

**POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA**



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

OPIS PATENTOWY

54038

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 29. XII. 1964 (P 106 788)

Pierwszeństwo: 08. VIII. 1964 Niemiecka
Republika
Demokratyczna

Opublikowano: 25. IX. 1967

Kl. 12 p, 1/01

MKP C 07 d,

31/20

UKD

Współtwórcy wynalazku: Wiktor Kemula, Danuta Sybilska, Hans-Günter Könnecke, Gerhard Gawalek

Właściciel patentu: Polska Akademia Nauk (Instytut Chemii Fizycznej),
Warszawa (Polska)

Sposób oddzielania 4-metylopirydyny z technicznych frakcji metylowanych pirydyn

1

Wynalazek dotyczy sposobu oddzielania 4-metylopirydyny z frakcji metylowanej pirydyny, zawierającej głównie 4-metylopirydynę, 3-metylopirydynę oraz 2,6-dwumetylopirydynę przez wytwarzanie selektywnych kompleksów.

Wiadomo, że 4-metylopirydynę znajdującą się we frakcji 3-metylopirydynowej lub w mieszaninie z 3-metylopirydyną i 2,6-dwumetylopirydyną, można przeprowadzić w podwyższonej temperaturze w kompleks, przez traktowanie mieszaniny solami metali ciężkich np. solami kobaltu lub żelaza.

Kompleksy zostają oddzielone, a następnie rozłożone, w wyniku czego otrzymuje się wartościową 4-metylopirydynę i odzyskuje sole. Jednakże nie wszystkie sole metali ciężkich nadają się jako czynniki kompleksujące do rozdzielania. Najskuteczniejsze technicznie są halogenki takie, jak chlorek i bromek miedzi a przede wszystkim chlorek niklu. Kompleks tworzy się wtedy na gorąco w środowisku wodnym lub alkoholowym zakwaszonym kwasem solnym. Powstały osad oddziela się, alkalizuje i otrzymuje z niego 4-metylopirydynę przez destylację z parą wodną.

Znane dotychczas sposoby postępowania mają tę wadę, że zawartość najbardziej pożądanej 4-metylopirydyny w wytworzonym kompleksie jest stosunkowo mała. Wynosi ona przeciętnie nie więcej niż 50—60%. Resztę stanowią niepożądane zanieczyszczenia, tak że w celu polepszenia jakości pro-

2

duktu np. do otrzymywania preparatów farmaceutycznych stosuje się dodatkowo rafinację.

Wynalazek eliminuje tę wadę i umożliwia otrzymywanie 4-metylopirydyny w czystej postaci przez zwiększenie jej stężenia w kompleksie, kosztem niepożądanych zanieczyszczeń. Jest to możliwe przez zastosowanie bardziej selektywnie działających kompleksów.

W myśl wynalazku jako czynnik kompleksujący stosuje się rodanki pierwiastków ósmej podgrupy układu okresowego, przy czym reakcję prowadzi się w temperaturze od 20 do 100°C. Sole te wykazują wyjątkowo tak dużą selektywność w stosunku do 4-metylopirydyny, że zawartość jej w kompleksie wytrąconym w postaci osadu dochodzi do 95% w odniesieniu do całkowitej ilości 4-metylopirydyny, zawartej w wyjściowej mieszaninie technicznej. W sposobie według wynalazku przede wszystkim tworzy się kompleks 4-metylopirydynowy. Kompleks z 3-metylopirydyną wprowadzie tworzy się równocześnie, lecz w niewielkich ilościach, natomiast 2-metylo- oraz 2,6-dwumetylopirydyna nie reaguje tak długo, dopóki w mieszaninie obecna jest wolna 4-metylopirydyna.

Zawartość 4-metylopirydyny w strąconym osadzie można zwiększyć przez zastosowanie wielokrotnego przekrystalizowania. Przeróbkę osadu, w celu uzyskania 4-metylopirydyny, prowadzi się w znany sposób. Według wynalazku otrzymuje się 4-metylopirydynę z dobrą wydajnością, jednakże znacznie

3

czystsza aniżeli przy zastosowaniu dotychczas znanych metod.

Następujący przykład może służyć jako wyjaśnienie wynalazku:

Przykład. Do 174 g (1,5 mola) rodanku niklu, rozpuszczonego w 1 litrze wody, dodano (w temperaturze 70°C) mieszając 1650 g mieszaniny pikolin zawierającej: 35% 4-metylopirydyny, 35% 3-metylopirydyny, 5% 2-metylopirydyny oraz 25% 2,6-dwumetylopirydyny. Po 30 minutowym mieszaniu, roztwór chłodzono, a wytrącony kompleks pikoliny wyodsączono, przemyto i rozłożono przez zalkalizo-

4

wanie. Po przedestylowaniu z parą wodną otrzymano 475 g 4-metylopirydyny.

Zastrzeżenie patentowe

- 5 Sposób oddzielania 4-metylopirydyny z technicznych frakcji metylowanych pirydyn zawierających głównie 4-metylopirydynę, 3-metylopirydynę oraz 2,6-dwumetylopirydynę przez wytwarzanie selektywnych kompleksów soli metali ciężkich **znamienny tym**, że jako czynnik kompleksujący stosuje się rodanki pierwiastków ósmej podgrupy układu okresowego.
- 10