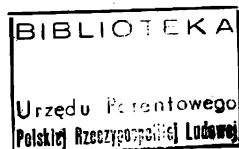




Cord 31/36



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 44164

Kl. 12 p, 1/01

Instytut Chemii Ogólnej *)

Warszawa, Polska

Sposób odzyskiwania kwasów nikotynowych z mieszanin stałych i roztworów wodnych o dużej zawartości soli mineralnych

Patent trwa od dnia 28 kwietnia 1960 r.

Przy otrzymywaniu kwasów nikotynowych z zasad pirydynowych wytrąca się te kwasy z roztworów kwaśnych lub zasadowych przez zobojętnienie, otrzymując osad kwasów nikotynowych i przesącz ług pokrystaliczny, to jest roztwór wodny zawierający znaczne ilości soli mineralnych i pewne ilości kwasów nikotynowych. Odparowywanie takich roztworów powoduje współwytrącanie soli i kwasów, co uniemożliwia ich rozdzielenie.

Stwierdzono, że rozpuszczalność kwasów nikotynowych wzrasta w miarę zakwaszania roztworów silnymi kwasami mineralnymi. Jednocześnie, zgodnie z prawem działania mas, następuje spadek rozpuszczalności soli mineralnych szczególnie gdy doda się kwas mineralny o tym samym anionie co i anion soli.

Sposób według wynalazku polega na zakwaszeniu roztworów kwasów nikotynowych o dużej zawartości soli nieorganicznych, np. ługów pokrystalicznych kwasami mineralnymi, co po-

woduje wytrącenie większej części zawartych w roztworze soli, a przez to znaczne zwiększenie stosunku stężenia kwasów nikotynowych do stężenia soli pozostałych w roztworze. Mając do dyspozycji mieszaninę stałą kwasów nikotynowych i soli zadaje się ją stężonym kwasem mineralnym w takiej ilości, by spowodować rozpuszczenie większej części kwasów nikotynowych, a tylko nieznacznej ilości soli. W obu przypadkach korzystne jest stosowanie kwasu o tym samym anionie co anion soli zawartej w roztworze lub w mieszaninie stałej, ze względu na znaczne zmniejszenie rozpuszczalności soli. Roztwór tak otrzymany może służyć do zobojętniania roztworu alkalicznego zawierającego kwasy nikotynowe zawarte w roztworze alkalicznym jak i w roztworze otrzymanym przez zakwaszenie. Z zakwaszonego roztworu można również, po całkowitym lub częściowym usunięciu kwasu, np. przez destylację w przypadku stosowania kwasu solnego, wykrystalizować kwasy nikotynowe przez zagęszczenie roztworu lub wytrącić je przez zobojętnienie.

*) Właściciel patentu oświadczył, że twórcą wynalazku jest Andrzej Kotarski.

Przykład: Silnie alkaliczny roztwór wodny soli potasowych kwasów nikotynowych, otrzymamy na drodze utleniania pikolin nadmanganianem, zobojętnia się kwasem solnym w celu wytrącenia kwasów nikotynowych. Kwasy odsąca się, a przesącz — ług pokrywstaliczny zateża do ukazania się pierwszych kryształów soli, po czym zadaje stężonym kwasem solnym w takiej ilości, by otrzymać 2—5 normalny roztwór względem kwasu solnego. Krystalizuje wtedy chlorek potasu, który odsąca się, a kwaśny przesącz używa się do zobojętniania nowej szarży soli kwasu nikotynowego w roztworze alkalicznym. Uzyskuje się zwiększenie masy wytrąconych z jednej szarży kwasów nikotynowych o 10—20% przy minimalnym dodatkowym nakładzie pracy i bez zwiększenia ilości stosowanych surowców. Jednocześnie otrzymuje się chlorek potasu jako produkt uboczny.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób odzyskiwania kwasów nikotynowych z wodnych roztworów lub mieszanin stałych zawierających duże ilości soli mineralnych, znamieny tym, że do roztworu zateżonego do ukazania się pierwszych kryształów soli lub do mieszaniny stałej dodaje się stężony kwas mineralny w ilości wystarczającej do

rozpuszczenia kwasów nikotynowych, po czym osad soli wytrąconej z roztworu przez kwas mineralny lub osad pozostałej w stanie nierozpuszczonym mieszaniny stałej odsąca się a z kwaśnego przesączu, w którym stosunek stężenia kwasów nikotynowych do stężenia soli jest znacznie wyższy aniżeli w substancji wyjściowej, otrzymuje się kwasy nikotynowe jednym ze znanych sposobów.

2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tym, że do zakwaszenia stosuje się kwas mineralny o tym samym anionie co i anion soli rozpuszczonej w roztworze lub zawartej w mieszaninie stałej.
3. Sposób według zastrz. 1, 2, znamieny tym, że z kwaśnego przesączu usuwa się najpierw część lub całość kwasu mineralnego po czym wykrystalizowuje lub wytrąca kwasy nikotynowe przez odparowanie lub zobojętnienie.
4. Sposób według zastrz. 1, 3, znamieny tym, że z kwaśnego przesączu odzyskuje się kwasy nikotynowe doprowadzając go do właściwego pH przez dodanie alkalicznych lub obojętnych roztworów kwasów nikotynowych, wytrącając w ten sposób kwasy nikotynowe łącznie z obu roztworów.

Instytut Chemii Ogólnej