



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 46434

Kl. 12 p, 1/01

Kl. internat. C 07 d

VEB Leuna – Werke „Walter Ulbricht“

Leuna, Niemiecka Republika Demokratyczna

Sposób wytwarzania 2 – etylopirydyny z monometylolo – 2 – pikoliną

Patent trwa od dnia 30 marca 1961 r.

Pierwszeństwo: 15 grudnia 1960 r. (Niemiecka Republika Demokratyczna).

Znane jest wytwarzanie 2-etylopirydyny przez uwodornianie 2-winylopirydyny. Reakcja zachodzi nad katalizatorem z tlenku platyny w obecności absolutnego etanolu, oczyszczonego np. przez ogrzewanie pod chłodnicą zwrotną nad niklem Raney'a, w temperaturze 25°C i przy ciśnieniu wodoru 3 atm. Otrzymany produkt reakcji poddaje się następnie frakcjonowanej destylacji. Poza tym znane jest z literatury prowadzenie uwodorniania 2-winylopirydyny w temperaturze pokojowej również nad starym niklem Raney'a pod ciśnieniem wodoru 60 atm. 2-winylopirydyną stosowaną do reakcji otrzymuje się w znany sposób przez odwodnienie monometylolo-2-pikoliny, np. przez ogrzewanie w kubie destylacyjnym do temperatur 130–150°C w obecności stałego NaOH. Podczas ogrzewania destyluje jednorodna mieszanina wody i 2-winylopirydyny, z któ-

rej wydziela się winylopirydynę przez dodanie ługu sodowego i w końcu izoluje.

Znane sposoby, w których do wytwarzania 2-etylopirydyny stosuje się zawsze monometylolo-2-pikolinę są bardzo kłopotliwe ze względu na ich wielostopniowość, muszą być przeprowadzane pod ciśnieniem, to znaczy w autoklawie i z tego względu nie można ich prowadzić w sposób ciągły bez dodatkowych zabiegów. Również wydajności z tych samych względów nie są zadowalające.

Stwierdzono, że można w prosty sposób przeprowadzić monometylolo-2-pikolinę bezpośrednio w 2-etylopirydynę, jeżeli monometylolo-2-pikolinę ogrzewa się w atmosferze azotu w obecności katalizatora składającego się z tlenku glinu, tlenku niklu i ewentualnie dalszych tlenków metali ciężkich, jak Mo_2O_3 i WO_3 do

temperatury 250—400°C i tak otrzymaną mieszaninę 2-etylopirydyny i wody odwodnia się w znany sposób.

Sposób można prowadzić bez trudności metodą ciągłą przez przepuszczanie monometylo-2-pikoliny razem z wodorem przez katalizator ogrzany do temperatury reakcji. Dopływ wodoru utrzymuje się korzystnie taki, żeby dostarczana ilość wodoru była podwójna w stosunku do ilości potrzebnej do przereagowania zasutowanej monometylo-2-pikoliny.

Korzystnie pracuje się w temperaturach 320—340°C.

Przykład I. 250 g monometylo-2-pikoliny o zawartości 50% wody, co odpowiada 220 g bezwodnej substancji, przepuszczano w ciągu godziny wspólnie z 200 litrami wodoru przez rurę o długości 1500 mm i średnicy 60 mm, wypełnioną katalizatorem w postaci kulek o wielkości ziarna 5 mm, składającym się w 90%-ach z tlenku glinu, prażonego w temperaturze 1100°C i w 10%-ach z tlenku niklu, i utrzymywano za pośrednictwem pieca elektrycznego w temperaturze 340°C. Na dolnym końcu rury umieszczono chłodnicę wodną, z której produkt reakcji wychodził w stanie ciekłym. Otrzymamy produkt zadano 120 ml benzenu i destylowano w kolumnie o długości 1 m, wypełnionej pierścieniami Raschiga. Otrzymano w sumie 140 g 2-etylopirydyny, o temperaturze wrzenia 147°C, co odpowiada 73% wydajności teoretycznej.

Przykład II. Według przykładu I przepuszczano 250 g monometylo-2-pikoliny o zawartości 12% wody przez katalizator składający się z 95% γ — tlenku glinu i 5% tlenku niklu. Temperatura reakcji wynosiła przy tym 290°C. Otrzymano w sumie 122 g 2-etylopirydyny, o temperaturze wrzenia 147°C, co odpowiada 66% — wydajności teoretycznej.

Przykład III. Według przykładu I przepuszczono 250 g monometylo-2-pikoliny, o zawartości 12% wody przez katalizator składający się z 75% γ — tlenku glinu, 15% tlenku molibdeny i 10% tlenku niklu. Temperatura reakcji wynosiła przy tym 330°C. Otrzymano w su-

mie 45,5 g 2-etylopirydyny, o temperaturze wrzenia 147°C, co odpowiada 76% wydajności teoretycznej.

Przykład IV. Według przykładu I przepuszczano 250 g monometylo-2-pikoliny o zawartości 12% wody przez katalizator składający się z 97% γ — tlenku glinu, 3% tlenku paladu. Temperatura reakcji wynosiła 310°C. Otrzymano w sumie 147,5 g 2-etylopirydyny o temperaturze wrzenia 147°C, co odpowiada 77% wydajności teoretycznej.

Przykład V. Według przykładu I przepuszczano 250 g monometylo-2-pikoliny o zawartości 12% wody przez katalizator składający się z 97% γ — tlenku glinu i 3% tlenku platyny. Temperatura reakcji wynosiła przy tym 310°C. Otrzymano w sumie 150 g 2-etylopirydyny o temperaturze wrzenia 147°C, co odpowiada 78% wydajności teoretycznej.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania 2-etylopirydyny z monometylo-2-pikoliny, znamienny tym, że monometylo-2-pikolinę ogrzewa się w atmosferze wodoru w obecności katalizatora składającego się z tlenku glinu, tlenku niklu i ewentualnie dalszych tlenków metali ciężkich, jak Mo_2O_3 i WO_3 , do temperatury 250—400°C i otrzymaną mieszaninę 2-etylopirydyny i wody odwadnia się w znany sposób.
2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że monometylo-2-pikolinę przepuszcza się z wodorem w sposób ciągły przez katalizator ogrzany do temperatury reakcji.
3. Sposób według zastrz. 1, 2, znamienny tym, że reakcję prowadzi się w temperaturach 320—340°C.

VEB Leuna-Werke
„Walter Ulbricht”

Zastępca: mgr Józef Kamiński
rzecznik patentowy