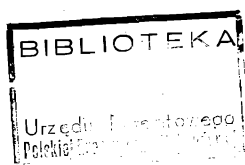


1



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ OPIS PATENTOWY

Nr 36555

Instytut Farmaceutyczny *)
(Warszawa, Polska)

Kl. 12 p, 1/01

MKP cofd 29/10

MS

Sposób wytwarzania N-etylopiperydyny

Udzielono patentu z mocą od dnia 16 kwietnia 1953 r.

N-etylopiperydynę otrzymywano dotychczas przez alkilowanie piperydyny jodkiem lub bromkiem etylowym (Evans, J. Chem. Soc. 1897, 71, 523, Clarke, J. Chem. Soc. 1912, 101, 1807, Magnusson H. W. Schierz F. R. Chem. Abstr. 34 6867¹, 1940). Sposoby te wymagają stosowania piperydyny, którą otrzymuje się, jak wiadomo, przez uwodornianie pirydyny w obecności katalizatorów uwodorniających. Sposoby opisane w powyżej podanej literaturze wykazują jednak te niedogodności, iż wymagają uprzedniego wydzielania piperydyny.

Stwierdzono, że sposób wytwarzania etylopiperydyny można znacznie uprościć, etylując bezpośrednio produkt reakcji uwodorniania pirydyny w obecności katalizatora użytego uprzednio do jej uwodorniania, dzięki czemu odpada potrzeba wyosobniania piperydyny jako takiej i pozwala na przeprowadzenie procesu uwodorniania

pirydyny i etylowania w jednym i tym samym reaktorze. Stwierdzono ponadto, że jako katalizator służący do uwodorniania pirydyny i etylowania piperydyny najkorzystniej jest stosować osadzony, na żelu krzemionkowym, katalizator niklowo-kobaltowy, który umożliwia otrzymywanie piperydyny i N-etylopiperydyny o wysokiej czystości z bardzo dużą wydajnością.

Przykład. 150 g. azotanu niklowego i 10 g. azotanu kobaltowego rozpuszcza się w 100 ml wody destylowanej i nasycy tym roztworem 30 g żelu krzemionkowego o średnicy ziarna do 0.05 mm. Oddzielnie przyrządza się roztwór 200 g węglanu sodu w 500 ml wody i wlewa do niego stale mieszając oleistą zawiesinę żelu krzemionkowego w roztworze azotanów. Po kilkakrotnym zdekantowaniu osad sący się na lejku Schotta i przemywa aż do zaniku reakcji barwnej na jon azotanowy z dwufenyloaminą. Po wysuszeniu osadu w suszarce w temperaturze 100°C i przesianiu go przez sito katalizator poddaje się redukcji.

Redukcję katalizatora przeprowadza się w rurze umieszczonej w piecu elektrycznym, 15 g ka-

*) Właściciel patentu oświadczył, że wynalazcami są inż. Wiesław Lewenstein i inż. Jerzy Zawadzki.

talizatora poddaje się procesowi redukcji w temperaturze 450°C w ciągu 6 godzin przy przepływie wodoru 10 ml/min. Po ostudzeniu katalizatora w strumieniu wodoru wysypuje się zawartość rury do autoklawu wahliwego, do którego wlewa się uprzednio 100 g pirydyny technicznej. Proces uwodornienia trwa około 5 godzin w temperaturze 150—180°C pod ciśnieniem 6—100 atm. Do autoklawu, w którym znajduje się mieszanina powstała po uwodornieniu 100 g pirydyny o składzie 90% piperydyny i 10% pirydyny oraz opisanego powyżej katalizatora, wlewa się alkohol etylowy w ilości 100 g. Po zakręceniu autoklawu i napełnieniu azotem do ciśnienia 30 atm reaktor ogrzewa się do temperatury 180—200°C i utrzymuje w tej temperaturze 4 godziny. Po ostudzeniu mieszaninę reakcyjną rozdziela się przez frak-

cjonowaną destylację. Otrzymana N-etylopiperydyna jest wysokiej czystości. Granice jej temperatur wrzenia wynoszą 126°—131°C. Wydajność wynosi około 80% teorii.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania N-etylopiperydyny, znamieny tym, że etyluje się bezpośrednio produkt uwodornienia pirydyny w obecności katalizatora uwodorniającego użytego do uwodornienia.
2. Sposób według zastrz. 1. znamieny tym, że jako katalizator uwodorniający stosuje się katalizator niklowo-kobaltowy.

Instytut Farmaceutyczny

Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych