



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

247 233

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 04 05 85
(21) PV 3192-85

(51) Int. Cl.
C 07 D 213/24

(40) Zveřejněno 17 04 86
(45) Vydáno 01 08 88

(75)
Autor vynálezu

VYMĚTAL JAN ing. CSc.,
ČADA LADISLAV, VALAŠSKÉ MEZIRÍČÍ

(54)

Způsob odvodňování pyridinových zásad

Řešení se týká způsobu odvodňování pyridinových zásad azeotropickou destilací a benzenem nebo jeho homology. Podstatou je schopnost rozsazení vodné vrstvy od benzenového roztoku pyridinových zásad, obsahují-li výchozí pyridinové zásady min. 20 hmot. % vody. Smísí-li se výchozí pyridinové zásady s benzenem nebo jeho homology v hmotnostním poměru 1 : 1 až 20 : 1, s výhodou 2 : 1 až 9 : 1, oddělí se dvě vrstvy. Spodní vrstva obsahuje 80 až 99 % hmotnostních vody obsažené ve výchozích bázích, horní vrstva obsahuje pyridinové zásady, benzen neb jeho homology a zbylé množství vody z výchozích pyridinových zásad. Azeotropickou destilací s benzenem se pak oddělí zbývající množství vody a po oddestilování benzenu se získají bezvodé pyridinové zásady. Voda oddělena z pyridinových zásad může cirkulovat v technologickém procesu získávání, dělení a odvodňování pyridinových zásad. K vlastnímu odvodnění lze použít jak surové pyridinové zásady, tak jejich destilační frakce neb čisté látky získané dělením frakcí s výhodou azeotropickou destilací s vodou.

Vynález řeší způsob odvodňování pyridinových zásad azeotropickou destilací s benzenem nebo jeho homology.

Surové pyridinové zásady nebo jejich užší frakce získané rektifikací obsahují v řadě případů různá množství vody. Přítomnost a obsah vody v těchto zásadách je dán jednak technologickým postupem jejich získávání, například extrakcí z dehtárenských olejů, syntézou nebo způsobem jejich dělení - chemické postupy, extrakce, extrakční a azeotropická destilace. Malá část vody se do pyridinových zásad, úzkých frakcí a čistých sloučenin, dostává vlivem jejich hygroskopičnosti. K odvodňování pyridinových zásad se používá celá řada postupů, které lze rozdělit do tří skupin. Prvou skupinu tvoří klasické postupy, využívající k odvodňování hydroxidů alkalických kovů, zejména hydroxidu sodného a draselného, oxidu barnatého, síranu sodného. Většina těchto postupů se používá k odvodňování a dosoušení pyridinových zásad v laboratorním měřítku, provozního využití našel v minulých letech hydroxid sodný. Nevýhodou těchto postupů je vznik roztoků anorganických hydroxidů a solí, jejichž další využití přináší značné problémy, zejména pro zbytkový obsah pyridinových zásad. Do druhé skupiny postupů pro odvodňování pyridinových zásad lze zařadit metody využívající ionexy, molekulová síta apod. Tyto metody se používají výlučně pro dosoušení pyridinových zásad, event. pro eliminaci jejich hygroskopičnosti. Třetí skupinou jsou postupy zahrnující destilační odvodňování pyridinových zásad, ať již destilací prostou, extrakční či azeotropickou. V této skupině zaujímá dominantní postavení destilační odvodňování zásad a jejich odvodňování azeotropickou destilací s benzenem nebo jeho homology. I když se obě tyto základní alternativy odvodňování využívají v provozním měřítku, mají řadu nevýhod. Při destilačním odvodnění se voda odděluje ve formě azeotropu s pyridinovými zásadami, čímž vznikají

značné ztráty bazí, je nezbytná cirkulace objemného předkapu, a tím se zvyšuje i energetická náročnost odvodňování. Při odvodňování azeotropickou destilací s benzenem je nevýhodou vlastní složení azeotropické směsi, která obsahuje pouze 9 % hmotnostních vody a 91 % hmotnostních benzenu. Vynodnější je odvodňování azeotropickou destilací s toluenem nebo xylenem, kde azeotropická směs obsahuje vyšší podíl vody. Přesto je i tato metoda výhodná pouze pro nižší obsahy vody v pyridinových zásadách a je velmi časově i energeticky náročná pro případy vyššího obsahu vody v zásadách, vyskytujících se např. při dělení bazí azeotropickou destilací s vodou.

