



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

236547

(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
C 10 C 1/04

(22) Přihlášeno 23 01 84
(21) {PV 498-84}

(40) Zveřejněno 17 09 84

(45) Vydáno 15 11 86

(75)

Autor vynálezu

VYMĚTAL JAN ing. CSc., CHVÁTAL IVAN ing., ČADĀ LADISLAV,
VALAŠSKÉ MEZIRÍČÍ

(54) Způsob dělení složek lutidinové frakce

Vynález řeší způsob dělení složek lutidinové frakce jejich azeotropickou destilací. Jeho podstatou je azeotropická rektifikace složek lutidinové frakce s vodou na účinném rektifikačním zařízení. Účinnost tohoto zařízení má být nad 50 teoretických pater, s výhodou 80 teoretických pater. Rektifikace se provádí za hmotového poměru složek lutidinové frakce a vody v destilační násadě v rozmezí 1:1 až 1:10, s výhodou 2:3 až 1:3. Jednotlivé složky lutidinové frakce, 2,3-, 2,4-, a 2,5-dimethylpyridinu i 2-ethy-6-methylpyridin se při rektifikaci oddělí jako azeotropické směsi s vodou. Mezifrakce dvou azeotropických směsí a voda oddělená z azeotropické směsi se může použít do další destilační násadě, nebo cirkulovat v případě kontinuálního provedení destilace. Opakovanou azeotropickou destilací získaných složek lutidinové frakce s vodou lze jejich čistotu zvýšit.

Vynález řeší způsob dělení složek lutidinové frakce jejich azeotropickou destilací.

Lutidinová frakce je směsí pyridinových zásad, převážně isomerních dimethylpyridinů, vroucích v teplotním rozmezí 155 až 163 °C. Průměrné složení lutidinové frakce z černouhelného dehtu je 60 % 2,4-dimethylpyridinu, 7 % 2,3-dimethylpyridinu, 1,5 % 2-ethyl-6-methylpyridinu, 8 % níževroucích a 5,5 % výševroucích homologů pyridinu. Podle dosavadních znalostí se dělení složek lutidinové frakce pyridinových zásad černouhelného dehtu provádí řadou postupů, z nichž každý má své přednosti i nedostatky. Prvá skupina postupů je založena na účinné rektifikaci zásad, kdy se získává ve vysoce koncentrovaném až čistém stavu pouze 2,4-dimethylpyridin. Ostatní izomerní 2,3- a 2,5-dimethylpyridiny se získají pouze jako 50 až 60% koncentráty. Azeotropickou destilací s vodou se získá v čistém stavu pouze 2,4-dimethylpyridin. K dělení izomerních dimethylpyridinů byla použita i jejich azeotropická destilace s fenolem, destilace hydrochloridů a dělení na iontoměničích. Z lutidinové frakce byl oddělen i 2-ethyl-6-methylpyridin a to azeotropickou destilací s kyselinou propionovou. I když lze uvedenými postupy získat složky lutidinové frakce v dobrém výtěžku a značné čistotě, zůstává jejich nevýhodou poměrně náročné zpracovávání velkých objemů v řadě případů agresivních směsí a vznik značného množství kapalných odpadů.

Druhá skupina postupů využívá k dělení schopnosti složek lutidinové frakce tvořit krystalické soli, komplexy a klatráty s anorganickými i organickými sloučeninami. I když jsou tyto postupy rozšířeny, zůstává jejich průvodním nedostatkem značná pracnost několika izolačních stupňů, ekonomická náročnost pomocných látek a vznik odpadních vod, jejichž likvidace i čištění je nákladné.

Třetí skupinou postupů pro dělení složek lutidinové frakce jsou postupy využívající odlišné reaktivity jednotlivých homologů pyridinu a odlišných fyzikálních vlastností vzniklých derivátů. Tyto postupy se však používají poměrně ojediněle a volba postupu závisí na ekonomické dostupnosti pomocných látek a technických možnostech konkrétní výroby. I zde však setrvávají problémy s odpadními vodami i odpady pevné konzistence.

Řadu uvedených nedostatků řeší způsob dělení složek lutidinové frakce podle tohoto vynálezu. Jeho podstatou je azeotropická rektifikace složek lutidinové frakce s vodou na účinném rektifikačním zařízení. Účinnost tohoto zařízení má být nad 50 teoretických pater, s výhodou 80 teoretických pater. Rektifikace se provádí za hmotového poměru složek lutidinové frakce a vody v destilační násadě v rozmezí 1:1 až 1:10, s výhodou 2:3 až 1:3.

Jednotlivé složky lutidinové frakce, 2,3-, 2,4- a 2,5-dimethylpyridiny i 2-ethyl-6-methylpyridin se při rektifikaci oddělí jako azeotropické směsi s vodou. Mezifrakce dvou azeotropických směsí a voda oddělená z azeotropické směsi se může použít do další destilační násady nebo cirkulovat v případě kontinuálního provedení destilace. Opakovanou azeotropickou rektifikací získaných složek lutidinové frakce s vodou lze jejich čistotu zvýšit.

