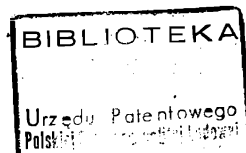


C07d 31/20



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 39565

Kl. 12 p, 1/01

Zakłady Przemysłu Chemicznego „Pabianice”^(*)

Pabianice, Polska

Sposób wytwarzania 4-etylopirydyny

Patent trwa od dnia 6 października 1953 r.

Wynalazek dotyczy sposobu wytwarzania 4 — etylopirydyny. 4 — etylopirydynę otrzymuje się dotychczas w ten sposób, że mieszaninę pirydyny i bezwodnika kwasu octowego, traktuje się najpierw płynem cynkowym, a następnie wodą. Mieszaninę poreakcyjną zobojętnia się ługiem w celu uwolnienia się etylopirydyny. Wytworzona w ten sposób 4 — etylopirydyna znajduje zastosowanie do produkcji kwasu izonikotynowego.

Zwykle stosuje się duży nadmiar bezwodnika kwasu octowego, gdyż umożliwia to dokładne wymieszanie substratów i utrzymanie ich w postaci jednorodnej gęstej masy. W przypadku użycia niedostatecznej ilości bezwodnika kwasu octowego masa reakcyjna nie daje się mieszać w związku z czym powstają trudności regulowania przebiegu reakcji, która jest silnie egzotermiczna.

Stwierdzono, że wprowadzenie do mieszaniny reakcyjnej rozpuszczalnika organicznego nie wchodzącego w reakcję z pirydyną i bezwodni-

kiem kwasu octowego w obecności cynku posiadającego temperaturę wrzenia w granicach 110 — 150°C, np. lodowatego kwasu octowego lub chlorobenzenu, pozwala na otrzymanie 4-etylopirydyny przy użyciu bezwodnika kwasu octowego w dużo mniejszych ilościach aniżeli dotąd stosowano.

Sposób według wynalazku polega więc na tym, że mieszaninę pirydyny, bezwodnika kwasu octowego oraz rozpuszczalnika organicznego o właściwościach wyżej wymienionych traktuje się pyłem cynkowym, utrzymując temperaturę masy reakcyjnej w granicach 30 — 35°C. Dalszą przeróbkę masy reakcyjnej przeprowadza się metodą znaną. Najkorzystniejszym rozpuszczalnikiem organicznym do przeprowadzania sposobu według wynalazku jest lodowaty kwas octowy.

Lodowatego kwasu octowego dodaje się do masy reakcyjnej w ilości 100 — 150% wagowych w stosunku do wagi pirydyny w zależności od stężenia użytego bezwodnika kwasu octowego.

Przykład. Do mieszalnika, zaopatrzonego w płaszcz wodno-parowy oraz w chłodnicę zwrotną,

^{*)} Właściciel patentu oświadczył, że twórcami wynalazku są inż. mgr Tadeusz Tkaczyński, inż. Lech Grabowski i mgr Wiktor Pietrzak.

wprowadza się 25 kg suchej pirydyny, 50 kg bezwodnika kwasu octowego oraz 25 kg lodowatego kwasu octowego. Po uruchomieniu mieszadła dodaje się porcjami 37,5 kg pyłu cynkowego po 1,25 kg co 10 minut, utrzymując temperaturę masy reakcyjnej w granicach 30 — 35°C.

Po dodaniu całej ilości cynku przerywa się chłodzenie co powoduje wzrost temperatury masy reakcyjnej do około 80°C. W celu podniesienia temperatury masy reakcyjnej do jej temperatur wrzenia (około 140°C), wprowadza się do płaszcza parowo-wodnego w ciągu 10 minut parę. Masę reakcyjną utrzymuje się w stanie wrzenia w ciągu godziny, po czym pozostawia się ją do ochłodzenia do temperatury 100°C, a następnie do daje 100 l wody zimnej i miesza w ciągu 2 godzin. Ochłodzoną masę zubożętnia się 30%-owym ługiem sodowym i oddestylowuje z parą wodną 600 l destylatu wodnego zawierającego 4-etylopirydynę i pirydynę. W przypadku przeróbki etylopirydyny na kwas izonikotynowy destylat ten poddaje się wprost utlenianiu, przy czym 4-etylopirydyna utlenia się na kwas izonikotynowy. Pirydynę wyodrębnia się na drodze destylacji. W wyniku reakcji otrzymuje się 12 kg kwasu izonikotynowego.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania 4-etylopirydyny przez traktowanie pyłem cynkowym, mieszaniny pirydyny i bezwodnika kwasu octowego, znamienny tym, że reakcję przeprowadza się z małym nadmiarem bezwodnika kwasu octowego w środowisku rozpuszczalnika organicznego nie wchodzącego w reakcję z pirydyną i bezwodnikiem kwasu octowego w obecności cynku oraz posiadającego temperaturę wrzenia w granicach 110 — 150°C, np. w środowisku lodowatego kwasu octowego lub chlorobenzenu.
2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że do masy reakcyjnej dodaje się rozpuszczalnika organicznego w ilości 100 — 150% wagowych w stosunku do wagi pirydyny.

Zakłady Przemysłu Chemicznego
„Pabianice”

Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych