



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 42867

Instytut Chemii Ogólnej *)

Warszawa, Polska

~~Kl. 12 p, 1/01~~

MKA wfd 31/38

MS

Sposób otrzymywania kwasów nikotynowych

Patent trwa od dnia 20 lutego 1958 r.

Wobec wielkiego zapotrzebowania na kwas nikotynowy oraz izonikotynowy stała się aktualna sprawa produkowania tych kwasów w sposób najtańszy.

Znane są metody kontaktowe otrzymywania, jako półproduktu, nityli kwasów nikotynowych polegające na przeprowadzeniu czystej 3-pikoliny lub czystej 4-pikoliny, pod działaniem powietrza i amoniaku, w odpowiednie nityle, przy czym warunki utleniania 3- i 4-pikoliny różnią się między sobą. Takie postępowanie jest bardzo kosztowne i skomplikowane, gdyż wymaga uprzedniego, następującego wiele trudności, rozdzielania mieszaniny obu pikolin na czyste składniki.

Kosztowny proces rozdzielania mieszaniny 3- i 4-pikolin na poszczególne składniki czyste został ominięty przez opracowanie metody, polegającej na periodycznym utlenieniu w fazie ciekłej mieszaniny obu pikolin nadmanga-

nianem potasowym, przy czym produktem końcowym jest od razu mieszanina kwasów nikotynowych. Metoda ta ze względu na duży koszt nadmanganianu jest droga.

Wynalazek polega na utlenianiu mieszaniny 3- i 4-pikolin w oparciu o proces katalityczny przy użyciu powietrza i amoniaku. W tym celu mieszaninę 3- i 4-pikolin przepuszcza się w stanie gazowym z powietrzem i amoniakiem ponad kontaktem, w temperaturze 300—450°C. Przez dobór odpowiednich parametrów i katalizatora powstają warunki takie, że zarówno 3- jak i 4-pikolina utleniają się równolegle, w jednakowym stopniu z dużą wydajnością, wynoszącą około 85% wydajności teoretycznej. Otrzymaną według wynalazku mieszaninę kwasów nikotynowych przeprowadza się na drodze hydrolizy w mieszaninę odpowiednich kwasów. Tak otrzymaną mieszaninę kwasów rozdziela się znanymi, prostymi sposobami, opartymi na różnicy rozpuszczalności tych kwasów w dwu różnych rozpuszczalnikach, w odpowiednio dobranych temperaturach lub innym znanym sposobem.

*) Właściciel patentu oświadczył, że współtwórcami wynalazku są Edward Treszczanowicz, Barbara Lipka i Barbara Buszyńska.

Przykład: Mieszaninę pikolin, zawierającą (w % wagowych): 3-pikolinę — 48,4% i 4-pikolinę — 51,6% przepuszcza się w stanie gazowym w mieszaninie z amoniakiem, użytym w 500%-owym nadmiarze w stosunku do ilości teoretycznej, potrzebnej do zamiany na nityle nikotynowe oraz z powietrzem użytym z ponad 1000%-owym nadmiarem w stosunku do ilości teoretycznej ponad kontaktem, składającym się z pięciotlenku wanadowego naniesionego w stosunku wagowym 1:10 na nośnik, składający się z 50% wagowych tlenku glinowego i 50% wagowych glinki. Otrzymany produkt stanowiący mieszaninę nityli zmydla się do soli sodowych kwasów nikotynowych. Skład soli jest następujący:

soli sodowej kwasu nikotynowego — 44%
soli sodowej kwasu izonikotynowego — 56%.

Ilość otrzymanych soli sodowych wynosi około 85% ilości teoretycznej, obliczonej w stosunku do ilości mieszaniny pikolin wprowadzonych do reakcji.

Otrzymaną mieszaninę soli sodowych kwasów nikotynowych zakwasza się kwasem solnym do wartości pH 3,4 w celu przeprowadzenia w mieszaninę kwasów nikotynowych.

Rozdzielenie kwasów przeprowadza się według jednej ze znanych metod.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób otrzymywania kwasów nikotynowych poprzez odpowiednie nityle, znamienny tym, że mieszaninę 3- i 4-pikolin poddaje się działaniu powietrza i amoniaku w fazie gazowej, w temperaturze 300—450°C w obecności kontaktu i otrzymaną mieszaninę odpowiednich nityli przeprowadza się za pomocą hydrolizy w mieszaninę odpowiednich kwasów nikotynowych, które rozdziela się w znany sposób.
2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że kontakt składa się z pięciotlenku wanadowego naniesionego na tlenek glinowy z dodatkiem glinki.
3. Sposób według zastrz. 1—2, znamienny tym, że stosuje się nadmiar amoniaku wynoszący 50—500% w stosunku do ilości teoretycznej, potrzebnej do zamiany pikolin na nityle.
4. Sposób według zastrz. 1—2, znamienny tym, że stosuje się nadmiar powietrza wynoszący ponad 1000% ilości teoretycznej.

Instytut Chemii Ogólnej