Hlavní přednosti tohoto postupu spočívá v získání 2,3-, 2,4- a 2,5-dimethylpyridinu i 2-ethylpyridinu ve vysokém výtěžku a v odpovídající čistotě v jednom technologickém stupni a to operací, která je technicky, technologicky i ekonomicky podstatně výhodnější než dosud používané postupy. Výhodným je uvedený postup i z hlediska odpadů, neboť na rozdíl od dosud používaných postupů nevznikají v tomto případě žádné závadné neb těžko likvidovatelné odpady. Jednotlivé mezifrakce z azeotropické rektifikace je možno spojit a použít k recyklu do další destilační násady, stejně tak jako destilační zbytek a vodu oddělenou z azeotropických směsí. Tím tento způsob dělení složek lutidinové frakce splňuje všechny požadavky bezodpadové technologie. 2,4-dimethylpyridin lze tímto postupem získat ve výtěžku nad 60 % a o čistotě nad 95 % spolu s koncentrátem 2,5-dimethylpyridinu o obsahu hlavní složky nad 75 % a ve výtěžku nad 70 % a spolu s koncentrátem 2,3-dimethylpyridinu o obsahu hlavní složky nad 50 % a ve výtěžku nad 50 %. Opakovanou azeotropickou rektifikací uvedených koncentrátů s vodou lze získat oba izomerní dimethylpyridiny v čistotě nad 95 % a 2-ethyl-6-methylpyridin v čistotě nad 90 %.

Konkrétní provedení způsobu dělení složek lutidinové frakce podle vynálezu popisují následující příklady.

P ř í k l a d 1

Lutidinová frakce o teplotním rozmezí varu 155 až 168 °C, obsahující 65,1 % 2,4-dimethylpyridinu, 15,6 % 2,5-dimethylpyridinu, 11,7 % 2,3-dimethylpyridinu, 1,9 % 2-ethyl-6-methylpyridinu, 4,7 % nížeovracích a 1,0 % výšeovracích homologů pyridinu, byla smíšena s vodou v hmotovém poměru 2:3,5. Smíš byla rektifikována za atmosférického tlaku na destilačním zařízení o účinnosti 80 teoretických pater za refluxního poměru 1:80. Po oddělení předkapu, obsahujícího nížeovrací homology pyridinu, byla jímána smíš vody s 2,5-dimethylpyridinem, obsahující pod 60 % vody. Po odvodnění této frakce byla jímána azeotropická smíš 2,4-dimethylpyridinu a 60 % vody. Po odvodnění byl získán 95 % 2,4-dimethylpyridin ve výtěžku 64 %. Jako poslední podíl byla jímána azeotropická smíš 8,3-dimethylpyridinu s 65 % vody, která po odvodnění poskytla 56 % na obsah této složky v surovině. Do koncentrátu 2,5-dimethylpyridinu se zkoncentrovala také podstatná část 2-ethyl-6-methylpyridinu z výchozí suroviny.

P ř í k l a d 2

Koncentrát 2,4-dimethylpyridinu, obsahující 81 % hlavní složky, 8,7 % 2,5- a 7,2 % 2,3-dimethylpyridinu, byl smíš s vodou v hmotovém poměru 1.2. Rektifikace byla provedena na destilačním zařízení o účinnosti 62 teoretických pater za refluxního poměru 1:85. Jako hlavní frakce byla jímána azeotropická smíš 2,4-dimethylpyridinu s vodou, jejímž odvodněním byl získán 95 resp. 96,2 % 2,4-dimethylpyridin ve výtěžku 81,5 resp. 49 %.

P ř í k l a d 3

Smíš složek lutidinové frakce, obsahující 34,1 % 2,5-dimethylpyridinu a 63 % 2,4-dimethylpyridinu byla smíšena s vodou v poměru 2:3,5. Azeotropická rektifikace této smíš byla provedena na destilačním zařízení o účinnosti 75 teoretických pater za refluxního poměru 1:80. Jako první hlavní frakce byla získána azeotropická smíš 2,5-dimethylpyridinu s vodou. Jejím odvodněním byl získán 97 resp. 95 % 2,5-dimethylpyridin ve výtěžku 62 resp. 67 %. Jako druhá hlavní frakce byla jímána azeotropická smíš 2,4-dimethylpyridinu s vodou, jejímž odvodněním byl získán 98,5 resp. 95 % 2,4-dimethylpyridin ve výtěžku 80 resp. 86 %, vztaženo na obsah v surovině.

P ř í k l a d 4

Smíš složek lutidinové frakce, obsahující 65,1 % 2,3-dimethylpyridinu, 26 % 2,4-dimethylpyridinu a 5 % 2-ethyl-6-methylpyridinu byla smíšena s vodou v hmotovém poměru 1:3. Azeotropická rektifikace smíš byla provedena na destilačním zařízení o účinnosti 85 teoretických pater za refluxního poměru 1:80. Jako první podíl byla jímána azeotropická smíš 2-ethyl-6-methylpyridinu s vodou, jejímž odvodněním byl získán 90 % 2-ethyl-6-methylpyridin ve výtěžku 72 %, vztaženo na obsah v surovině. Jako druhý podíl byla jímána azeotropická smíš 2,4-dimethylpyridinu s vodou, která po odvodnění poskytla 75 % 2,4-dimethylpyridin ve výtěžku 84 %. Třetím podílem byla azeotropická smíš 2,3-dimethylpyridinu s vodou, jejímž odvodněním byl získán 95,3 % 2,3-dimethylpyridin ve výtěžku 53 %, vztaženo na obsah této složky ve výchozí surovině.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob dělení složek lutidinové frakce jejich azeotropickou destilací, vyznačující se tím, že složky lutidinové frakce se rektifikují na zařazení o účinnosti nad 50 teoretických pater, s výhodou 80 teoretických pater za přídavku vody v hmotovém poměru 1:1 až 1:10, s výhodou 2:3 až 1:3 a jednotlivé složky se oddělí jako azeotropické směsi s vodou a jako mezifrakce dvou azeotropických směsí.

2. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že mezifrakce dvou azeotropických směsí a voda oddělená z azeotropických směsí se použijí do další destilační násady, nebo cirkulují v případě kontinuálního provedení destilace.

3. Způsob podle bodu 1 a 2, vyznačující se tím, že získané složky lutidinové frakce se podrobí opakované azeotropické destilaci s vodou.