

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

64394

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 04.X.1968 (P 129 373)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 29.II.1972

Kl. 12 p. 1/01

MKP C 07 d, 31/16

UKD

Współtwórcy wynalazku: Jerzy Cechnicki, Marian Kajl, Władysław Częstochowski

Właściciel patentu: Instytut Chemii Przemysłowej, Warszawa (Polska)

Sposób wyodrębniania chlorku cetylopirydyniowego z mieszaniny poreakcyjnej z procesu kondensacji chlorku cetylowego z pirydyną stosowaną w kilkakrotnym nadmiarze

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wyodrębniania chlorku cetylopirydyniowego z mieszaniny poreakcyjnej z procesu kondensacji chlorku cetylowego z pirydyną stosowaną w kilkakrotnym nadmiarze. Chlorek cetylopirydyniowy jako środek powierzchniowo czynny stosowany jest między innymi do dezynfekcji w przemyśle spożywczym, w związku z czym nie może zawierać śladów toksycznej pirydyny. Bezpośrednie oddestylowanie pirydyny od produktu nie daje pozytywnych rezultatów, ze względu na to że przy określonym stężeniu pirydyny mieszanina przyjmuje konsystencję syropową i dalsze rozdzielanie na drodze destylacji jest praktycznie niemożliwe.

Wyplukiwanie pirydyny pod próżnią za pomocą niepolarnych rozpuszczalników organicznych jest pracochłonne, a poza tym zachodzi obawa zanieczyszczenia produktu tymi substancjami. Znany jest również dwuetapowy sposób rozdzielania mieszaniny, początkowo przez destylację próżniową a po uzyskaniu zateżonego roztworu — przez destylację z parą wodną. Niedogodnością takiego sposobu jest to, że chlorek cetylopirydyniowy jako środek powierzchniowo czynny obecności wody ulega bardzo silnemu spienieniu, w związku z czym parę wodną wprowadza się niewielkim strumieniem, gdyż każde zwiększenie ilości tej pary prowadzi do powstania znacznych ilości piany w urządzeniu destylacyjnym.

Rozdzielenie kilkunastokilogramowej szarzy mie-

2

szaniny trwa zatem zwykle kilkadziesiąt godzin. Wprowadzanie z kolei do spienionego roztworu składników przeciwdziałających tworzeniu się piany pogarsza właściwości głównego produktu. Ponadto sposobem tym uzyskuje się silnie rozcieńczony wodny roztwór pirydyny, którą trudno jest zregenerować. Pirydynę można wprowadzić wyekstrahować z wody rozpuszczalnikiem organicznym a następnie oba komponenty rozdzielić na drodze destylacji, praktycznie jednak ze względu na uciążliwy sposób takiego postępowania roztwór pirydyny po zobojętnieniu odprowadza się do ścieku.

Stwierdzono, że można uniknąć tych niedogodności, jeżeli odparowywanie pirydyny przeprowadza się w urządzeniu próżniowym zaopatrzonym w walce suszące w cienkiej warstwie. Sposobem według wynalazku rozdzielanie mieszaniny poreakcyjnej prowadzi się dwuetapowo. W pierwszym etapie ogrzany do temperatury 70—90°C roztwór chlorku cetylopirydyniowego w dużym nadmiarze pirydyny albo poddaje się destylacji próżniowej w normalnym aparacie destylacyjnym pod ciśnieniem poniżej 200 mm Hg aż ilość destylatu w jednostce czasu obniży się do 20% wagowych, albo w tych samych warunkach przepuszcza się przez walce próżniowe, na skutek czego odparowuje znaczna część pirydyny, jednakże jej zawartość w produkcie wynosi jeszcze około 15%. Produkt ten w drugim etapie rozcieńcza się wodą do zawartości 30% suchej substancji i powtórnie przepuszcza cienką

warstwą przez walce próżniowe prowadząc destylację przy tych samych parametrach jak w przypadku etapu pierwszego.

W wyniku takiego postępowania otrzymuje się czysty, bezwonny chlorek cetylopirydyniowy, czystą 5 pirydynę z etapu pierwszego oraz powstały w drugim etapie rozcieńczony roztwór wodnopirydynowy, który poddaje się regeneracji. W tym celu roztwór wodny pirydyny zobojętnia się kwasem siarkowym, zateża i powstały siarczan pirydyny wysyca się 10 amoniakiem aż do rozwarstwienia roztworu na warstwę pirydynową, którą zawraca się ponownie do procesu, oraz warstwę nasyconego wodnego roztworu siarczanu amonowego, który po odparowaniu zużytkowuje się ewentualnie jako nawóz 15 sztuczny.

