

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWAURZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

62786

Patent dodatkowy
do patentu

Zgłoszono: 19.IX.1967 (P 122 642)

Pierwszeństwo:

Opublikowano: 25.VIII.1971

Kl. 12 p, 1/01

MKP C 07 d, 31/16

UKD

Współtwórcy wynalazku: Czesław Osnowski, Jerzy Przybyła, Stefan Banaśiak

Właściciel patentu: Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe „Polskie Odczynniki Chemiczne”, Gliwice (Polska)

Sposób oczyszczania mieszaniny izomerycznych dwupirydyli

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób oczyszczania mieszaniny izomerycznych dwupirydyli wytworzonej przez utlenienie produktów reakcji sodu z pirydyną. W czasie syntezy obok sześciu izomerycznych dwupirydyli, głównie 4,4'-dwupirydyli, tworzą się smołowe produkty uboczne, których usunięcie jest konieczne do otrzymania czystego 4,4'-dwupirydyli, względnie pozostałych izomerów.

Znane są sposoby oczyszczania mieszanin dwupirydyli na drodze destylacji próżniowej według belgijskich opisów patentowych Nr 617 852 i Nr 629 552 ekstrakcji eterem z dodatkiem 2—3% wody suchej, żywcowatej pozostałości otrzymanej po oddestylowaniu pirydyny (metoda Smith'a adaptowana przez K. Hołowieckiego — Acta Chimica 1964 r. vol. 9), czy też podwójnej ekstrakcji według belgijskiego opisu patentowego Nr 628 927, polegającej na destylacji mieszaniny poreakcyjnej z gazaliną, ekstrakcji pozostałości wodnym roztworem kwasu solnego i po zobojętnieniu ponownej ekstrakcji trójchloroetylenem.

Wymienione sposoby posiadają szereg niedogodności: są mało skuteczne, pracochłonne, czy to ze względu na długotrwałe wytrząsanie twardej, żywcowatej i hygroskopijnej pozostałości z eterem, czy też ze względu na dużą ilość operacji związanych ze stosowaniem oprócz wody dwóch rozpuszczalników organicznych i ich regeneracją.

2

Stwierdzono, że smołowe, organiczne zanieczyszczenia można usunąć z mieszaniny izomerycznych dwupirydyli wytworzonej przez utlenienie produktów reakcji sodu z pirydyną lub jej homologami w obecności nadmiaru pirydyny i/lub innego rozpuszczalnika przez adsorpcję na wodorotlenku wapniowym lub barowym. W tym celu suche produkty syntezy rozpuszcza się na gorąco w wodzie i traktuje wodnym roztworem chlorku wapniowego lub barowego w ilości równoważnej w stosunku do ilości sodu użytego do syntezy. Osad wodorotlenku wapniowego lub barowego po kilkukrotnym przemyciu wodą oddziela się na gorąco.

Dwupirydydyle rozpuszczalne w gorącej wodzie pozostają w odbarwionym roztworze. Po zagęszczeniu wodnego roztworu i wykrystalizowaniu chlorowodorów dwupirydyli oraz wyodrębnieniu w znany sposób 4,4'-dwupirydyli otrzymuje się czysty związek dwuwodny o temperaturze topnienia 69—72°C z wydajnością ponad 40% w stosunku do zużytego sodu, to znaczy analogicznie jak dla metody ekstrakcyjnej.

Zaletą sposobu według wynalazku jest prowadzenie procesu oczyszczania w środowisku wodnym, co znacznie upraszcza proces technologiczny i aparaturę oraz umożliwia prowadzenie procesu w dowolnej skali.

Przykład. 3,5 kg suchej masy otrzymanej w procesie syntezy dwupirydyli z 550 g sodu i 12 kg pirydyny rozpuszcza się na gorąco w 24 litrach

wody przy intensywnym mieszaniu, zadaje roztworem 1,5 kg chlorku wapniowego eksykatorowego w 6 litrach wody, ogrzewa pół godziny w temperaturze 90—100°C, oddziela osad i przemywa 12 litrami gorącej wody. Osad wodorotlenku wapniowego miesza się z 12 litrami wody, ogrzewa do temperatury 90°C, filtruje ponownie i przemywa 6 litrami gorącej wody.

Klarowny filtrat zakwasza się kwasem solnym i zagęszcza do objętości 8—10 litrów, po czym zadaje nadmiarem stężonego kwasu solnego, chłodzi i odfiltrowuje kryształy chlorku sodowego. Przesącz zagęszcza się dalej, aż do wytworzenia gęstej masy powstałej przez krystalizujące chlorowodorki dwupirydyli i w znany sposób rozdziela chlorowodorek 4,4'-dwupirydyli od innych izomerów.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób oczyszczania mieszaniny izomerycznych dwupirydyli wytworzonej przez utlenienie produktów reakcji sodu z pirydyną lub jej homologami w obecności nadmiaru pirydyny i/lub innego rozpuszczalnika, **znamienny tym**, że suche produkty syntezy rozpuszcza się na gorąco w wodzie i zadaje roztworem wodnym chlorku wapniowego lub barowego w ilości równoważnej w stosunku do ilości sodu użytego do syntezy, po czym oddziela na gorąco osad wodorotlenku wapniowego lub barowego, a oczyszczone izomeryczne dwupirydydle wydziela się z roztworu w postaci chlorowodorków w znany sposób.