm, plnenej sklenenými Raschigovými krúžkami veľkosti 0,5 cm sa pridáva surový 6-bróm-2-hexanón rýchlosťou 0,5 kg/h. Zospodu kolóny sa protiprúdne privádza vodná para rýchlosťou 5 až 8 kg/h. Po schladení sa destilát v deličke delí na

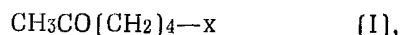
dve fázy: ťažšiu — brómhexanón, nasýtený vodou a ľahšiu — vodu, nasýtenú brómhexanónom. Z deličky sa vrstvy kontinuálne odberajú, získa sa 0,35 až 0,37 kg/h 6-bróm-2-hexanónu (po vysušení čistoty nad 96 %) a 5 až 6 kg vodnej fázy, ktorá sa môže použiť pri príprave 6-bróm-2-hexanónu na riedenie reakčnej zmesi podľa čs. aut. osv. číslo 205 936, alebo 6-bróm-2-hexanón sa z nej môže vyizolovať extrakciou do chloroformu v množstve 0,04 až 0,07 kg/h. Celkove sa získa 0,40 až 0,45 kg/h 6-bróm-2-hexanónu.

Príklad 2

Postupuje sa podľa príkladu 1 s tým, že na hlavu kolóny sa nastrekuje surový 6-chlór-2-hexanón rýchlosťou 0,60 kg/h a získa sa 0,50 až 0,55 kg/h 6-chlór-2-hexanónu čistoty nad 97 %.

PREDMET VYNÁLEZU

1. Spôsob izolácie 6-halogén-2-hexanónov, obecného vzorca I



kde

x je bróm, chlór, zo surových produktov destiláciou, vyznačený tým, že sa surový produkt kontinuálne destiluje s vodnou parou, pričom sa na hlavu náplňovej kolóny konti-

nuálne privádza surový produkt a zo spodu kolóny protiprúdne vodná para.

2. Zariadenie na prevádzanie spôsobu podľa bodu 1, vyznačené tým, že nástreková etáž (2) na prívod surového produktu je umiestnená na hlave náplňovej kolóny (1) a prívod (3) pary je zospodu kolóny, pričom nad nástrekovou etážou (2) je odlučovač (4) kvapiek, za ním chladič (6) a delička (7) fáz.

