



C07d 31/20

POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 37054

Kl. 12 p, 1/01

Instytut Chemii Ogólnej*)

Warszawa, Polska

Sposób oddzielania 2-pikoliny od składników frakcji pikolinowej zawierającej 2,6-lutydynę i izomeryczne 3- i 4-pikoliny

Udzielono patentu z mocą od dnia 20 czerwca 1953 r.

Podczas destylacji zasad pirydynowych otrzymuje się obok frakcji głównych takich jak frakcja pirydyny, 2-pikoliny, frakcja 3^o-wa zawierająca 2,6-lutydynę oraz izomeryczne 3- i 4-pikoliny (frakcja trzystopniowa) i frakcja lutydynowa, frakcje pośrednie powstające na drodze azeotropowej destylacji składników sąsiednich frakcji głównych. Zupełne rozdzielenie frakcji pośrednich nawet na drodze wielokrotnej redestylacji jest niemożliwe. Co prawda znany jest sposób rozdzielania frakcji pośrednich polegający na zawracaniu ich do destylacji następnej szarży zasad pirydynowych, jednakże powstawanie frakcji pośrednich utrudnia znacznie otrzymanie w stanie czystym frakcji głównych, szczególnie przy użyciu mniej selektywnych kolumn rektyfikacyjnych.

Otrzymywana podczas destylacji zasad pirydynowych frakcja trzystopniowa jest surowcem służącym do produkcji kwasów nikotynowych

*) Właściciel patentu oświadczył, że twórcami wynalazku są Wojciech Świętosławski i Danuta Rostańska.

do celów farmaceutycznych. Zanieczyszczenia tej frakcji 2-pikoliną powstające wskutek azeotropowej destylacji 2-pikoliny ze składnikami frakcji trzystopniowej dyskwalifikują jej przydatność jako surowca dla przemysłu farmaceutycznego.

Sposób według wynalazku polega na tym, że podczas destylacji mieszaniny 2-pikoliny i składników frakcji trzystopniowej do kotła destylacyjnego dodaje się mieszaninę węglowodorów parafinowych lub ich mieszanin z naftenami, np. benzynę o granicach temperatur wrzenia tak dobranych, aby utworzyły one mieszaninę azeotropów dodatnich dwuskładnikowych z 2-pikoliną, a nie utworzyły ich ze składnikami frakcji trzystopniowej i oddestylowuje się tę mieszaninę azeotropów, a następnie frakcję trzystopniową. Mieszaninę węglowodorów i 2-pikoliny rozdziela się jednym ze znanych sposobów i węglowodory zawraca się do destylacji następnej szarży.

Sposób rozdzielania 2-pikoliny od składników

frakcji pikolinowej trzystopniowej, stanowiący przedmiot wynalazku wyjaśniają następujące przykłady

Przykład I. Do odwodnionej mieszaniny zasad pirydynowych zawierającej 2-pikolinę i składniki frakcji trzystopniowej wprowadza się pewną ilość benzyny o tak dobranych temperaturach wrzenia, np. 110—120°C, aby węglowodory parafinowane wchodzące w jej skład tworzyły mieszaniny azeotropowe dwuskładnikowe z 2-pikoliną, a nie tworzyły azeotropów ze składnikami frakcji trzystopniowej. Ilość benzyny dobiera się zależnie od ilości 2-pikoliny w mieszaninie zasad. Mieszaninę azeotropów 2-pikoliny z węglowodorami oddestylowuje się w temperaturze poniżej temperatury wrzenia składników tworzących azeotropy, a więc np. poniżej 120°C, następnie oddestylowuje się ewentualny nadmiar węglowodorów, przy czym jeżeli użyta kolumna jest mało selektywna to destylują równocześnie składniki frakcji trzystopniowej i wreszcie oddestylowuje się czystą frakcję trzystopniową. Węglowodory oddestylowane w mieszaninach azeotropów oddziela się przez wymycie np. wodą i zawraca się wraz z węglowodorami destylującymi powyżej 120°C ewentualnie razem ze składnikami frakcji trzystopniowej do destylacji następnej szarży.

Przykład II. Postępuje się podobnie jak w przykładzie I z tą różnicą, że zamiast odpo-

wiedniej frakcji benzyny stosuje się mieszaninę izomerycznych oktanów. W temperaturze poniżej 125°C oddestylowuje mieszaninę azeotropów 2-pikoliny i odpowiednich oktanów, następnie nadmiar oktanów ewentualnie ze składnikami frakcji trzystopniowej i wreszcie czysta frakcja trzystopniowa.

Sposób według wynalazku umożliwia nawet przy użyciu mało selektywnych kolumn otrzymanie czystej frakcji trzystopniowej na drodze jednorazowej destylacji.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób oddzielania 2-pikoliny od składników frakcji pikolinowej zawierającej 2,6-lutydynę i izomeryczne 3- i 4-pikoliny przez destylację, znamienny tym, że destylację przeprowadza się w obecności mieszaniny węglowodorów parafinowych lub ich mieszanin z naftenami.
2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że jako węglowodory parafinowe stosuje się mieszaninę izomerycznych oktanów.
3. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że jako mieszaninę węglowodorów parafinowych z naftenami stosuje się benzynę.

Instytut Chemii Ogólnej

Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych