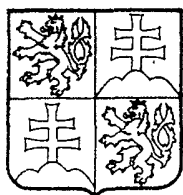


ČESKÁ A SLOVENSKÁ
FEDERATIVNÍ
REPUBLIKA
(19)



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

271 669

(21) PV 858-87.U
(22) Přihlášeno 10 02 87

(40) Zveřejněno 14 03 90
(45) Vydáno 09 09 91

(11)

(13) B1

(51) Int. Cl.⁵
C 07 B 63/00

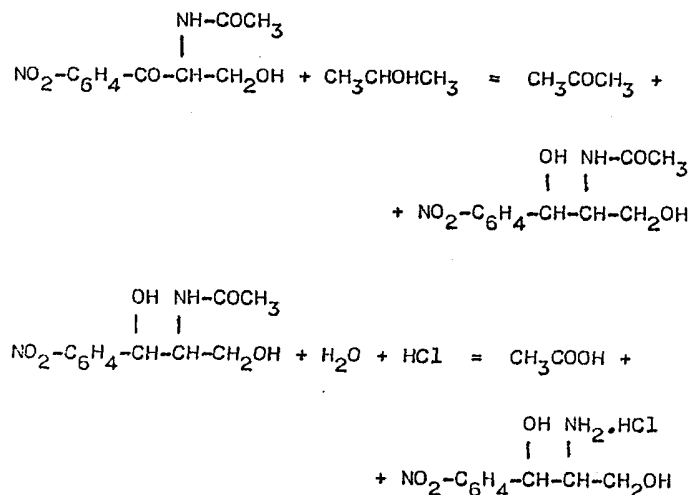
(75) Autor vynálezu KONDELÍK PETR ing. CSc., PRAHA

(54) Způsob absolutizace 2-propylalkoholu

(57) Oddělení vody a isopropylacetátu z isopropylalkoholu, odpadajícího z Meerweinovy Ponndorfovy redukce 2-acetamido-3-hydroxy-p-nitropropiofenonu je založeno na tvorbě ternárního azeotropu voda - isopropylalkohol - isopropylacetát. Zkondenzovaný destilát tvoří dvě kapalně vrstvy. Oddělením těžší vrstvy se odstraní voda. Isopropylacetát lze oddělit jako 80% koncentrát separací organické fáze ze zkondenzovaného ternárního azeotropu nebo další destilací směsi, zbývající po oddělení vody, jako binární azeotrop isopropanolu a isopropylacetátu, který obsahuje 45 - 50 % isopropylacetátu.

Vynález se týká oddělení vody z isopropylalkoholu. Absolutizace spočívá v azeotropické destilaci s použitím isopropylacetátu jako azeotropického činidla.

Při syntéze 1-(p-nitrofenyl)-2-aminopropandiolu 1,3, který je meziproduktem při výrobě chloramfenikolu, se vychází z 2-acetamido-3-hydroxy-p-nitropropiofenonu, který se Meerweinovou - Ponndorfovou redukcí převede na 1-(p-nitrofenyl)-2-acetamidopropandiol 1, 3, který se v dalším stupni desacetyluje:



Redukce se provádí v přebytku isopropylalkoholu za přítomnosti isopropylátu hlinitého. Kyselina octová, uvolněná při desacetylaci kyselinou chlorovodíkovou, se esterifikuje v přebytku isopropanolu na isopropylacetát. Při dalším zpracování reakční směsi se oddělí destilací aceton a jako společná frakce se získá směs isopropylalkoholu a isopropylacetátu s obsahem 15 až 20 % hmot. vody. Isopropylalkohol je z ekonomických důvodů nutno regenerovat v bezvodé formě a vracet do procesu. Běžnou destilací není možno získat 100% isopropanol, protože tvoří s vodou za normálního tlaku azeotropickou směs s minimem bodu varu 80,1 °C a s obsahem 12 % hmot. vody.

V literatuře lze najít řadu postupů pro oddělení vody z isopropylalkoholu. Nejčastěji je průmyslově využívána metoda, založená na tvorbě ternárního azeotropu isopropanol - voda - cyklohexan. Isopropylalkohol obsahující vodu se destiluje za přítomnosti cyklohexanu na diskontinuální nebo kontinuální destilační koloně. Destilát se po zkon-
denzování rozdělí na dvě kapalně fáze, organická vrstva se vrací na hlavu kolony jako refluxní tok, vodná vrstva, která obsahuje ještě malé množství isopropylalkoholu a cyklohexanu, se odtahuje. Zbytek tvoří bezvodý isopropanol. Z vodné vrstvy se na zvláštní koloně získá destilací podíl isopropylalkoholu a cyklohexanu, který se vrací do první destilace, zbytek z této kolony je čistá voda.

Jiné postupy doporučují k vodnému isopropylalkoholu přidat vhodný elektrolyt, např. hydroxid sodný, chlorid vápenatý nebo sodu. Z této směsi se destilací získá isopropylalkohol s nízkým obsahem vody. Další postupy absolutizace 2-propanolu jsou založeny na osmose.