Sposobem według wynalazku uzyskuje się skrócenie czasu trwania procesu do około 3 godzin, w porównaniu z dotychczasowym sposobem trwającym około 48 godzin. Przez podawanie roztworu 20 cienką warstwą na walce próżniowe w sposób ciągły roztwór ten nie gromadzi się i nie powoduje większego pienienia. Produkt otrzymany tym sposobem nie wymaga dodatkowego oczyszczania, natomiast nieprzereagowaną pirydynę można całkowicie 25 zregenerować.

Przykład. Proces przeprowadzono w instalacji przedstawionej schematycznie na rysunku. 200 kg mieszaniny chlorku cetylopirydyniowego z pirydyną wprowadza się ze zbiornika przejściowego 3 30 na walce próżniowe 1 pracujące pod ciśnieniem około 150 mm Hg w temperaturze 70°C. Na walcach odparowuje około 50 kg pirydyny, która poprzez wymiennik ciepła 4 przechodzi do zbiornika pirydyny 5. Otrzymany chlorek cetylopirydyniowy, zawierający jeszcze około 15% pirydyny, wprowadza się do ogrzewanego zbiornika 2 z mieszadłem, rozpuszcza w około 300 kg wody, w celu otrzymania 30%-go roztworu wodnego i przy pomocy pompy wirnikowej 12 wprowadza się z powrotem na walce 40 1 pracujące pod ciśnieniem około 150 mm Hg w temperaturze 85°C.

Następuje tu całkowite odparowanie wody z pirydyną, zaś wysuszony chlorek po zwiórkowaniu gromadzi się w zasobniku 13, skąd po zmieleniu odprowadza się jako gotowy produkt. Opary wodno-pirydynowe przechodzą poprzez wymiennik 45 ciepła 4 do zbiornika 6, w którym skroploną mieszaninę zobojętnia się 12 kg kwasu siarkowego.

Powstały siarczan pirydyny zateża się na wyparce 7 tak, aby odparowała większość wody, którą dla uniknięcia strat pirydyny, kieruje się z powrotem do zbiornika 2 i używa do rozpuszczania chlorku cetylopirydyniowego otrzymanego na walcach próżniowych po pierwszym etapie. Zateżony roztwór siarczanu pirydyny po schłodzeniu w wymienniku ciepła 8 wysyca się amoniakiem, w ilości 4 kg, w saturatorze 9. Powstaje nasycony roztwór siarczanu amonowego, w którym pirydyna jest praktycznie nierozpuszczalna. Warstwę pirydynową w ilości 9 kg oddziela się na rozdzielaczu 10 i odprowadza do zbiornika 5. Z pozostałości po odwirowaniu na wirówce 11, uzyskuje się około 16 kg siarczanu amonowego. Lug pokrystaliczny ze śladami pirydyny zawraca się ponownie do wyparki 7.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wyodrębniania chlorku cetylopirydyniowego z mieszaniny poreakcyjnej z procesu kondensacji chlorku cetylowego z pirydyną stosowaną w kilkakrotnym nadmiarze, przez odpędzenie pirydyny pod próżnią, **znamienny tym**, że ogrzaną do temperatury 70—90°C mieszaninę chlorku cetylopirydyniowego z pirydyną albo poddaje się destylacji pod zmniejszonym ciśnieniem poniżej 200 mm Hg aż ilość destylatu w jednostce czasu obniży się do 20% wagowych, albo przepuszcza się cienką 25 warstwą przez walce próżniowe pracujące pod ciśnieniem do 150 mm Hg, po czym, po odparowaniu pirydyny, uzyskany w postaci produktu stałego chlorek cetylopirydyniowy zawierający jeszcze około 15% pirydyny rozcieńcza się wodą do zawartości 30% suchej substancji i ponownie przepuszcza przez walce próżniowe w temperaturze 70—90°C, przy czym odparowuje pirydyna i woda a czysty chlorek cetylopirydyniowy odprowadza się 35 jako produkt stały.

2. Sposób według zastrz. 1 **znamienny tym**, że parę wodną i pirydynę skrapla się, zobojętnia kwasem siarkowym, zateża i wysyca się amoniakiem do uzyskania rozwarstwienia na warstwę pirydynową, którą zawraca się do procesu kondensacji oraz na warstwę zawierającą nasycony roztwór wodny siarczanu amonu, który ewentualnie odparowuje się w celu uzyskania soli amonowej w postaci stałej.

