



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 27.06.74 (P. 172246)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 17.01.76

Opis patentowy opublikowano: 31.07.1978

MKP C07d 51/76

Int. Cl.² C07D 241/20

CZYTELNIA

Urząd Patentowy
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Twórcy wynalazku: Henryk Marciniak, Tadeusz Witkowski, Wacław Świerczyński, Jerzy Szczepiński, Jerzy Twardowski, Jerzy Grelewicz, Eugeniusz Adolf, Andrzej Kozera

Uprawniony z patentu: Spółdzielnia Pracy Chemików „Xenon”, Łódź
(Polska)

Sposób wytwarzania amidu kwasu pirazynokarboksylowego

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania amidu kwasu pirazynokarboksylowego z surowego kwasu pirazynokarboksylowego.

Znany jest sposób wytwarzania amidu kwasu pirazynokarboksylowego opisany w patencie polskim nr 59330. Sposób ten polega na oczyszczeniu surowego kwasu pirazynokarboksylowego przez przeprowadzenie go do wodnego roztworu w postaci soli amonowej, odbarwieniu roztworu korzystnie węglem aktywnym, wytrąceniu kwasem siarkowym, odwirowaniu i wysuszeniu. Suchy, oczyszczony kwas pirazynokarboksylowy zawieszają się w metanolu, po czym wprowadza się stężony kwas siarkowy w ilości około 18% wagowych w stosunku do oczyszczonego kwasu pirazynokarboksylowego, a następnie roztwór utrzymuje się w stanie wrzenia w ciągu około 3 godzin, schładza do temperatury pokojowej i wprowadza gazowy amoniak w ilości około 22% wagowych w stosunku do oczyszczonego kwasu pirazynokarboksylowego. Po całkowitym wytrąceniu się amidu kwasu pirazynokarboksylowego odwirowuje się produkt surowy i przekształca w wodę. Pozostałe przesącza metanolowe i wodne zagęszcza się i po oziębieniu odwirowuje resztę wykrystalizowanego amidu, który oczyszcza się przez krystalizację z wody. Odciek z wirówki zakwasza się kwasem siarkowym do pH=1 i odwirowuje nieprzereagowany kwas pirazynokarboksylowy.

Wydajność amidu kwasu pirazynokarboksylowe-

2

go otrzymanego opisanym sposobem wynosi około 90% w stosunku do wydajności teoretycznej, przy czym otrzymany produkt zawiera śladowe ilości barwnych zanieczyszczeń żelazowych.

5 Stwierdzono, że przeprowadzając surowy kwas pirazynokarboksylowy w ester butylowy, a następnie oddestylowując powstały ester pod zmniejszonym ciśnieniem i poddając destylat amonolizie w środowisku alkoholowym, uzyskuje się wydajność amidu kwasu pirazynokarboksylowego 95 — 100%
10 w stosunku do wydajności teoretycznej, a ponadto eliminuje się oczyszczanie surowego kwasu węglem aktywnym, zmniejsza się znacznie ilość stężonego kwasu siarkowego w procesie estryfikacji, zaś otrzymany produkt jest całkowicie wolny od
15 barwnych zanieczyszczeń żelazowych.

Sposobem według wynalazku amid kwasu pirazynokarboksylowego otrzymuje się z surowego kwasu pirazynokarboksylowego, który estryfikuje się alkoholem n-butylovym użytym w nadmiarze
20 stechiometrycznym nie mniejszym niż 100% w obecności 0,5 — 2,5% wagowych stężonego kwasu siarkowego, przy czym powstającą w reakcji wodę usuwa się w sposób ciągły jako azeotrop wodno-butanolowy, a następnie odparowuje się nadmiar alkoholu n-butylovego i oddestylowuje ester
25 butylowy kwasu pirazynokarboksylowego pod próżnią, uzyskując destylat całkowicie wolny od barwnych zanieczyszczeń żelazowych. Z kolei z destylatu sporządza się roztwór w alkoholu metylowym,

po czym roztwór ten poddaje się amonolizacji, wysycając go gazowym amoniakiem. Powstający amid kwasu pirazynokarboksylowego wytrąca się powoli w postaci dobrze wykształconych, bezbarwnych kryształów, które odsącza się lub odwirowuje i suszy.

Wydajność amidu kwasu pirazynokarboksylowego otrzymanego sposobem według wynalazku wynosi 95 — 100% w stosunku do wydajności teoretycznej.

Przykład. W emaliowanym reaktorze o pojemności 2000 l, przystosowanym do azeotropowego usuwania wody, umieszcza się 600 kg surowego kwasu pirazynokarboksylowego, 800 kg alkoholu n-butyłowego oraz 15 kg 96% kwasu siarkowego, po czym całość podgrzewa się do wrzenia i utrzymuje we wrzeniu przez 6 godzin. Wskaźnikiem postępującej reakcji estryfikacji jest wzrost temperatury par azeotropu od 92°C do 117°C oraz ilość wydzielonej wody. Pod koniec reakcji estryfikacji ilość wydzielonej wody stopniowo maleje, aż do zupełnego zaniku. Z kolei oddestylowuje się nadmiar alkoholu n-butyłowego, początkowo pod normalnym ciśnieniem, a następnie pod wzrastającą próżnią. Surowy ester butylowy kwasu pirazynokarboksylowego destyluje się przy podciśnieniu 5 torów w temperaturze 116°C, uzyskując 804 kg estru.

Oddestylowany ester w ilości 600 kg umieszcza się w emaliowanym reaktorze o pojemności 2000 l i dodaje się 900 kg alkoholu metylowego, a następnie wysycą się roztwór 75 kg gazowego amoniaku. Całkowite wytrącenie amidu kwasu pirazynokarboksylowego następuje po 24 godzinach. Po odsączeniu lub odwirowaniu wytrąconego amidu uzyskuje się 385 kg czystego produktu.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania amidu kwasu pirazynokarboksylowego z surowego kwasu pirazynokarboksylowego, **znamienny tym**, że surowy kwas pirazynokarboksylowy poddaje się estryfikacji alkoholem n-butyłowym użytym w nadmiarze stechiometrycznym nie mniejszym niż 100% w obecności 0,5 — 2,5% wagowych stężonego kwasu siarkowego, przy czym powstającą wodę usuwa się w sposób ciągły jako azeotrop wodno-butanolowy, a następnie odparowuje się nadmiar alkoholu n-butyłowego, zaś ester butylowy kwasu pirazynokarboksylowego oddestylowuje się pod próżnią, po czym destylat rozpuszcza się w alkoholu metylowym i poddaje amonolizacji, wysycając go gazowym amoniakiem, zaś wytrącony amid kwasu pirazynokarboksylowego odsącza się lub odwirowuje i suszy.