Společnou nevýhodou popsaných postupů pro regeneraci isopropylalkoholu z Meerweinovy Ponndorfovy redukce nitrofenylaminopropandiolu je to, že řeší pouze oddělení vody z regenerovaného isopropylalkoholu a neumožňují současné oddělení isopropylacetátu. Systém absolutizace isopropylalkoholu podle kteréhokoli výše uvedeného způsobu by bylo nutno doplnit o další separační stupeň, ve kterém je oddělován ze směsi isopropylacetát, což znamená značné zkomplikování celého dělení. Oddělení isopropylacetátu od isopropylalkoholu je navíc ztíženo tím, že obě látky tvoří binárně azeotropickou směs s minimem bodu varu $80,1^{\circ}\text{C}$ s obsahem 52,3 % hmot. isopropanolu.

Uvedené nedostatky známých postupů absolutizace isopropylalkoholu z Meerweinovy Ponndorfovy redukce nitrofenylaminopropandiolu odstraňuje postup podle vynálezu. Podstata vynálezu spočívá v tom, že se směs isopropylalkoholu s obsahem vody 15 až 20 % hmot. vody a 5 až 10 % hmot. isopropylacetátu rektifikuje na diskontinuální koloně. Destilát se po zkondenzování rozdělí na dvě vrstvy. Lehčí organická fáze, která obsahuje 80 % isopropylacetátu, se vrací na hlavu kolony a těžší fáze, obsahující 85 % vody se odtahuje. Po oddělení vody se ze systému oddělí organická fáze destilátu, která obsahuje 80 % isopropylacetátu, nebo se organická fáze destilátu spojí s destilačním zbytkem a další rektifikací se oddělí frakce, obsahující 45 až 50 % isopropylacetátu.

Postup podle vynálezu je založen na tom, že směs isopropylalkoholu, isopropylacetátu a vody tvoří ternární azeotrop s minimem bodu varu $75,5^{\circ}\text{C}$, který obsahuje 13 % hmot. isopropylalkoholu, 11 % hmot. vody a 76 % hmot. isopropylacetátu. Tento ternární azeotrop tvoří po zkondenzování dvě kapalně fáze. Lehčí organická vrstva obsahuje 80 % isopropylacetátu a 13 % isopropylalkoholu, těžší vodná vrstva obsahuje 85 % vody a 9 % isopropylalkoholu. Této skutečnosti se podle vynálezu využívá k oddělení obou příměsí isopropylalkoholu.

Vodná vrstva obsahuje 9 % isopropylalkoholu a 6 % isopropylacetátu. Tyto složky lze získat zpět tím způsobem, že se vodná vrstva rektifikuje na koloně při refluxním poměru 5 až 10, čímž se získá destilát, jehož složení odpovídá výše uvedenému ternárnímu azeotropu.

Příklad 1

1 000 g směsi obsahující 20 % hmot. vody, 10 % hmot. isopropylacetátu a 70 % hmot. isopropylalkoholu bylo rektifikováno na koloně s účinností 12 teoretických pater. Destilát byl po zkondenzování shromažďován v děliči. Vodná vrstva z děličky byla odtahována a organická vrstva byla vrácena na hlavu kolony. Bylo získáno 225 g destilátu s obsahem 85 % hmot. vody, 9 % hmot. isopropylalkoholu a 6 % hmot. isopropylacetátu. Po oddělení vody byla organická vrstva z děličky převedena do vařáku kolony a směs dále destilována při refluxním poměru 6. Bylo získáno 205 g destilátu, který obsahoval 4 % hmot. vody, 42 % hmot. isopropylacetátu a 54 % hmot. isopropylalkoholu. Destilační zbytek byl isopropylalkohol s obsahem méně než 0,05 % hmot. vody.

Příklad 2

1 000 g směsi stejného složení jako v příkladu 1 bylo rektifikováno na koloně o účinnosti 12 teoretických pater. Destilát byl po zkondenzování shromažďován v děliči, odkud byla odtahována veškerá těžší fáze. Organická fáze byla vrácena na hlavu kolony jako refluxní tok. Po odebrání 225 g vodné fáze s obsahem 9 % hmot. isopropylalkoholu, 6 % hmot. isopropylacetátu a 85 % hmot. vody bylo z děličky vypuštěno 104 g organické fáze, která obsahovala 6 % hmot. vody, 14,5 % hmot. isopropylalkoholu a 79,5 % hmot. isopropylacetátu. Zbytek byl isopropylalkohol s obsahem 0,4 % hmot. vody.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

1. Způsob absolutizace isopropylalkoholu odpadajícího z Meerweinovy Ponndorfovy redukce, obsahujícího 15 až 20 % hmot. vody a 5 až 10 % hmot. isopropylacetátu diskontinuální rektifikací, vyznačený tím, že destilát se po zkondenzování rozdělí na dvě vrstvy, lehčí organická fáze, která obsahuje 80 % hmot. isopropylacetátu, se používá jako reflux a těžší fáze, obsahující 85 % hmot. vody, se odtahuje.
2. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že se po oddělení vody spojí organická fáze destilátu s destilačním zbytkem a další rektifikací se oddělí frakce, obsahující 45 až 50 % isopropylacetátu.