Řadu uvedených nedostatků řeší způsob odvodňování pyridinových zásad azeotropickou destilací s benzenem nebo jeho homology podle tohoto vynálezu. Jeho podstatou je schopnost rozsazení vodné vrstvy od benzenového roztoku pyridinových zásad, obsahující-li výchozí pyridinové zásady min. 20 % hmotnostních vody. Smísí-li se výchozí pyridinové zásady s benzenem neb jeho homology v hmotnostním poměru 1:1 až 20:1, s výhodou 2:1 až 9:1, oddělí se dvě vrstvy. Spodní vrstva obsahuje 80 až 99 % hmotnostních vody obsažené ve výchozích bazích, horní vrstva obsahuje pyridinové zásady, benzen neb jeho homology a zbylé množství vody z výchozích pyridinových zásad. Azeotropickou destilací s benzenem se pak oddělí zbývající množství vody a po oddestilování benzenu se získají bezvode pyridinové zásady. Voda oddělená z pyridinových zásad může cirkulovat v technologickém procesu získávání, dělení a odvodňování pyridinových zásad. K vlastnímu odvodnění lze použít jak surove pyridinové zásady, tak jejich destilační frakce nebo čisté látky, získané dělením frakci s výhodou azeotropickou destilací s vodou.

Hlavní předností postupu podle vynálezu spočívá v podstatné úspoře energie nutné k oddělení veškerého množství vody, obsažené v pyridinových zásadách, azeotropickou destilací s benzenem. Uvedeným postupem se azeotropickou destilací s benzenem odděluje pouze 1 až 20 % hmotnostních vody původně obsažené v pyridinových zásadách. Tím dojde i k zvýšení produktivity výrobního zařízení a výraznému zkrácení doby odvodňování. způsob je výhodný zejména

Při odvodňování surových pyridinových zásad, obsahujících nad 20 % hmotnostních vody. Druhou oblastí využití tohoto způsobu je odvodňování azeotropických směsí jednotlivých homologů pyridinu a vody, vznikajících při dělení 3-pikolinové, lutidinové, nebo kolliadinové frakce azeotropickou destilací s vodou. Významnou výhodou způsobu odvodňování pyridinových zásad podle vynálezu je i ta skutečnost, že při jeho využití nevzniká žádný odpad, získaná voda i aromatické uhlovodíky recyklují v technologickém procesu získávání, dělení a odvodňování pyridinových zásad.

Konkrétní provedení způsobu odvodňování pyridinových zásad podle vynálezu, popisují následující příklady.

Příklad 1

100 g surových pyridinových zásad, obsahujících 30 % hmotnostních vody, bylo smíšeno za míchání s 35 g benzenu. Ze vzniklé směsi se po ustání oddělila spodní vodná vrstva o hmotnosti 24,5 g obsahující 4,1 % hmotnostních zásad. Horní vrstva byla poté odvodněna azeotropickou destilací s benzenem, čímž bylo získáno 5,4 g vody, obsahující 0,35 % zásad. Po oddestilování benzenu přes destilační kolonu o účinnosti 25 teoretických pater bylo získáno 98,0 g pyridinových zásad s obsahem vody pod 0,1 % hmotnostních.

Příklad 2

100 g azeotropické směsi 3-methylpyridinu s vodou, získané při dělení 3-pikolinové frakce azeotropickou rektifikací s vodou, obsahovalo 59 % hmotnostních vody. Po přidání 20 g benzenu a zamíchání, se ze směsi oddělila spodní vrstva 56,1 g vody, obsahující 3,1 % hmotnostních zásad. Benzenová vrstva poskytla po azeotropickém odvodnění 3 g vody, obsahující 0,31 % hmotnostních zásad. Po oddestilování benzenu bylo získáno 40 g 3-methylpyridinu. Voda získaná odsazením i azeotropickým odvodněním, byla recyklována do další násady pro dělení složek 3-pikolinové frakce azeotropickou rektifikací s vodou.

Príklad 3

247 233

100 g azeotropické směsi 2,4-dimethylpyridinu s vodou, získané při dělení lutridinové frakce azeotropickou rektifikací s vodou, obsahovalo 62 % hmotnostních vody. Po přidání 15 g toluenu a promísání, se ze směsi oddělila spodní vrstva 57,7 g vody, obsahující 0,41 % hmotnostních zásad. Toluénová vrstva poskytla po azeotropickém odvození 4,3 g vody, obsahující 0,38 % hmotnostních zásad. Po oddestilování toluenu bylo získáno 36 g 2,4-dimethylpyridinu.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

247 233

Způsob odvodňování pyridinových zásad, jejich frakcí nebo čistých složek s obsahem vody nad 20 % hmotnostních azeotropickou destilací s benzenem nebo jeho homology, vyznačující se tím, že se ke směsi zásad s vodou přidá benzen nebo jeho homology v hmotnostním poměru 1:1 až 20:1, s výhodou 2:1 až 9:1, zásada se promíchá a nechá rozsadit, načež se oddělí dolní vodná vrstva, do které přejde 80 až 99 % hmotnostních přítomné vody, od horní vrstvy, obsahující zásady, benzen nebo jeho homology a zbylou vodu s tím, že konečné odvodnění horní vrstvy se provede následně azeotropickou destilací.